

HEALTH AND ENVIRONMENTAL EFFECTS OF AIR POLLUTION

Gadirova E.M., Mammadova A.T.

Baku State University,

AZ 1148, Azerbaijan, Baku, ul. Z. Khalilova, 23

During the first part of the 20th century, due to the dramatically increasing emission of air pollutants at the same time, in the absence of environmental protection technologies, several acute air pollution episodes were formed in some countries. One of the first air pollution disasters is occurred in a heavily industrialised area of Belgium. In December 1930, during the Meuse Valley fog event, the stable atmospheric conditions and industrial pollution from steel mills, coke ovens, foundries, and smelters contributed to the significant accumulation of air pollutants including sulphur dioxide (SO₂) sulphuric acid and fluoride gases. Another harmful effect of increased emission of air pollutants was also recognized in the 20th century. The term “acid rain” was already introduced in 1872 by Robert Angus Smith, an English scientist, who experienced that acidic precipitation could damage plants and materials. Each pollutants emitted to the atmosphere can affect directly or indirectly the human health. Along with harming human health, air pollution can cause a variety of environmental effects, such us acid rain, eutrophication, effects on wildlife, ozone depletion, crop and forest damages, global climate change. Some pollutants can also play important role in weather situations (e.g. reduction of visibility, forming of clouds and precipitation, modification of radiation budget etc.). At the same time, the state of the atmosphere is also affects the degree of air pollution through several processes (e.g. photochemical activity, transport and deposition processes etc.). Table summarizes the possible effects of some important pollutants on the human health and on the environment.

Air pollutants	Effects on human health	Effects on environment
Carbon monoxide (CO)	headache, reduced mental alertness, heart attack, cardiovascular diseases, impaired foetal development, death	contribute to the formation of photochemical smog
Sulphur dioxide (SO ₂)	eye irritation, breathing problems, cardiovascular diseases	formation of acid rain, visibility reduction, plant damages
Nitrogen dioxide (NO ₂)	irritation of the lung, respiratory symptoms, susceptibility to respiratory infections, stroke	contribute to the formation of photochemical smog, formation of acid rain, visibility reduction, water quality deterioration,
Ozone (O ₃)	respiratory symptoms, eye irritation, asthma	plant and ecosystem damage, visible injury, decreased productivity, crop yield, indirect effect on global warming

In the last few decades, due to the emission reduction strategies and legislation and at the same time the decline in industrial production, air quality has improved in several countries.

ECOLOGICAL MONITORING OF CRUDE OIL SAMPLE TAKEN FROM OIL ROCKS

Gadirova E.M., Sharifova N. Sh.

Baku State University,

AZ 1148, Azerbaijan, Baku, ul. Z. Khalilova, 23

It is known from literature that every year 6mln tons of oil and oil products are discharged to the world ocean. Though soil extraction happens relatively late than the water and air flow, its cleaning requires a lot of time. For example; 20-30 years are required for the cleaning of soil contaminated with smoke gases, and 100 years for the treatment of contaminated soil with heavy metals (Hg, Cd, Pb) The permissible concentration of toxic substances in the products that are contaminated with polyaromatic hydrocarbons (PAC) is higher than the norm, which is undesirable. The same problems are experienced in Azerbaijan. Thus, excessive pollution of the surrounding areas near the oil fields prevents the use of these lands effectively.

This thesis considers the quality of crude oil taken from Oil Rocks through chemical analysis by the purpose of environmental protection. Crude oil were extracted from Oil Rocks and its chromatographic analysis was carried out. Quality analysis of crude oil was conducted with A flame-ionizing GC equipped with ZB-1 (Phenomenex, USA) -FID 6890 (Agilent, USA) gas chromatographic detector. In the analysis, helium was used as a gas-bearing agent. The determination of the chemical analysis of this oil was implemented with the support of the Caspian Ecology Laboratory. The following are the chemical indicators of crude oil from Oil Rocks.

Table 1. Some chemical properties of oil taken from Oil Rocks

Type of the oil	Chlorinated salts (mg / l)	Sulfur (%)	Resin (%)	Ash (%)	Paraffin (%)
Oil Rocks	39,2	0,21	13,40	0,0126	1,65

As it can be seen in Table 1, the amount of sulfur content in the crude oil extracted from Oil Rocks is relatively small.

SORPTION REMOVAL OF SILVER(I) IONS USING CHELATING POLYMERIC ADSORBENT MODIFIED WITH M-AMINOPHENOL

Maharramov A.M.¹, Afandieva N.T.¹, Mammadov P.R.¹, Huseynova N.S.², Chiragov F.M.¹

¹ Baku State University,

AZ 1148, Azerbaijan, Baku, ul. Z. Khalilova, 23

email: info@bsu.az

² Azerbaijan Medical University,

AZ 1022, Azerbaijan, Baku, ul. Bakikhanova, 23

email: rector@amu.edu.az

Heavy metal ions are among the environmental pollutants. They are toxic even at low doses and have negative effects on humans. Silver(I) is one of the heavy metal ions. Silver compounds can be released into water from different sources and cause a big detrimental to human's life. Thus, the application of different treatment methods for Ag(I) removal is actual. The most effective methods for the determination of heavy metal ions are flotation, coagulation and adsorption. Among them sorption methods due to the number of advantages, including simplicity of operation have been widely used.

In a present paper we investigated methods of concentration of Ag(I) by chelating polymeric adsorbent modified with m-aminophenol. The sorption-photometric determination of trace amounts of silver(I) ions has been studied. Sorption process was carried out under static conditions.

Various characteristics of the sorption process: influence of pH, saturation time, initial concentration of metal, influence of ionic strength were studied. The optimum pH for extraction of silver ions is pH = 6. The saturation time was found to be 210 minutes. Optimal ionic strength achieved at a value of $\mu = 0.6$. The sorption capacity of the sorbent and the percentage recovery were determined from the difference in the initial and final concentrations of silver(I) in the aqueous solution.

The desorption process was carried out using different organic and mineral acids (HCl, HNO₃, HCO₄, CH₃COOH) with same (0,5; 1,0; 1,5; 2,0 M) concentrations. The results of the study show, that sorbent modified with m-aminophenol based on a styrene-maleic anhydride copolymer is proposed as a chelating synthetic sorbent with the best analytical properties. Multiple use of the regenerated sorbent for sorption process is possible.

NEW SPECTROPHOTOMETRIC METHOD FOR THE DETERMINATION OF SILVER(I) USING 2,2'-DI(2,3,4-TRIHIDROKSIFENILAZO)BIFENIL IN DRINK WATER SAMPLES

Mammadov P.R., Maharramov A.M., Chiragov F.M.

Baku State University

email: poladazer@gmail.com

A very simple, sensitive, highly selective and non-extractive spectrophotometric method for the determination of trace amounts of silver(I) has been developed. 2,2'-di(2,3,4-trihydroxyphenylazo)biphenil (DTFAB) has been proposed as a new analytical reagent for the direct non-extractive spectrophotometric determination of silver(I). In the water media DTFAB reacts with silver to give a highly absorbent greenish yellow chelate with a molar ratio 2:1 (Ag:DTFAB). The reaction was instantaneous and the maximum absorption was obtained at 540 nm and remains stable for 24 h. The average molar absorptivity and Sandell's sensitivity were found to be $4.3 \cdot 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ and 5.0 mkg/cm^2 of silver(I), respectively. Linear calibration graphs were obtained for 0.1–30 mkg/ml of silver(I). A large excess of over 30 cations, anions and complexing agents do not interfere in the determination. The method has high precision and accuracy ($s = \pm 0.01$ for 0.5 mkg/l).

The present method was successfully applied to the determination of silver(I) in series of synthetic mixtures of various compositions and also in a number of drinkwater samples.

Analyzed drink and tap water samples were taken from markets of Baku city and Baku State University (BSU), respectively. The results of analyses of environmental water samples from various sources for silver(I) are given in Table 1.

Table 1. Determination of silver(I) in some drink water samples

Sample	Silver(I) (mkg/ml)		Recovery \pm s(%)	Sr(%)
	Added	Found ^a		
BonAqua	50	52	102 \pm 0.4	0.15
	100	103	103 \pm 0.2	0.18
Vita1000	50	48	97 \pm 0.3	0.20
	100	0.98	98 \pm 0.2	0.28
Shahdag	50	53	103 \pm 0.2	0.16
	100	101	101 \pm 0.2	0.29
Damla	50	52	102 \pm 0.3	0.33
	100	104	104 \pm 0.2	0.17
Slavyanka	50	47	97 \pm 0.3	0.21
	100	102	102 \pm 0.2	0.23
Sirab	50	51	101 \pm 0.2	0.15
	100	102	102 \pm 0.2	0.16
Badamli	50	49	98 \pm 0.2	0.22
	100	101	101 \pm 0.2	0.18
Tap water (BSU)	50	55	105 \pm 0.2	0.25
	100	103	103 \pm 0.2	0.28

In the present work a simple, selective non-extractive and inexpensive method with silver – DTFAB system was developed for the determination of silver(I) in drinkwater samples for continuous monitoring to establish trace level of silver(I) in difficult sample matrices. Therefore, this method will be successfully applied to the monitoring of trace amounts of silver(I) in drink water samples.

SIMPLE DIRECT SPECTROPHOTOMETRIC METHOD FOR THE DETERMINATION OF SILVER (I) USING 2,2-DI(2,3,4-TRIHIDROKSIFENILAZO)BIFENIL

Mammadov P.R., Maharramov A.M., Chiragov F.M., Afandieva N.T., Qulieva A.R.

Baku State University,

AZ 1148, Azerbaijan, Baku, ul. Z. Khalilova, 23

email: poladazer@gmail.com

1,5-Diphenylthiocarbazone is one of the most widely used spectrophotometric reagents and forms colored water-insoluble complexes with silver ions. Silver-dithizone complexes are water insoluble and thus their determination requires a prior solvent extraction step into CHCl_3 or CCl_4 , followed by spectrophotometric determinations. Since these methods involve solvent extraction are lengthy and time-consuming and lack selectivity due to much interference, CHCl_3 and CCl_4 have been listed as toxic. This problem has been overcome in recent years by has been proposed a new analytical reagent for the direct non-extractive spectrophotometric determination of silver(I). The azocompounds on the base of pyroghallol had widely been applied for the determination of noble metal ions, this type of 2,2-di(2,3,4-trihidroksifenilazo)bifenil (DTFAB) reagent has high sensitivity and selectivity.

The aim of the present study is to develop a simpler direct spectrophotometric method for the trace determination of silver(I) with DTFAB in aqueous solutions.

The absorption spectra of the silver – DTFAB system in presence of pH 8 solution were recorded using a spectrophotometer Lambda-40. The absorption spectra of the silver – DTFAB is a symmetric curve with maximum absorbance at 540 nm and an average molar absorptivity of $4.3 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. The selected analytical parameters obtained with the optimization experiments are summarized in Table 1.

Table 1. Selected analytical parameters obtained by optimization experiments.

Parameters	Studied range	Selected value
Wavelength / λ_{max} (nm)	200-800	540
pH	0 - 12	8
Time / h	1 - 24h	5 - 10 min
Temperature / $^{\circ}\text{C}$	0 - 80 $^{\circ}\text{C}$	25 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$
Linear range/mkg ml^{-1}	0.01-100	0.1-30
Detection limit /mkg ml^{-1}	0.01-100	0.01
Sandell's sensitivity /mkg cm^{-2}	0.1 - 10	5
Relative Standard	-	0 -2

The effect of over 30 cations, anions and complexing agents on the determination of only 1 mkg ml^{-1} of silver was studied. The criterion for interference was an absorbance value varying by more than 5% from the expected value for silver(I) alone.

It is a new approach and alternative of standard method for silver(I). In the present work a simple, selective non-extractive and inexpensive method with silver - DTFAB system was developed for the determination of silver(I) in drink water samples for continuous monitoring to establish trace level of silver(I) in difficult sample matrices.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ЖЕЛЕЗА В ФРУКТАХ, ПОСЛЕ
КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ХЕЛАТООБРАЗУЮЩИМ СОРБЕНТОМ, СОДЕРЖАЩИМ
ФРАГМЕНТЫ П-СУЛЬФОАНИЛИНА

Абиева А.Ю., Нагиев Х.Д., Чырагов Ф.М., Гюлярли У.А., Маммадова М.Ф.

Бакинский Государственный Университет,
AZ 1148, Азербайджан, Баку, ул. З. Халилова, 23
email: xalil-71@rambler.ru

Исследована концентрирование ионов железа(III) с хелатообразующим сорбентом, синтезированный на основе сополимера малеинового ангидрида-стирола и разработана чувствительная методика сорбционно-спектрофотометрического определения микроколичеств железа(III) в фруктах, с применением N-(4-оксо-4-фенилбутан-2-илиден)-N'-(2-оксорентан-4-илиден)этилендиамин (R) и 1,10-фенантролина (Фен). Сорбент синтезирован путем модификации сополимера малеинового ангидрида-стирола с п-сульфоанилином. Исследование проводилось в статических и динамических условиях. Найдено, что сорбент количественно извлекает железо(III) при pH 3,8-4,3 и сорбционная емкость сорбента равна 336 мг/г. Ионная сила до 0,60 М не влияет на сорбцию, а его последующее увеличение приводит к значительному уменьшению сорбции. Полная сорбция ионов железа(III) наблюдается через 2 ч при статических условиях. Исследовано влияние концентрации растворов HNO₃, HClO₄, H₂SO₄ и HCl на десорбцию и установлено, что ионы Fe(III) максимально извлекаются из сорбента при использовании 0,5 М HClO₄. Степень десорбции равна 95%.

Спектрофотометрическим методом установлено, что железо(III) с N-(4-оксо-4-фенилбутан-2-илиден)-N'-(2-оксорентан-4-илиден)этилендиамином образует окрашенный комплекс в кислой среде при pH 1,0-7,0, с максимальным светопоглощением при 402 нм. Максимальный выход комплекса наблюдается при pH 4,5-5,0. В присутствии 1,10-фенантролина образуется разнолигандный комплекс Fe(III)-R-Фен, при этом наблюдается батохромный сдвиг по сравнению со спектром бинарного комплекса и максимальный выход комплексообразования сдвигается в кислую среду. Максимальное поглощение комплекса Fe(III)-R-Фен 420 нм и pH_{опт} = pH 3,8-4,2. Для выбора оптимальных условий изучено влияние концентрации реагирующих веществ, температуры и времени на образование бинарного и разнолигандного комплексов железа(III). Соотношение компонентов в составе образующихся окрашенных комплексов железа(III) установлены методами изомолярных серий, относительного выхода Старика-Барбанеля и сдвига равновесия. Все методы показали, что соотношения компонентов в бинарном комплексе - 1:2, а в разнолигандном комплексе - 1:1:1. По методу пересечения кривых определены стехиометрия и константа устойчивости бинарного комплекса Fe(III)-R и найдено, что lg(Fe-R)=9,95±0,20. Учитывая молярное соотношение компонентов в разнолигандном комплексе, определены его константа устойчивости: lg(Fe-R-Фен)=17,46±0,27. Молярные коэффициенты светопоглощения комплексов Fe(III)-R и Fe(III)-R-Фен при λ_{опт} соответственно равны (5,50±0,01)·10³ и (7,00±0,02)·10³ и (1,15±0,02)·10³. Градуировочный график линеен в диапазонах концентраций 0,45-4,48 и 0,22-4,48 мкг/мл для комплексов Fe(III)-R и Fe(III)-R-Фен соответственно.

Разработанная методика применена для определения железа в фруктах: в вишне, клубнике и абрикосе. Результаты определения сопоставлены с данными анализа атомно-абсорбционного метода.

СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАЛЛАДИЯ С
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХИМИЧЕСКИХ МОДИФИЦИРОВАННЫХ
СИНТЕТИЧЕСКИХ СОРБЕНТОВ

Абилова У.М.¹, Гашимова Е.Н.², Чырагов Ф.М.¹

¹ Бакинский Государственный Университет,

AZ 1148, Азербайджан, г. Баку, ул. З. Халилова, 23

² Азербайджанский государственный университет нефти и промышленности

AZ 1010, г. Баку, пр-т Азадлыг, 20

e-mail: u.abilova@mail.ru

Предложены сорбенты на основе малеиновый ангидрида-стирола модифицированных присутствии стрептацида, n,n'-дифенилгуанидина и норсульфазола для определения палладия, и получены новые полимерные сорбенты (M1, M2, M3) [1]. Идентификация сорбента была осуществлена с помощью ИК-спектроскопии. Исследованы сорбция и десорбция полученного сорбента с ионом Pd(II) и определены оптимальные условия концентрирования.

На основании анализа изотерм сорбции сделано заключение об образовании на поверхности сорбентов комплексов состава Pd:L=1:2. Содержание палладия в растворе определяли методом фотометрии. В состоянии равновесия в жидкой фазе концентрация ионов палладия(II) была определена с помощью синтезированного реагента ТСХАБ (2,2',3,4-тетраокси-3'-сульфо-5'-хлоразобензол) фотометрическим методом [2]. Концентрация ионов металла рассчитана с использованием градуировочного графика, полученные результаты обработаны статистически. Количество сорбированных ионов палладия определяли по разности содержаний металла до и после сорбции.

Таблица 1. Метрологические характеристики сорбционно-фотометрического определения палладия

Сорбент	pНопт	Ионная сила μ , мол/л	Сорбционная емкость сорбента, мг/г	Степень сорбции, %	Оптимальный элюент, 0,5M
M1	6	0,8	351	98,6	H ₂ SO ₄
M2	5	0,6	398	97,5	HClO ₄
M3	5	0,8	451	98,0	HClO ₄

Методики использованы при определении палладия в магматической горной породе МО-3.

Библиографический список

1. Алиева Р.А., Абилова У.М., Гамидов С.З., Чырагов Ф.М. Изучение сорбции ионов Pd(II) с химический модифицированным синтетическим сорбентом // Азербайджанский химический журнал, 2010, № 3. с. 30-33.
2. Алиева Р.А., Абилова У.М., Чырагов Ф.М. Спектрофотометрическое определение палладия в висмут-полиметаллической руде // Аналитика и контроль 2011. Т. 15. № 4, с. 457-462.

Исследование проводилось при поддержке грантового проекта «50 + 50» в БГУ.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА(III) В ЯБЛОКЕ

Айвазова А.В., Мугалова Г.Р., Чырагов Ф.М.

Бакинский Государственный Университет,
AZ 1148, Азербайджан, Баку, ул. З. Халилова, 23
email: info@bsu.az

Азопроизводные β-дикетонов являются высокоизбирательными реагентами для фотометрического определения железа (III).

Цель настоящей работы – разработка высокоизбирательной методики фотометрического определения железа(III) в фруктах, с применением азосоединения на основе бензоилацетона – 1-фенил-2-[2-гидрокси-фенилазо]бутадиион-1,3 и гидрофобных азотсодержащих соединений – диантипирилметана.

Навеску образца фруктов массой 200 г после высушивания помещают в графитовую чашку, сжигают в муфельной печи при 550-750 °С до полного разложения органических веществ. Полученную золу растворяют в смеси 15 мл HCl и 5 мл HNO₃ в чашке из стеклоглерода и обрабатывают три раза 4-5 мл HCl при 60-70 °С до полной отгонки оксидов азота. Далее смесь растворяют в дистиллированной воде, фильтруют в колбе емкостью 100 мл и разбавляют до метки. Аликвотную часть раствора переносят в мерную колбу емкостью 25 мл, добавляют 2 мл 2×10^{-3} М раствора реагента, 1 мл 10^{-2} М раствора диантипирилфенилметана и доводят объем до метки аммиачно-ацетатным буферным раствором pH=2. Оптическую плотность раствора измеряют на приборе КФК-2 при $\lambda = 490$ нм на фоне контрольного опыта в кювете с толщиной поглощающего свет слоя $l = 1$ см. Содержание железа находят по предварительно построенному градуировочному графику.

Полученные результаты представлены в таблице 1 и сопоставлены с данными анализа атомно-абсорбционного метода (ААС). Результаты предлагаемой методики и ААС хорошо согласуются между собой. Таким образом, предлагаемая методика определения железа (III) с 1-фенил-2-[2-гидрокси-фенилазо]бутадиион-1,3 в присутствии диантипирилфенилметана проста, экспрессна и дает надежные результаты.

Таблица 1. Результаты определения железа (III) в фруктах (n=5, P=0.95)

Анализируемый объект	Найдено Fe, % мас.	
	R+диантипирилфенилметан	ААС
Сибирянка	$(5,6 \pm 0,07) \times 10^{-3}$	$(5,62 \pm 0,09) \times 10^{-3}$
Цыганка	$(2,48 \pm 0,06) \times 10^{-2}$	$(2,45 \pm 0,10) \times 10^{-2}$
Голден Делишес	$(3,36 \pm 0,04) \times 10^{-2}$	$(3,32 \pm 0,03) \times 10^{-2}$

ПРОЦЕДУРА ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЙ ИДЕНТИФИКАЦИИ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОЗДУШНОЙ СРЕДЕ ПРИ ЛАНДШАФТНЫХ ПОЖАРАХ

Алексеев А.Н., Елфимова Т.А., Вокина В.А.

ФГБНУ «Восточно-Сибирский институт медико-экологических исследований»,
665827, г. Ангарск, 12-а м-н, д. 3

Продолжительные ежегодные задымления обширных территорий диктуют необходимость изучения последствий воздействия продуктов горения. Не изученным остаётся вопрос о природе летучих органических веществ при ландшафтных пожарах. Цель данной работы – разработать процедуру идентификации методом газовой хромато-масс-спектрометрии летучих органических соединений, выделяющихся в воздушную среду на примере тлеющего горения лесной подстилки в лабораторных условиях.

Лесная подстилка, состоящая из мха, лишайников, древесного опада, веток, кусков коры и верхнего горизонта почвы была взята из экологически чистого района, вдали от населенных пунктов и дорог и хранилась в условиях, позволявших сохранить изначальный уровень её влажности. Разработана схема качественного анализа воздушной среды, включающая в себя отбор в разные поглотительные среды, различные способы пробоподготовки, ГХ-МС анализ на капиллярной колонке HP-5MS в режиме температурного градиента, интерпретацию по масс-спектрами линейным индексам удерживания (ИУ) с помощью библиотеки NIST (Рис. 1).

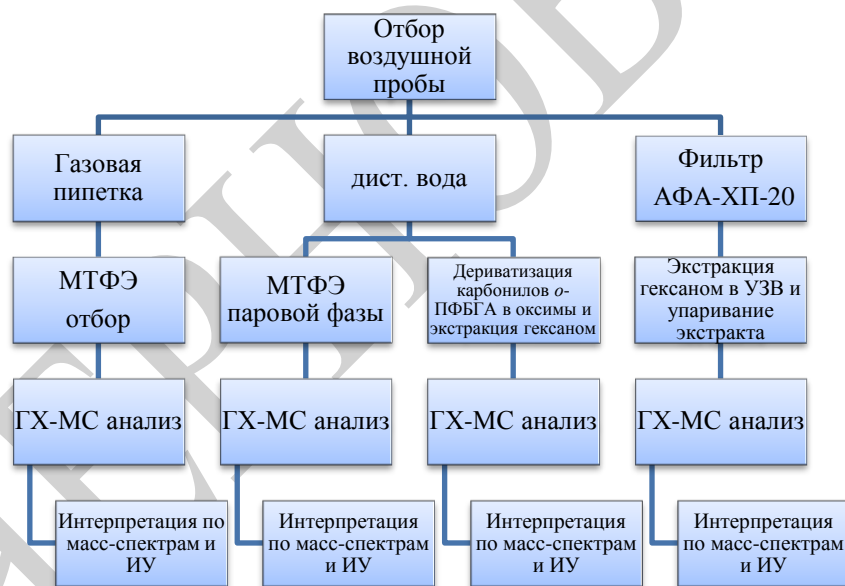


Рисунок 1. Процедура хромато-масс-спектрометрического анализа воздушной пробы

Реализация данной схемы показала, что наиболее информативные хроматограммы получаются при отборе воздуха в газовую пипетку с последующей МТФЭ и отборе в дистиллированную воду с дальнейшей дериватизацией карбонильных соединений реагентом *о*-ПФБГА в оксимы. Результаты качественного анализа воздуха показали, что в основном присутствуют соединения следующих классов: линейные альдегиды C₁–C₆, ацетон, диметилглиоксаль, 2-фуральдегид, терпены, производные терпенов, ароматические углеводороды, фенолы.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-315-00237.

КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ Ce(III) ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ ЕГО ИЗ ОБЪЕКТОВ
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Алиева А.Ф., Гусейнов Ф.Э., Эюбова Э.Дж., Шамилов Н.Т., Чырагов Ф.М.

Бакинский Государственный Университет,
AZ 1148, Азербайджан, Баку, ул. З. Халилова, 23
email: esmira024@yahoo.com

На основании сополимера стирола с малеиновым ангидридом и 1,2,3-трифенил гуанидина синтезирован новый сорбент. Синтез сорбента был проведен в присутствии формалина при 60-70 °С. Структура полученных продуктов исследована методом ИК-спектроскопии.

Изучены сорбционные характеристики данного сорбента по отношению к ионам церия (III). Исследовано влияние различных параметров на процесс сорбции, такие как pH, времени установления полного сорбционного равновесия, ионной силы, начальной концентрации ионов металла и т.д. Также было изучено влияние различных кислот на процесс десорбции. Для этих целей использовали различные минеральные кислоты, в частности 0,5 М растворы HCl, CH₃COOH, HNO₃ и H₂SO₄. Результаты исследований показаны в таблице 1 ниже.

Таблица 1. Влияние различных параметров на сорбцию.

Сорбент	Оптимальный pH	Время (мин.)	Ионная сила μ , (моль/л)	Макс. сорбц. емк., мг/г	Оптимальный элюент
1,2,3-трифенилгуанидин	3	120	0.6	314.7	0.5 М HCl

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА С ПОЛНЫМ
ВНЕШНИМ ОТРАЖЕНИЕМ ДЛЯ МОНИТОРИНГА ВОД МАЛЫХ РЕК МОСКВЫ

Алов Н.В., Шаранов П.Ю., Данилов Д.В.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
химический факультет,
119234, Россия, Москва, ул. Ленинские горы, д. 1, стр. 3
email: danilov.dmitriy.96@mail.ru

Влияние человека на окружающую среду ведет к изменениям в химическом составе воды, которая используется повсеместно. Вода применяется во всех сферах человеческой деятельности, таким образом, следует уделить внимание анализу вод. Одним из самых эффективных и современных методов элементного анализа воды является рентгенофлуоресцентный анализ с полным внешним отражением (РФА ПВО). Метод позволяет определять малые количества вещества (меньше пг в абсолютных значениях) с низким пределом обнаружения (до нг/л для жидких образцов). В настоящей работе мы использовали метод РФА ПВО для изучения элементного состава природных вод юго-западного региона Москвы: реки Раменка и Рогачевка и источник питьевой воды в Парке 50-летия Октября. Полученные результаты сравнивали с данным СанПиНа.

Для анализа использовали несколько образцов воды из речной системы юго-западного региона Москвы. Образцы поместили в пластиковые бутылки. Измерения проводили на спектрометре РФА ПВО S2 PICOFOX (Bruker Nano GmbH) с использованием кварцевых подложек-отражателей. Для возбуждения рентгеновской флуоресценции использовали излучение Mo K α (17.5 кэВ). Время набора спектра составило 250 с. В качестве внутреннего стандарта использовали раствор галлия с концентрацией 1000 мг/л. Данный элемент может быть легко определен при использовании РФА ПВО. Он также не присутствует в образце и не имеет спектральных наложений с элементами в образце.

В воде содержатся такие макроэлементы, как S, Cl, K, Ca, микроэлементы – Fe, Cu, Zn, Br, Sr и следовые количества Ti, Mn, Ba, Pb. Анализ водоемов показывает, что вода из реки Раменки обладает наиболее высокой минерализацией среди всех изученных образцов воды. В то же время в пруде, который впадает в Раменку, обнаружили гораздо меньшие концентрации тех же элементов, чем в самой реке. По-видимому, это связано с седиментацией элементов на частицах ила в течении реки на дне. В притоке реки Раменки – Рогачевке, содержание таких элементов, как S, Cl, K, Ca, Cu, Zn, Br также ниже, чем в самой Раменке. После впадения Рогачевки в Раменку минерализация понижается вследствие разбавления. Исследованные воды соответствуют стандартам, установленным СанПин, за исключением реки Раменка (образец 2), в котором содержание хлора превышает максимально допустимую концентрацию (488 мг/л).

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ТОРФЯНЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ДЛЯ ПАЛЕОКЛИМАТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Амосова А.А.¹, Чубаров В.М.¹, Пашкова Г.В.²

¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук, 664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, д. 1А

² Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт земной коры Сибирского отделения Российской академии наук, 664033, г. Иркутск, ул. Лермонтова, д. 128

Изучение торфяников современных болот играет важную роль в определении современной и длительной динамики глобального цикла углерода и глобальных климатических изменений [1]. Элементный и минеральный состав торфяных отложений представляет интерес с точки зрения изучения процессов осадконакопления и привноса терригенной составляющей.

Метод рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) был успешно применен для определения петрогенных элементов в торфяных отложениях поймы реки Сенцы (Окинское плоскогорье, Республика Бурятия), отличающихся высоким содержанием органической составляющей (до 70%) из малых навесок (до 300 мг). Опробованы методики подготовки проб, включающие прокалывание пробы и гомогенизацию сплавлением [2], а также прессование исходных порошков. Выполнены теоретические и экспериментальные оценки влияния минерального и гранулометрического состава на интенсивность рентгеновской флуоресценции в образцах торфяных отложений. Показано, что основной вклад в погрешность РФА вносит пробоподготовка. Для построения градуировочных функций использованы стандартные образцы осадочных горных пород и донных отложений. Поскольку стандартные образцы торфяных отложений с аттестованным содержанием основных порообразующих элементов отсутствуют, точность рентгенофлуоресцентного определения была проверена сопоставлением с результатами анализа методами атомно-эмиссионной пламенной фотометрии, спектрофотометрии и атомной абсорбции. Относительное отклонение результатов РФА от результатов анализа методиками сравнения возрастает с увеличением величин потерь при прокалывании (содержания органического вещества). Анализ гомогенизированных проб обеспечивает лучшую точность по сравнению с анализом прессованных образцов. РФА как гомогенизированных сплавлением, так и прессованных проб для большинства петрогенных элементов обеспечивал точность количественного анализа, соответствующую III категории. Полученные данные в совокупности с результатами палинологического анализа могут стать основой высокоразрешающих палеоклиматических реконструкций региональных изменений окружающей среды и климата.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации. Рентгенофлуоресцентный анализ и методические разработки проведены за счет финансовой поддержки Российского научного фонда (проект № 17-77-10118). Анализ методами спектрофотометрии, пламенной фотометрии, гравиметрии и рентгеновской дифракции проведен за счет финансовой поддержки Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-05-00328).

Библиографический список

1. Borren W., Bleuten W., Lapshina E.D. Holocene peat and carbon accumulation tares in the southern taiga of Western Siberia // Quaternary Research. 2004. V. 61. P. 42–51.

2. Амосова А.А., Чубаров В.М., Канева Е.В., Маркова Ю.Н. Определение основных породообразующих элементов, стронция и циркония рентгенофлуоресцентным методом для геохимической характеристики донных отложений // Аналитика и контроль. 2017. Т. 27. № 1. С. 16–24.

ЧЕРНОВИК

ФТАЛАТЫ – ОРГАНИЧЕСКИЕ ПОЛЛЮТАНТЫ ИЛИ ПРИРОДНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ?

Бабенко Т.А., Захарова Ю.Р., Шишлянников С.М., Горшков А.Г.

ФГБУН Лимнологический институт СО РАН

664033, г. Иркутск, ул. Улан-Баторская 3

Диэфиры *o*-фталевой кислоты (фталаты) важнейшие продукты химической промышленности, которые в полимерных материалах используются в качестве пластификаторов. При эксплуатации и утилизации изделий из пластика пластификаторы мигрируют в окружающую среду, так как химически не связаны с полимерной матрицей. Показано, что фталаты являются причиной большого числа заболеваний: сердечно-сосудистых, заболеваний печени, урологических заболеваний, заболеваний эндокринной системы. Также накоплен значительный объем информации, свидетельствующий о биогенном происхождении фталатов. Обнаружено, что продуценты водных экосистем – бактерии и морские водоросли, высшие растения способны производить фталаты. Возможность биосинтеза фталатов *denovo* подтверждена: культивированием пресноводных водорослей на средах, содержащих $\text{NaH}^{13}\text{CO}_3$, в качестве единственного источника углерода и выделением оптически активного бис-2R(-)этилгексилфталата из биомассы культивируемых клеток *Aconitumbaicalense* (TurczexRapaics 1907).

Озеро Байкал, характеризуется чистотой своих вод, в которых полихлорированные бифенилы (ПХБ) обнаружены на уровне ppt, полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) на уровне ppb. Присутствие поллютантов в водах озера связывают с глобальным атмосферным переносом ПХБ и поступлением ПАУ из источников на побережье Байкала и Байкальской природной территории. Для фталатов не идентифицированы какие-либо стационарные источники, но уровень их концентраций в воде озера на несколько порядков величины выше, чем содержание ПАУ и ПХБ. При мониторинге фталатов в воде Байкала был получен набор косвенных данных, указывающих на наличие биогенных источников.

Два фталата – дибутилфталат (ДБФ) и ди(2-этилгексил)фталат (ДЭГФ), были отнесены к числу доминирующих в водах Байкала. Отмечено, что присутствие фталатов в верхнем водном слое пелагиали (5 м) характеризуется высокой неоднородностью распределения по трем котловинам озера, резкой сезонной и межгодовой изменчивостью концентраций. При мониторинге фталатов в прибрежной зоне озера – залив Лиственничный, было зафиксировано повышение их концентраций, причем для каждого фталата в индивидуальные интервалы весенне-летнего периода. Следует отметить обнаружение максимальных концентраций ДЭГФ в пробах воды, отобранных из-под льда, в период интенсивного развития диатомовых водорослей. В составе биомассы фитопланктона, взятой одновременно, идентифицирован ДЭГФ и его максимальные количества – до 10 мкг/г сырой биомассы, найдены в пробах, в которых доминировала диатомовая пресноводная водоросль *Synedraacus subsp. radians* (Kütz) (*S. acus*), доминирующий вид байкальского фитопланктона. При культивировании *S. acus* в лабораторных условиях выращенная аксеничная культура содержала ДЭГФ до 100 мкг/г сырой массы. Возможность поступления фталатов в поверхностные воды из антропогенных и биогенных источников требует, очевидно, пересмотра устоявшихся современных представлений о системе контроля фталатов в водных экосистемах.

Определение фталатов в воде и экстрактах биомассы проведено методами ОФ-ВЭЖХ и ГХ-МС с применением диоктилфталата- d_4 в качестве внутреннего стандарта.

Исследование выполнено в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ (проект № 0345–2019–0008) на оборудовании

ЧЕРНОВИК

КРИТИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ТВЕРДОФАЗНЫХ РЕАГЕНТОВ НА ОСНОВЕ ХРОМОТРОПОВОЙ КИСЛОТЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТОВ

Байкова О.И.¹, Марченко Д.Ю.², Петренко Д.Б.¹

¹ ГОУ ВО «Московский государственный областной университет»,
144014, г. Мытищи, ул. Веры Волошиной, д. 24.

² ФГАОУ ВО «РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина»,
119991, г. Москва, проспект Ленинский, дом 65, корпус 1

Нитраты являются одной из самых распространенных биологически доступных форм нахождения азота в природе. При анализе пресных вод содержания нитратов могут колебаться в пределах от долей мг/л до сотен мг/л. В связи со способностью оказывать как благоприятное, так и негативное влияние на биологические системы необходимо наличие простых, быстрых и надежных методов их определения. Этим условиям по критериям простоты и оперативности определения удовлетворяют тест-методы анализа. Однако для подтверждения их надежности требуется экспериментальная проверка.

Наиболее чувствительными и селективными являются тест-методы, основанные на использовании твердофазных реагентов, содержащих в своем составе восстановитель нитратов до нитритов и необходимые для образования интенсивно окрашенного азокрасителя компоненты. В настоящее время известен целый ряд таких составов.

Например, твердофазные реагенты на основе хромотропной кислоты [1-3] позволяют исключить канцерогенный 1-нафтиламин из состава реагента. В то же время, как показали наши исследования, существующие твердофазные реагенты не лишены недостатков.

Хромотроповая кислота и образующиеся из нее азокрасители способны реагировать со многими ионами. Наиболее подвержен таким влияниям реагент [2], содержащий ацетат аммония, наши исследования показали, что эта добавка отрицательно влияет и на устойчивость реагента при хранении, мы заменили ее на этилендиаминтетраацетат натрия.

При изучении реагента [3], было установлено, что в ходе развития окраски протекает побочная реакция и выделяется оранжевый осадок продукта взаимодействия 4-нитрофенилдиазония и малоновой кислоты, влияющий на результаты определения. Кроме того, в составе всех рассмотренных реагентов [1-3] входит цинковая пыль, восстанавливающая нитраты до нитритов в условиях определения только на 10-15%. При этом часть нитратов восстанавливается до иона аммония, а часть - до гидроксилamina. В ходе работы нами были изучены: влияние качественного и количественного состава твердофазных реагентов на степень конверсии нитратов в нитриты, скорость развития окраски и стабильность реагента при хранении. Нами разработаны твердофазные реагенты для определения нитратов с улучшенной селективностью по отношению к алюминию, железу(III), кальцию, магнию, марганцу, меди. Предложенные нами реагенты также отличаются высокой стабильностью при хранении, широким диапазоном определяемых содержаний (0,05-50 мг/л) и высокой скоростью развития окраски (5-8 мин).

Библиографический список

1. Марченко Д.Ю., Моросанова Е.И. Патент РФ №2141115 Б.И. 10.11.1999
2. Смирнов И.Е., Моросанова Е.И., Кучеренко А. Г., Степанов А. А. Патент РФ № 2330289 Б.И. 21, 27.07.2008
3. Nesterenko E.P., Murphy B., Diamond D., Murray E., Moore B. Solid-phase test reagent for determination of nitrite and nitrate / Analytical methods.V. 8. № 35. 2016. P. 6520-6528.

НЕПРЕРЫВНЫЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ ЗАГРЯЗНЕНИЯ
ВОЗДУХА РАБОЧИХ ЗОН

Баскин З.Л.¹, Лаптев А.Л.², Логинов В.А.², Потанов С.В.²

¹ ФГБОУ ВО «Вятский государственный университет»,

610000, г. Киров, ул. Московская, д. 36

² СКБ «Хроманалитик», г. Кирово-Чепецк

email: baskin.zakhar@mail.ru

Воздух рабочих, жилых и природных зон – это динамические техногенные и природные объекты. Их загрязнение необходимо контролировать непрерывно, так как оно не знает границ, носит случайный или стихийный характер, и практически невозможно исключить воздействие загрязненного воздуха на человека.

Действующие в РФ системы государственных стандартов «Охрана природы. Атмосфера» и «Безопасность труда», а также стандарты ИСО и АСТМ по контролю качества воздуха, Руководство по контролю загрязнения атмосферы и Методики выполнения измерений регламентируют периодический отбор и анализ непредставительных разовых проб, не связанных с особенностями функционирования контролируемых объектов. При этом остается неизвестным их загрязнение в периоды между отбором проб. Но по полученным данным рассчитываются среднесуточные, среднемесячные и среднегодовые значения загрязнения воздуха и принимаются неверные технические и управленческие решения.

Разработана и внедрена в производствах концепция непрерывного промышленного эколого-аналитического контроля, обеспечившая достоверный, высокочувствительный и точный анализ загрязнения воздушной среды.

Промышленные хроматографические методы непрерывного определения примесей газов в динамических и статических объектах получают все более широкое применение в технике и науке. Они используются в анализе технологических газовых потоков и сред, эколого-аналитическом контроле (ЭАК) загрязняющих веществ (ЗВ) в воздухе рабочих, производственных, санитарно-защитных и жилых зон, в индивидуальном химическом дозиметрическом контроле, в токсикологическом контроле продуктов и товаров производственного и бытового назначения, в исследованиях биоиндикаторов и биоанализаторов.

Периодический ЭАК ЗВ в воздухе рабочих, производственных, санитарно-защитных и жилых зон недопустим.

НЕПРЕРЫВНЫЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ СОСТАВА, РАСХОДА И КОЛИЧЕСТВА ВЫБРОСНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ГАЗОВ

Баскин З.Л.¹, Лантев А.Л.², Логинов В.А.², Потанов С.В.²

¹ ФГБОУ ВО «Вятский государственный университет»,

610000, г. Киров, ул. Московская, д. 36

² СКБ «Хроманалитик», г. Кирово-Чепецк

email: baskin.zakhar@mail.ru

Выбросные газы технологических процессов в химии, металлургии, энергетике и других отраслях промышленности – это не стабильные динамические объекты контроля, которые изменяют во времени свои параметры в течение цикла работы. Контроль состава и свойств таких динамических объектов должен быть непрерывным промышленным: автоматическим или автоматизированным. Один из главных объектов эколого-аналитического контроля (ЭАК) загрязнения атмосферного воздуха – источники выбросов. Задача ЭАК – определение состава и количества содержащихся в них загрязняющих веществ (ЗВ). Эту задачу следует решать путем измерения экологически значимых параметров технологических процессов, связанных с появлением ЗВ, прежде всего состава, расхода и количества выбросных технологических газов, прошедших очистку от ЗВ – организованных выбросов. Известны два подхода к нормированию выбросов ЗВ.

Первый подход: контролируют **количество ЗВ**, поступающих в окружающую среду в единицу времени (г/с, кг/ч, т/год) от каждого источника выбросов. Общее количество выброса ЗВ не должно оказывать отрицательного воздействия на природные экосистемы, в том числе на человека, то есть критерием допустимого количества выбросов является **ассимиляционный потенциал территории:** промышленной зоны, города, области, региона, государства. Исходя из него, определяют общее количество ЗВ, которое допускается выбрасывать на каждой территории, и устанавливаются квоты на выбросы каждому предприятию. Такой подход принят в ряде стран Западной Европы, в Японии. Он обусловлен относительно малыми территориями многих государств, большой плотностью населения, трансграничным переносом ЗВ в атмосфере и другими экологическими факторами.

Второй подход, принятый, в частности, в России, состоит в том, что определяют санитарно-гигиенические нормативы **концентрации** выбросов ЗВ. Суммарная концентрация выбросных газов от каждого источника выбросов в атмосферном воздухе контролируемой жилой или природной зоны (Σci) не должна превышать среднесуточных предельно-допустимых значений концентрации (ПДК_{ав сс}). $\Sigma ci \leq \text{ПДК}_{\text{ав сс}}$ – **критерий концентрационного подхода**. При этом не учитывается ассимиляционный потенциал территории. Разработан способ достоверного промышленного автоматического или автоматизированного газохроматографического контроля состава, расхода и количества ЗВ в выбросных технологических газах. Он основан на том, что в контролируемый газовый поток добавляют известный постоянный микропоток газа-метки, перемешивают их, непрерывно или периодически отбирают пробы сконцентрированных примесей и газа-метки и, анализируя их газохроматографическим методом, определяют состав ЗВ и концентрацию каждого компонента смеси, включая газ-метку. По концентрации газа-метки определяют расход выбросного газа за цикл отбора пробы и рассчитывают количество каждого выбрасываемого ЗВ и их общую массу за этот период. Этот способ непрерывного автоматического газохроматографического контроля нестационарных потоков технологических выбросных газов реализован в измерительной системе, которая позволяет определять **количество** каждого анализируемого ЗВ и вычислять

достоверные средние значения **количества** выбросов за каждый цикл анализа, смену, сутки или другой отчетный период. Непрерывный хроматографический контроль состава, расхода и количества выбросных технологических газов информативнее, достовернее и дешевле периодического лабораторного хроматографического анализа их концентрации с отбором случайных непредставительных разовых проб.

ЧЕРНОВИК

СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТОРИЯ(IV)

Бахманова Ф.Н., Гаджиева С.Р., Чырагов Ф.М.

Бакинский Государственный Университет
AZ 1148, Азербайджан, г. Баку, ул. З. Халилова, 23
email: fidan_chem@rambler.ru

В связи с токсичностью тория, установление его присутствия и количества является актуальной задачей. С этой целью используют спектрофотометрические, хроматографические, сорбционные методы. Основные методики определения ионов тория не всегда удовлетворяют современные требования по пределу обнаружения и требуют их отделения от сопутствующих элементов. Для повышения чувствительности перспективны комбинированные методы, включающие предварительное концентрирование отделяемого элемента.

Для определения и выделения тория из различных объектов путем концентрирования часто используют природные и синтетические сорбенты. В качестве синтетического сорбента для концентрирования и определения тория в настоящее время в основном используют хелатообразующие сорбенты. Это связано с тем, что использование сорбентов, модифицированных хелатообразующими реагентами или функциональными группами, позволяет значительно увеличить степень извлечения и коэффициенты распределения ионов металлов.

В представленной работе был использован хелатообразующий сорбент на основе сополимера малеинового ангидрида со стиролом. Определение проводили спектрофотометрическим способом. Для этой цели был использован реагент - 2,2',3,4-тетрагидрокси-3'-сульфо-5'-хлороазобензол. Для создания необходимой кислотности использовали фиксанал HCl (pH 0-2) и аммиачно-ацетатные буферные растворы (pH 3-11). pH растворов измеряли с помощью pH метра PHS-25 со стеклянным электродом. Оптическую плотность растворов измеряли на фотоколориметре КФК 2 ($l = 1$ см).

Сополимер малеинового ангидрида со стиролом был модифицирован 1-амин-2-гидрокси-4-сульфокислотой нафталина в присутствии формальдегида. Полученный сорбент промывали дистиллированной водой, высушивали при 50-60 °С. Синтезированным сорбентом была изучена сорбция тория(IV) с исследованием влияния кислотности среды, концентрации металла, ионной силы на сорбцию. Влияние условий сорбции, концентрации ионов, последовательности определения элементов и избирательность определения изучали при комнатной температуре.

Опыт показал, что торий максимально сорбируется при pH 4 (аммиачно-ацетатный буфер) и при $8 \cdot 10^{-3}$ моль/л концентрации металла. Статическая сорбционная емкость равна 742 мг/г. Исследования показали, что ионная сила до 0,6 не влияет на сорбцию. После 0,6 увеличение ионной силы в начале постепенно, а потом резко уменьшает сорбцию.

В работе также была изучена десорбция сорбированных ионов тория(IV). Исследовано влияние разных минеральных и органических кислот (HClO₄, H₂SO₄, HNO₃, HCl) с одинаковыми концентрациями на десорбцию ионов. Эксперимент показал, что максимальная десорбция тория(IV) происходит в хлорной кислоте.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта «50+50», Бакинского Государственного Университета, Азербайджан.

РОЛЬ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ В ОЦЕНКЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Белов С.В.

ФГБОУ ВО МИРЭА – Российский технологический университет,
119454, г. Москва, проспект Вернадского, д. 78

Неопределенность измерений является неотъемлемым участником результата измерений. С 2020 года (ИСО 17025:2017) она должна использоваться испытательными лабораториями в оценке соответствия. Для объектов окружающей среды существуют государственные нормативы, гигиенические нормативы и требования документов по стандартизации часто представляющие требования к концентрации токсических веществ и поллютантов.

Оценка соответствия состоит из принятия решения по параметрам двух процессов – процесса измерения и оцениваемого процесса (объекта) на основании известной информации и заданных требований. Для регулируемых процессов оба вышеупомянутых процесса управляются, а для нерегулируемых процессов управляется только процесс измерения, оцениваемый процесс только контролируется.

Существующий стандарт оценки соответствия ИСО 10576 не учитывает нерегулируемость оцениваемого процесса (объекта) и для оценки поллютантов не годится. Для вод федеральное законодательство предписывает суммировать неопределённость измерения с контролируемым значением с переносом границы принятия решения в сторону увеличения концентраций. В методических указаниях, по экологической оценке, погрешность должна была уменьшать контролируемое значение параметра. По факту многие лаборатории вообще не используют неопределенность измерений.

Неразбериха в подходах к использованию неопределенности измерений в оценке объектов заставило нас классифицировать оцениваемые процессы (объекты) по возможности управления их качеством и соотношения неопределенности измерения к неопределенности оцениваемого процесса.

Первый класс оцениваемых процессов (объектов) имеет соразмерные неопределенность измерений и неопределенность оцениваемого параметра процесса (объекта). Данный класс нехарактерен для объектов окружающей среды, за исключением стандартных образцов состава. Для оценки соответствия рекомендуется использовать ИСО 10576.

Во второй класс оцениваемых процессов (объектов) включены управляемые процессы с неопределённостью процесса (поле допуска) существенно превышающую неопределенность измерений. Для оценки соответствия рекомендуется использовать ИСО 10576 (используется половина интервала неопределенности), а для большей достоверности необходимо использовать весь интервал неопределенности измерения.

Третий класс оцениваемых процессов (объектов) это объекты природной среды (неуправляемые процессы с существенной неопределенностью процесса). Для оценки соответствия граница принятия решения о несоответствии должна быть отодвинута от референтных границ (границ поля допуска) во внешнюю сторону на дистанцию неопределенности измерения.

Устранение юридических коллизий требует оформление данных алгоритмов и разработанной классификации в виде правил (правила - нормативный документ).

СОЗДАНИЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ ДЛЯ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ

Белова Т.И., Трубачева Л.В., Лоханина С.Ю., Трубачев А.В.
ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный университет»,
426034, Россия, г. Ижевск, ул. Университетская, 1

В водах питьевого водоснабжения содержится большое количество растворенных неорганических веществ. Их наличие может быть нежелательно из-за высокой токсичности. Концентрация опасных для здоровья веществ, таких как ионы алюминия, ионы переходных металлов (марганец, никель, железо и т.д.), должна быть ниже установленных нормативных значений. Одним из природных загрязнителей воды, наиболее часто встречающийся в Удмуртской Республике (УР) является марганец. Повышенная концентрации марганца – одна из основных причин неприятного привкуса воды и негативного влияния на состояние здоровья человека [1].

Для контроля качества результатов измерений лаборатории должны использовать образцы, которые по своим химическим и физическим свойствам имитируют анализируемый объект [2]. Особенно важно это свойство при определении микрокомпонентов, поскольку в реальных объектах их концентрации на порядок ниже содержаний сопутствующих ионов и ионов матрицы. На основании литературных данных о составе природных вод, нами созданы дисперсные образцы, матрица которых имитирует состав природных вод УР. В матрицу образца вводились микрокомпоненты, такие как марганец, никель и кобальт.

Определение содержания марганца проводили двумя способами: методом инверсионной вольтамперометрии (ИВА) и методом молекулярно-абсорбционной спектроскопии с использованием в качестве окислителей персульфат аммония (аттестованная методика измерения (МИ) [3]) и периодат калия (неаттестованная МИ). Результаты, полученные в ходе определения марганца, подтверждены исследованием образца с помощью рентгенофлуоресцентного анализа (РФА).

Проведена метрологическая аттестация образца с использованием специального статистического эксперимента. Результаты приведены в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики ОК ($C(Mn^{2+})_{теор.} = 1 \text{ мг/дм}^3$)

Массовая концентрация Mn (II), мг/дм ³	A3	U(A3) P=0,95	Неопределенность от		
			способа аттестации	неоднородности	нестабильности
ИВА	0,81	0,13	0,01	0,06	0,0036
Аттестованная МИ	1,24	0,05	0,005	0,03	$6,6 \cdot 10^{-5}$
Неаттестованная МИ	1,03	0,14	0,01	0,07	0,0032
РФА	1,10	-	-	-	-

В ходе проведения эксперимента и анализа полученных данных выявлено, что методика с применением периодата калия дает результаты, которые хорошо согласуются с установленным по процедуре приготовления значением.

Библиографический список

- Исаев М.А. Влияние химического состава питьевой воды на здоровье человека / М.А. Исаев, М.Ф. Кузнецов // Питьевая вода и здоровье населения. – Выпуск 1. – М.: Наука, 2002. – С.15-19.
- РМГ 76-2014 ГСИ Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. – М.: Стандартинформ, 2015. – 110 с.

3. ПНД Ф 14.1:2.61 – 96 Методика измерения массовой концентрации марганца в природных и сточных водах фотометрическим методом с персульфатом аммония. – М.: ФБУ «ФЦАО», 2013. – 13 с.

ЧЕРНОВИК

ИССЛЕДОВАНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАДМИЯ В ФОСФАТНОЙ ПОРОДЕ,
ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА УДОБРЕНИЙ

Биннатова Н.М.

Азербайджанский университет архитектуры и строительства, кафедра экологии
AZ 1073, Баку, ул. Айны Султановой, 5

Фосфатная порода (ФП) представляет собой природный минеральный комплекс, содержащий в высокой концентрации фосфатные минералы, которые могут быть использованы в промышленных масштабах непосредственно, либо после их обработки [1]. ФП – природное минеральное месторождение фосфора и кальция, которое относится к виду семейства апатитов. Около 95% мировой ФП – продукции, объемы которой приближаются к 150 миллионам тонн в год, расходуется на производство фосфорных удобрений.

Кадмий является одним из микроэлементов, присутствующих в высокой концентрации в ФП. В осадочных породах концентрация кадмия выше, чем в магматических отложениях, и, обычно, составляет от 3 до 150 мг/кг. Магматические отложения, как правило, характеризуются очень низким содержанием кадмия. Средняя концентрация кадмия в ФП (18 мг/кг) в 60 раз превышает его среднее содержание в сланцах (0.3 мг/кг). Количество кадмия варьируется в широких пределах не только среди разных ФП – источников, но даже для одного и того же месторождения, а состав фосфатных пород во многом зависит от типа и происхождения последнего [2]. Цель данной работы заключалась в исследовании содержания кадмия в фосфатном сырье Турецкого месторождения Мазыдагы. Шесть образцов фосфатной породы – ФП1, ФП2, ФП3, ФП4, ФП5 и ФП6 были собраны, измельчены в порошок, гомогенизированы и выдержаны в печи при 105 °С в течение одного дня. Контроль качества был обеспечен четырехкратным повторным анализом, выполненным на всех образцах.

Использованные бланки реагентов, стандартные эталонные образцы и образцы внутреннего контроля также были проанализированы с целью мониторинга аналитической точности. Все образцы были проанализированы с целью обнаружения их основных элементов (CaO, P₂O₅, SiO₂, Al₂O₃, SO₃, Fe₂O₃, Na₂O, MgO, Cl, K₂O, TiO₂, V₂O₅, MnO) при помощи рентгенофлуоресцентного анализа (PANalytical, Axios). Анализ ФП для определения кадмия в образцах проводили методом масс-спектрофотометрии с индуктивно связанной плазмой. Содержание кадмия и доминирующих минералов в образцах разных фосфатных пород приведены в таблице 1.

Таблица 1. Содержание кадмия и доминирующих минералов в разных фосфатных породах

Образцы	ФП1	ФП2	ФП3	ФП4	ФП5	ФП6
Cd, мг/кг	1.45	3.31	1.99	5.07	0.15	29.5
Доминирующие минералы	Фтор-апатит	Гидрок-сиапатит	Гидрок-сиапатит	Карбонат фторапатит	Гидрок-сиапатит	Гидрок-сиапатит

Как видно из таблицы, образцы фосфатной породы Турецкого месторождения Мазыдагы отличаются относительно невысоким содержанием Cd. Таким образом, исследованные образцы могут быть использованы в производстве фосфатных удобрений.

Библиографический список

1. A.J.G. Notholt, D.E. Highley, World phosphate resources, with particular reference to potential low-grade ores, Trans. Inst. Min. Metall., Sect. B 95 A (1986) 125–132.

2. L. Stocia, I.L. Georgescu, D. Filip, F. Bunus, Determination of valuable elements in natural phosphate, J. Radioanal. Nucl. Chem. 216 (1997) 161–163.

ЧЕРНОВИК

СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЙ МАЛОГАБАРИТНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ БЕРИЛЛИЯ

Блашенков М.¹, Самсонова Н.С.¹, Антонов А.С.¹, Громов И.А.¹, Дьяченко А.А.², Галль Л.Н.², Семенов А.А.³, Лизунов А.В.³, Беляева О.А.⁴, Галль Н.Р.¹

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, 194021, Россия, email: gall@ms.ioffe.ru

² Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург, 190103, Россия,

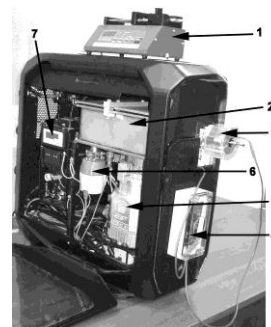
³ АО ВНИИНМ им А.А.Бочвара, Москва

⁴ ООО МС-био, Санкт-Петербург

Бериллий является одним из наиболее токсичных элементов, и его производство неизбежно связано со значительным риском для здоровья участников производственного процесса. Высокая токсичность обуславливает необходимость регистрации бериллия в очень низких концентрациях, как для решения экологических, так и технологических задач. С точки зрения масс-спектрометрического анализа бериллий ($m/e = 9$ аем) находится в крайне выгодной области, свободной от спектрального шума и интерференций. Это позволяет регистрировать ион бериллия в составе сколь угодно сложной смеси.

Разработанный нами ранее метод ЭРИАД (электроспрей с управляемой атомизацией ионов в источнике) – метод элементно-изотопного анализа, очень хорошо пригоден для измерения бериллия. Для его реализации компанией МС-био в сотрудничестве с ИАП РАН и ФТИ им. А.Ф.Иоффе РАН был разработан, изготовлен и оттестирован специализированный малогабаритный масс-спектрометр МИ-20 LowMass. Он построен по схеме с двойной фокусировкой типа Маттауха-Герцога, что обеспечивает хорошую форму линии с низкими «хвостами», при его разработке использовалась технология «МС-платформа», что позволило создать компактный настольный прибор. МИ-20 LowMass имеет вес менее 20 кг и позволяет проводить измерения в автоматизированном режиме (за исключением подачи пробы). Разрешающая способность 30 ориентирует его на работу только с легкими элементами. Аналитический блок масс-спектрометра представлен на рисунке 1.

Атомизация продуктов распыления происходит в газодинамическом интерфейсе типа Конторовица-Грея с несоосностью порядка 1 мм, между соплом и скиммером которого подается атомизирующее напряжение в интервале от 200 до 1000 В. Распыление происходит внутри защитного распылительного объема, что исключает выход бериллий-содержащих капель в воздух лаборатории. Абсолютная чувствительность по бериллию составляет $\sim 10^4$ cps/ 10^{-4} М и практически не зависит от его химической формы в растворе. Для нитратов и хлоридов ионы бериллия регистрируются при напряжениях фрагментации ≥ 200 В, а для сульфатов бериллия необходимо более высокое напряжение и сильно подкисленный раствор.



Для проведения количественных измерений использован спектрографический режим с литием в качестве внутреннего стандарта. Измерения ${}^7\text{Li}^+$ проводятся одновременно с измерениями Be^+ с использованием единого ВЭУ, но на два различных коллектора. При концентрации пробы 10^{-4} М, скорости ее подачи 5 мкл/мин и времени накопления сигнала 100 с, соотношение сигнал/шум составило $\sim 10^5$ по обоим веществам. Для увеличения точности измерения бериллия используется программа, позволяющая автоматически вычитать результаты, получаемые при нестабильном распылении. Масс-спектрометр МИ-20 LowMass прошел тестирование для измерения

изотопного состава лития и магния, а также для элементного анализа содержания натрия, магния и алюминия в растворе.

В настоящее время МИ-20 проходит опытную эксплуатацию в АО ВНИИ НМ.

ЧЕРНОВИК

ОБЕСПЕЧЕНИЕ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ СОСТАВА ВОЗДУШНЫХ СРЕД

Богачева А.М., Пономарева О.Б.

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»), 620075, г. Екатеринбург, Красноармейская, 4

При анализе воздушных сред (атмосферный воздух, воздух рабочей зоны, промышленные выбросы в атмосферу) применяют методики измерений, основанные на различных методах измерений, таких как газовая хроматография, спектрофотометрия, атомно-абсорбционная спектрометрия, атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой и другие методы. Важной особенностью методик анализа воздушных сред является использование проб различного вида, которые доставляются в лабораторию – лабораторных проб: отобранный объем воздуха или сорбированные на поглотитель из воздушной среды компоненты [1].

Настоящий доклад посвящен методикам измерений, которые можно поделить на две части: отбор проб воздушной среды с использованием поглотителя и аналитическая часть – измерение содержания показателя в лабораторной пробе. В докладе в основном рассматривают вторую часть, когда лабораторную пробу, содержащую сорбированный компонент, анализируют в лаборатории.

Первым вопросом обеспечения качества измерений является разработка, аттестация и внедрение методик измерений в лаборатории. Одним из основных элементов аналитической части методики измерений является построение градуировочной зависимости. Качество используемых при этом реактивов, материалов, СО играют существенную роль в получении достоверных результатов измерений. Использование для построения градуировочной зависимости СО состава растворов определяемых компонентов не позволяет обеспечить большую точность результатов измерений, т.к. не учитывает реальную матрицу анализируемой аналитической пробы. В то же время, использование СО, с составом, подобным реальной матрице анализируемой аналитической пробы, дает возможность оптимального установления метрологических характеристик методик измерений. Другой вопрос – контроль качества результатов измерений. Использование СО с составом, подобным реальной матрице, является наиболее эффективным способом решения этой задачи. Аккредитованные лаборатории должны участвовать в межлабораторных сравнительных испытаниях. Провайдер МСИ, использующий прослеживаемые СО, контролирует не только сопоставимость результатов измерений, но и их метрологическую прослеживаемость.

СО разработанные (разрабатываемые) ФГУП «УНИИМ» представляют собой твердый сорбент, фильтр или жидкий поглотитель с сорбированным из воздушной среды анализируемым компонентом и являются имитатором аналитической пробы [2]. В настоящее время разработаны СО массовой концентрации железа, марганца и пыли (имитатор), осажденных на фильтрах АФА из воздушной среды. Все разработанные СО с обеспеченной метрологической прослеживаемостью. Такие типы СО могут применяться для решения всех указанных выше задач.

Библиографический список

1. Кропанев А.Ю. Методики анализа воздушных сред. Аттестация и организация внутрилабораторного контроля качества результатов анализа // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2018, Т. 84, № 8, с. 65-70.
2. Bogacheva A. M., Ponomareva O. B., Kanaeva Y. V. Development of interlaboratory comparison test samples and reference materials for the quality assurance of air composition measurements// Reference materials in measurement and technology, Springer, 2019, in press.

ЭКОЛОГО-АНАЛИТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ АРКТИЧЕСКИХ СРЕД
Боголицын К.Г., Дружинина А.С., Паршина А.Э., Овчинников Д.В.
Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова,
163002, г. Архангельск, наб. Северной Двины, 17
email: k.bogolitsin@narfu.ru

Арктическая зона России занимает более одной трети территории страны и характеризуется экстремальными природно-климатическими условиями, наличием разнообразных и значительных по запасам природных ресурсов, очаговым характером промышленно-хозяйственного освоения территорий, чрезвычайной уязвимостью и медленным восстановлением природных экосистем. Учитывая особое стратегическое значение данного региона при осуществлении международных и национальных проектов экономического развития в условиях глобального и регионального изменений климата высоких широт важную роль приобретают вопросы характеристики современного состояния арктических экосистем, прогнозных оценок его изменения и эколого-аналитического мониторинга. При этом особое внимание уделяется как материковым, так и островным территориям и, в развитии проекта «Северный морской путь», арктическим морским акваториям.

Рассмотрим применение эколого-аналитического подхода к решению данных задач на примере Баренцева и Белого морей Европейской части Западного сегмента Арктики РФ.

Исследования состояния морской воды, дна и аквабиоразнообразия выполнялись в период комплексных экспедиционных работ по программам «Арктических плавучий университет», организуемых с 2012 года Северным (Арктическим) федеральным университетом совместно с Росгидрометом, ААНИИ и ведущими институтами РАН и вузами, с использованием мобильного аналитического оборудования и приборной базы ЦКП Арктика САФУ (ИСП-МС, ВЭЖХ-МС, ГХ-МС, ААС, ММР и др.). Установлено наличие преимущественного циклонального круговорота АВМ вдоль побережья Кольского полуострова и Новой Земли. Другой меньший по объему поток баренцевоморской ветви АВМ направлен в центральное и северо-западные районы моря. Трансграничные переносы водной массы приводят к потере 80% тепла баренцевоморской ветви, повышенному значению рН в верхних горизонтах водной толщи, высоким окислительным величинам Eh. Распределение биогенных элементов согласуется с распределением кислорода. Загрязнение донных почв тяжелыми металлами носит локальный характер, значительную роль в их распределении играют процессы диагенетического перераспределения и накопления.

Арктические бурые водоросли произрастающие в Баренцевом и Белом морях, являются уникальными по составу возобновляемым растительным сырьем для получения целого ряда веществ (фармсубстанций), а также могут рассматриваться как биоиндикаторы состояния морских экосистем. Их химический состав представлен следующими группами компонентов: минеральные вещества; липофильные вещества (пигменты, липиды); полифенолы; азотсодержащие вещества (белки, аминокислоты); структурные углеводы (целлюлоза, альгиновые кислоты); запасные углеводы (маннит, ламинаран, фукоидан). Разработанная нами комплексная схема последовательной разборки биоматрицы [1], основанная на принципах «зеленой химии» (сочетание сверхкритической флюидной и жидкостной экстракции), позволила выделить и охарактеризовать следующие фракции компонентов:

— минеральный комплекс: содержание солей в водорослях 19,9-43,2%; биогенные макро- и микроэлементы – Ca, K, Mg, Mn, Fe, Se, I и др.; следовое

содержание свинца и ртути [2] свидетельствует об относительном экологическом благополучии в местах произрастания макрофитов;

— липидно-пигментный комплекс: ω -3 (17,7-33,2%) и ω -6 (16,7-22,7%) полиненасыщенные жирные кислоты; фунгистатическое действие [3];

— полифенольный комплекс: наибольшая антиоксидантная активность (до 940 мг аскорбиновой кислоты на 1 г экстракта) проявляется при средних молекулярных массах 8-18 кДа; бактериостатические свойства;

— в аминокислотный комплекс входят 20 аминокислот (в том числе все незаменимые), основную долю составляют аспаргиновая (5,3-9,0%), глутаминовая (8,8-22,8%) кислоты и аланин (7,4-15,0%) [4];

— клетчатка: проявляет энтеросорбционные свойства по отношению к тяжелым металлам (до 200% эффективнее активированного угля) и патогенным микроорганизмам (снижение концентрации на 32-85%) [5].

Работа выполнена в рамках проектной части гос. задания Министерства образования и науки РФ в сфере научной деятельности № 4.3273.2017/ПЧ с использованием оборудования ЦКП НО «Арктика» САФУ.

Библиографический список

1. Боголицын К.Г. и др. Пат. 2676271 РФ, 2018; Пат.2637436 РФ, 2017
2. Боголицын К.Г. и др. Химия растительного сырья, 2014, **1**, 243.
3. Боголицын К.Г. и др. Сверхкритические флюиды: теория и практика, 2016, **11(3)**, 70.
4. Боголицын К.Г. и др. Химия природных соединений, 2013, **6**, 956.
5. Боголицын К.Г. и др. Журнал прикладной химии, 2017, **90(11)**, 1513.

ЭКСПРЕСС-ОБНАРУЖЕНИЕ ПАРОВ БЕНЗИНОВ И ТОКСИЧНЫХ НЕПОЛЯРНЫХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ С ПОМОЩЬЮ ФОТОННО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СЕНСОРОВ

Большаков Е.С.¹, Иванов А.В.^{1,2}, Золотов Ю.А.^{1,2}, Козлов А.А.³, Аксёнов А.С.³, Киселёва И.Н.²

¹ Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, химический факультет, Ленинские горы, д.1, стр. 3, 119991, Москва, Россия

² Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова

Российской академии наук, Ленинский пр-т, д. 31, 119991, Москва, Россия

³ Институт тонких химических технологий Московского технологического университета (МИРЭА), пр-т Вернадского, д. 86, 119571, Москва, Россия
email: sandro-i@yandex.ru

Исследована возможность использования трехмерных фотонных кристаллов (ФК), обладающих способностью избирательно отражать излучение в видимой области спектра, в качестве сенсоров для экспрессного обнаружения паров токсичных органических неполярных растворителей и смесей лёгких углеводородов, используемых в качестве компонентов топлива. На сенсорную матрицу оказывали воздействие данными веществами, приводящее к изменению аналитического сигнала – смещению запрещённой зоны ФК.

Используемые ФК – трехслойная сэндвичевая структура: поликарбонатная подложка, кристаллический коллоидный массив из полистирольных частиц и матрица из полидиметилсилоксана. Максимум отражения ФК находился при ≈ 520 нм, кристалл исходно имел зеленый цвет. Оценку изменения спектральных характеристик ФК при воздействии аналита производили с помощью мини-спектрофотометра X-Rite i1 Pro [1].

При воздействии паров растворителей визуально наблюдали батохромный сдвиг запрещенной зоны – изменение цвета ФК из зеленого в красный. После прекращения экспозиции происходило частичное восстановление положения запрещенной зоны – гипсохромный сдвиг, но не в исходное положение. Скорость смещения запрещенной зоны при воздействии насыщенными парами бензола, толуола и *o*-ксилола увеличивается с повышением давления насыщенных паров [1, 2].

Исследование смесей углеводородов проводили на товарной нефти, дизельном топливе, бензинах АИ-95 и АИ-98 и бензине-растворителе "Галоша" – максимальная скорость смещения запрещенной зоны соответствует бензину АИ-98. При экспозиции парами дизельного топлива и нефти изменения цвета ФК не происходило в течение 60 мин. Эксперимент с частично испарившимся бензином продемонстрировал увеличение времени отклика сенсора. Получены зависимости скорости смещения запрещенной зоны от соотношения толуола и *o*-ксилола в смеси. Оценен ресурс работы сенсора при периодической многократной экспозиции насыщенными парами толуола.

Физическим, химическим и биологическим сенсорам на основе фотонных кристаллов сейчас посвящено большое количество работ. Предложенные нами наноструктуры могут быть эффективным средством экспрессного экологического контроля воздуха и вод вблизи таких объектов, как автомобильные заправочные станции, автомойки, производства лакокрасочных материалов и другие промышленные предприятия, которые осуществляют переработку легких углеводородов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-03-00397).

Библиографический список

1. Иванов А.В., Большаков Е.С., Аяри В.В., Козлов А.А., Горбунова М.В., Абдуллаев С.Д. // Журн. аналит. химии. 2019. Т. 74. №. 2. С. 154.
2. Большаков Е.С., Иванов А.В., Козлов А.А., Абдуллаев С.Д. // Журн. физич. химии. 2018. Т. 92. №. 8. С. 1283.

КОНТРОЛЬ АТМОСФЕРНЫХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ БИОСФЕРЫ ТЯЖЕЛЫМИ
МЕТАЛЛАМИ ПО МХОВЫМ РАСТЕНИЯМ

Бухаринова Е.С., Торопов Л.И.

Пермский государственный национальный исследовательский университет,
614990, Россия, г. Пермь, ул. Букирева, 15

При оценке состояния природной среды необходимо учитывать, что поступление тяжелых металлов обусловлено как естественными источниками, так и антропогенным воздействием. Загрязнение воздуха происходит преимущественно при сжигании угля и других горючих ископаемых, при выплавке железа и цветных металлов. Содержание некоторых микроэлементов, особенно Se, Au, Pb, Sn, Cd, Br и Te, могут более чем в 1000 раз превышать их естественные концентрации в воздухе. В целом элементы, которые образуют летучие соединения или входят в состав тонкодисперсных частиц при сжигании угля и других промышленных процессах, могут легче выноситься в атмосферу. К природным источникам можно отнести золую пыль, вулканические извержения, испарение с поверхности воды и некоторые другие.

Атмосферные выпадения микроэлементов, главным образом тяжелых металлов, участвуют в загрязнении всех других компонентов биосферы – воды, почв и растительности. В настоящее время значительное влияние на формирование химического состава растений оказывает воздушное загрязнение лесных биогеоценозов кислотообразующими веществами и тяжелыми металлами [1]. Было установлено, что организмы, наиболее чувствительные к атмосферным выпадениям при загрязнении микроэлементами, – это мхи и лишайники, однако их чувствительность, несомненно, изменяется от вида к виду. Наземные части растений – это коллекторы всех атмосферных загрязнений, и их химический состав может быть хорошим индикатором для выделения загрязненных областей, если сравнить его с фоновыми величинами, полученными для растительности, не подвергшейся загрязнению [2].

В сообщении приводятся сведения о применении мохообразных растений для контроля загрязнения атмосферы г. Перми и Пермского района тяжелыми металлами, поступающими в результате деятельности химических производств: ОАО «Камтэк-Химпром», ЗАО «ПЦБК», ЗАО «Сибур-Химпром». В качестве референсных использовались пробы мха из лесного массива вблизи реки Чёлвы (Добрянский район). Сбор образцов мха производился в период с 28.09.2016 по 07.10.2016 в сухую погоду на расстоянии не менее 50 м от автодороги на площадках размером 50x50 м. Высота отбора проб с древесных пород (осина и береза): 1–1,5 м. Видовой состав представлен в основном: Брахиитеций шероховатый (*Brachythecium salebrosum*), Пилезия многоцветковая (*Pylaisia polyantha*), Циррифилл волосконосный (*Cirriphyllum piliferum*), Сфагнум оттопыренный (*Sphagnum squarrosum*).

Образцы исследуемого материала механически очищали от частиц почвы и коры деревьев. Затем высушивали и выдерживали в сушильном шкафу при температуре 105 °С до постоянной массы. Последующее озоление проводили в воздушной бане при 350–400 °С, прокаливание – в муфельной печи при 600 °С в течение 30 мин. С целью стабилизации условий возбуждения атомно-эмиссионным методом и снижения предела обнаружения осуществляли разбавление прокаленного остатка мха графитовым порошком (ос.ч) путем растирания в яшмовой ступке в течение 30 мин.

Отмечена высокая адсорбирующая способность мха *Sphagnum squarrosum*.

Библиографический список

1. Тарханов С. Н. Формы внутривидовой изменчивости хвойных в условиях атмосферного загрязнения. – Екб.: УрО РАН, 2010. 229 с.

2. Кабата-Пендиас А., Пендиас Х. Микроэлементы в почвах и растениях: Пер. с англ. – М.: Мир, 1989. 439 с.

ЧЕРНОВИК

ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМИД-ИОНОВ, КАК ФАКТОРА
ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД, МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО
ЭЛЕКТРОФОРЕЗА НА ПРИМЕРЕ РЕКИ УЛАХАН-ВАВА

Бушеева Г.А., Маркова Ю.Л.

АО «Сибирский научно-исследовательский институт геологии, геофизики и
минерального сырья»,
630091, Новосибирск, Красный проспект, д. 67
email: yulcha0717@yandex.ru

В рамках данной работы рассматривается применение капиллярного электрофореза для анализа природных объектов с целью оценки их качества путём сравнения полученных данных с ПДК элементов.

В настоящее время нефтедобывающая промышленность наносит немалый ущерб окружающей среде – нефтепродукты и пластовые воды являются основными загрязнителями. Выброшенные на поверхность пластовые воды изменяют микрорельеф территории и являются источниками вторичного засоления почв вокруг скважин. Они являются полиингредиентными поллютантами, обладающими высокой геохимической активностью и токсичностью. В их составе присутствуют нефтяные углеводороды, разнообразные соли и механические примеси, которые, поглощаясь почвой и поступая в грунтовые и поверхностные воды, меняют их химические и физико-химические свойства – солевой состав, щёлочность, нарушают водно-воздушный режим и т. д.

Объект исследования – природная вода, отобранная из реки Улахан-Вава в летний период. Работы проводились с целью выявления крупных нефтегазоперспективных объектов в Восточной Сибири.

Улахан-Вава – река в Азиатской части России, в Восточной Сибири, в Республике Саха (Якутия); правый приток реки Вилюй (бассейн Лены). Улахан-Вава берёт начало в центральной части Вилюйского плато на Среднесибирском плоскогорье. Длина реки 374 км, площадь бассейна 12,5 тыс. км². Пробоотбор проводился по маршруту, ведущему вниз по течению Улахан-Вавы, а так же в месте впадения её в реку Вилюй.

Для анализа данного объекта в Испытательной лаборатории АО «СНИИГГиМС» применялся метод капиллярного электрофореза. Объекты анализа представляют собой многокомпонентные растворы сложного состава. Метод капиллярного электрофореза позволяет анализировать ионные и нейтральные компоненты различной природы. Основными преимуществами данного метода являются: высокая эффективность разделения компонентов смесей; быстрота проведения анализа; крайне низкий расход реактивов; минимальный объём анализируемого образца; простая пробоподготовка; невысокая стоимость оборудования; возможность определения большого количества элементов за один анализ.

Анализ поверхностных вод проводился с помощью системы капиллярного электрофореза серии «Капель – 105 М», согласно МВИ М 01-45-2009. При исследовании было обнаружено превышение ПДК по содержанию бромид-ионов в 2 и более раз. Принимая во внимание материалы геологической съёмки, можно предположить нативное загрязнение поверхностных вод в связи с прогнозированием в районе пробоотбора зоны восходящей разгрузки глубинных флюидов, связанной с системами глубинных разломов и вулканическими аппаратами (трубки взрыва) в поле развития туфо-траптовых толщ. Также, нельзя исключать возможность техногенного загрязнения, обусловленного разведкой месторождения нефти и природного газа в бассейне реки Улахан-Вава.

ЭКСПРЕССНЫЙ МУЛЬТИАНАЛИЗ ПЕСТИЦИДОВ ДЛЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА

Бызова Н.А., Урусов А.Е., Жердев А.В., Дзантиев Б.Б.

Институт биохимии им. А.Н. Баха РАН, Федеральный исследовательский центр «Фундаментальные основы биотехнологии» РАН,
119071, Москва, Ленинский проспект, 33

Экспрессное выявление пестицидов в объектах окружающей среды и сельскохозяйственной продукции крайне востребовано для экологического мониторинга и обеспечения пищевой безопасности. Иммунохроматографические тест-полоски, широко применяемые для контроля многих соединений, представляются эффективным средством решения этих задач благодаря методической простоте тестирования, быстрому получению результатов и возможности их визуальной оценки. Однако традиционные виды иммунохроматографии, уступая по пределу обнаружения другим иммуноаналитическим методам, в ряде случаев не позволяют контролировать превышение нормативно установленных предельно допустимых уровней контаминации. Проведенное исследование включало разработку и апробацию иммунохроматографических тест-систем для высокочувствительного выявления пестицидов разных классов в природных водах и в продукции растениеводства.

Реализованный формат иммунохроматографии основан на конкуренции меченых специфических антител за связывание с молекулами пестицида, потенциально содержащимися в пробе, и конъюгата пестицид-белок, иммобилизованного в аналитической зоне тест-полоски. Интенсивность окраски связанной в аналитической зоне метки отражает концентрацию пестицида в пробе, а исчезновение окрашивания – превышение установленной пороговой концентрации. Для снижения предела обнаружения пестицидов предложено не прямое мечение антител, т.е. замена традиционно используемых конъюгатов специфических антител с золотыми наночастицами сочетанием нативных специфических антител и конъюгированных с наномаркером антивидовых антител. Конъюгат наночастицы золота – антивидовые антитела, являясь универсальным реагентом, позволяет регистрировать связывание антител разной специфичности в нескольких аналитических зонах тест-полоски.

Охарактеризованы иммунореагенты для определения пестицидов, относящихся к разным химическим классам – триазины, феноксиуксусные кислоты, сульфомочевины, ацетанилиды. Сопоставлены в качестве маркеров золотые наночастицы разных размеров, выбраны режимы наиболее эффективной (максимально сохраняющей антиген-связывающие свойства) адсорбционной иммобилизации антител на их поверхности. Определены условия нанесения на мембраны тест-полоски аналитических реагентов и их количества, обеспечивающие достижение минимальных пределов обнаружения и достоверность визуальной оценки результатов. Показано, что при переходе от монопараметрической к мультипараметрической тест-полоске рабочие диапазоны анализа с колориметрической регистрацией остаются неизменными.

На примере тест-системы для одновременного определения атразина и хлорсульфурина исследованы возможности тестирования проб воды, фруктовых и ягодных соков. Предел обнаружения атразина – 5 нг/мл при визуальной и 0,1 нг/мл при приборной оценке результатов, для хлорсульфурина соответствующие величины составляют 50 и 0,7 нг/мл. Продолжительность тестирования – от 10 до 15 минут.

Принцип иммунохроматографического анализа с непрямым мечением может быть применен для моно- и мультипараметрического контроля соединений разной природы.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 18-08-01397).

ВАРИАНТ ГОМОГЕННОГО КОНКУРЕНТНОГО ПОЛЯРИЗАЦИОННОГО
ФЛУОРЕСЦЕНТНОГО ИММУНОАНАЛИЗА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ПОЧВ, РАСТИТЕЛЬНОГО МАТЕРИАЛА МИКОТОКСИНАМИ
Варламова Р.М.¹, Медянцева Э.П.¹, Хайбуллина А.И.¹, Кириллова Е.А.¹, Еремин С.А.²

¹ Казанский федеральный университет,

Химический институт им. А.М. Бутлерова, 420008, Казань, Кремлевская, 18

² Московский государственный университет, 119991, г. Москва, Ленинские горы, 1

Микотоксинами, продуцентами микроскопических плесневых грибов могут быть загрязнены почвы, а также зерновые культуры, выращенные на загрязненных почвах. В настоящее время нет эффективных химических способов борьбы с загрязнением почв, злаковых культур (растительного материала) микотоксинами. Своими канцерогенными, эстрогенными и тератогенными свойствами и широкой распространенностью выделяется афлатоксин В1 (АФ В1) и охратоксин А (ОТА). АФ В1 – вторичный метаболит плесневых грибов рода *Aspergillus*, широко распространенные в матрицах зерновых и масличных культур, орехах (арахис и т.д.) и сухофруктах. ОТА – микотоксин группы охратоксинов, синтезируемый грибами рода *Aspergillus* и *Penicillium*, которым наиболее часто загрязняются крупы и зерновые продукты, хлеб, вино, сушеный виноград, кофе. ОТА оказывает нефротоксическое, тератогенное, иммунодепрессивное воздействие. Поэтому обоснован интерес исследователей к разработке экспрессных, высокоспецифичных, чувствительных, методов анализа определения микотоксинов.

При определении АФВ1 и ОТА был использован вариант гомогенного конкурентного поляризационно-флуоресцентного иммуноанализа (ПФИА), в основе которого лежит конкурентная реакция между трейсером и искомым веществом за ограниченное число центров связывания специфических антител. При разработке методики ПФИА АФВ1 в качестве метки использовали этилендиаминтиокарбомойлфлуоресцеин (трейсер), для ОТА - аминометилфлуоресцеин (трейсер), которые оказались одними из наиболее чувствительных для определения этих микотоксинов.

Были определены разведения трейсера и антител, обеспечивающие максимальное значение аналитического сигнала. По результатам значений величины поляризации флуоресценции оптимальное разведение трейсера составило 1:640000, разведение Ат – 1:10⁷ М в случае АФВ1 и разведение трейсера 1:250000 М, разведение Ат 1: 10⁶ М в случае ОТА.

Подобрано оптимальное время инкубации иммунного комплекса трейсера с антителами, которое составило 5 мин. Линейный диапазон определяемых концентраций АФВ1 для разработанной методики составил от 5×10⁻⁶ – 5×10⁻⁹ М для ОТА - 1×10⁻⁶ – 1×10⁻¹⁰ М. На примере афлатоксина В1 оценен процент перекрестных реакций по отношению к АФМ1 (80 %) и ОТА (11%). Пробоподготовка образцов включала экстракцию определяемого компонента метанольным раствором с последующим центрифугированием.

Большинство возбудителей болезней растений (АФВ1, ОТА и др.) обитают в почве (сохраняясь там 5 – 15 лет), поражая корневую систему, стебли, листья, колосья, зерно. Поэтому разработанная методика для определения этих микотоксинов апробирована в анализе различных почв (кислые и нейтральные), пищевых продуктов (в частности орехах: арахис, кешью) для АФВ1 и кукурузной, ячневой крупах, кукурузных хлебцах и муке, детском питании для ОТА.

Разработанные приемы позволили определять микотоксины на уровне и ниже ПДК с S_r не более 0.073.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (№ RFMEFI60417X0198).

ЧЕРНОВИК

ВОЗМОЖНОСТИ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ ТИРОЗИНАЗНЫХ БИОСЕНСОРОВ, ПОЛЯРИЗАЦИОННО – ФЛУОРЕСЦЕНТНОГО И ПРОТОЧНО–ИНЖЕКЦИОННОГО АНАЛИЗОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ВОД ЛЕКАРСТВЕННЫМИ ПРЕПАРАТАМИ

Варламова Р.М.¹, Медянцева Э.П.¹, Явишева А.А.¹, Еремин С.А.²

¹ Казанский федеральный университет,

Химический институт им. А.М. Бутлерова, 420008, Казань, Кремлевская, 18

² Московский государственный университет, 119991, г. Москва, Ленинские горы, 1

В настоящее время активно развивается рынок фармацевтической продукции. В связи с этим увеличивается загрязненность объектов окружающей среды (появилось понятие - фармацевтическое загрязнение природных вод). Лекарственное средство или его метаболиты выводятся из организма с калом и мочой и через канализацию попадают в водоемы и почву. Установлено, что диклофенак (ДФ) – нестероидное противовоспалительное лекарственное средство, попавшее в водоем, токсично для рыб, нарушает работу их почек.

Один из современных подходов к оценке загрязненности природных вод, анализу лекарственных соединений, выявлению фальсифицированной продукции заключается в комбинированном использовании комплекса методов, которые обеспечивают необходимую чувствительность, селективность и точность определений токсичных веществ, что показано нами на примере использовании биосенсоров, поляризационного флуоресцентного иммуноанализа (ПФИА) и проточно – инъекционного (ПИА) методов анализа при определении ДФ.

Изучение действия диклофенака на иммобилизованную тирозиназу, входящую в состав биочувствительной части амперометрического биосенсора на основе печатных платиновых электродов показало, что в его присутствии наблюдается уменьшение величины аналитического сигнала, т.е. этот препарат оказывает ингибирующее действие в диапазоне концентраций 1×10^{-6} - 1×10^{-9} М. Максимальная степень (процент) ингибирования при действии на фермент – субстратную систему фенол – тирозиназа составляет для диклофенака 70.0 ± 1.2 % в изученной области концентраций. Использование в составе сенсоров наноструктурированных материалов: фуллерена С60, углеродных нанотрубок (УНТ), наночастиц золота (НЧ Au) и нанокомпозитов на их основе: С60/НЧ Au, УНТ/НЧ Au позволило расширить диапазон определяемых концентраций до 1×10^{-11} М и увеличить максимальную степень ингибирования до 82.0 ± 0.9 % (С60 / НЧ Au) и до 86.0 ± 2.0 % (УНТ/НЧ Au).

Вариант гомогенного конкурентного ПФИА (конкурентное связывание искомого вещества и трейсера - аналита, меченного флуоресцентной меткой) с ограниченным числом центров связывания специфических антител (Ат) был использован в качестве одного из альтернативных методов определения ДФ. Оптимальное разведение трейсера $1:2 \times 10^4$, концентрация Ат – 5×10^{-4} мг/мл, время инкубации иммунного комплекса: трейсер - Ат 6 мин. Линейный диапазон градуировочной зависимости наблюдался в области концентраций 1×10^{-5} – 1×10^{-9} М.

Использование тирозиназного биосенсора для определения ДФ методом ПИА показало, что в оптимальных условиях линейный диапазон градуировочной зависимости аналитического сигнала (потенциал регистрации 0.6 В) от концентрации наблюдался в области 1×10^{-6} – 1×10^{-9} М при скорости потока 0.25 мкл/с.

Показана возможность применения разработанных вариантов определения ДФ в модельных растворах морских и на фоне речных вод с S_T не более 0.075. Сочетание рассмотренных подходов к определению ДФ позволяет получить точные и надежные результаты для оценки загрязненности природных объектов.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ОЦЕНКИ КОЛЕБАНИЙ МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ПОДЗЕМНЫХ ВОД

Васюков А.Е.¹, Лобойченко В.М.²

¹ Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, 248023, Россия, Калужская обл., г. Калуга, ул. Степана Разина, 26

² Национальный университет гражданской защиты Украины, 61023, Украина, г. Харьков, ул. Чернышевская, 94

Химический состав природной воды является неотъемлемой характеристикой ее качество, которое определяет направление водопользования и водопотребления. Не постоянство ионного содержания этих вод обусловлено разнообразием биоты и абиоты природным экосистем, в которых формируются природные воды. В тоже время стабильность или постоянство состава питьевой воды позволяют проводить упрощенную процедуру контроля качества данной воды и, соответственно, в большинстве случаев, имеют положительный экономический эффект. В случае производства бутилированных природных минеральных и питьевых вод стабильность их состава позволяет достоверно проводить экспертную и рутинную процедуру контроля качества, в том числе и с целью выявления фальсифицированной продукции.

Целью данной работы является исследование стабильности химического состава подземных природных вод на примере минеральной воды «Березовская» (Украина).

На первом этапе проводились количественное определение главных ионов в исследуемой воде – хлоридов, сульфатов, гидрокарбонатов, ионов кальция, магния и суммарного содержания ионов калия и натрия. Пробы воды отбирались на протяжении нескольких лет. Далее для всех выборок ($n = 22$) усредненных значений концентраций ионов проверяли наличие грубых промахов с использованием Q-критерия при значениях доверительной вероятности 0.99; 0.95; 0.90. В дальнейшем проводили обработку данных при вероятности 0,90. При расчетах использовались стандартные статистические подходы обработки результатов химического анализа.

Усредненные значения колеблются в диапазоне (37 – 44) мг/л для $\sum(\text{Na}^+ + \text{K}^+)$, (18 - 28) мг/л для Mg^{2+} , (96 - 100) мг/л для Ca^{2+} , (10 - 13) мг/л для Cl^- , (35 - 52) мг/л для SO_4^{-2} , (456 - 475) мг/л HCO_3^- . Полученные результаты не позволили выявить явной корреляции содержаний исследуемых ионов между собой, при этом преобладающее содержание HCO_3^- определяет общую минерализацию.

Далее рассчитали сезонные «формулы» воды «Березовская» в виде округленных соотношений эквивалентных содержаний ионов в зависимости от сезона. Отмечается постоянство состава только для хлоридов и суммарного содержания натрия и калия. Для сульфатов, гидрокарбонатов, магния и кальция отмечается возможность сезонных колебаний. Определение возможности сезонности колебаний усложняется варьированием погрешности определения данных ионов. Для сульфатов ΔS_r составляет 27,8 %, тогда как для гидрокарбонатов $\Delta S_r = 0,9$ %.

Дополнительная проверка исходной выборки с использованием критерия Граббса показала, что в представленном наборе данных можно отбросить только одно значение для гидрокарбонатов, а остальные значения являются частью выборки и не могут быть отброшены. Таким образом, колебания концентраций ионов в пределах нескольких лет незначительны. Подтверждение стабильности состава воды «Березовская» проводилось с использованием коэффициента идентификации минерального состава воды и удельной электрической проводимости (УЭП). Получено, что коэффициент идентификации колеблется в узком диапазоне 1,30 – 1,51 см/мкСм, а УЭП – (659 – 663) мкСм/см, что подтверждает стабильность состава подземной «Березовская» в исследованный период.

ПРОТОЧНЫЕ ХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ СКРИНИНГ-МЕТОДЫ ДЛЯ АНАЛИЗА
ВОДНЫХ СРЕД

Вах К.С., Булатов А.В., Москвин Л.Н.

Санкт-Петербургский государственный университет,

Институт химии, кафедра аналитической химии

email: kristina-fulmes@mail.ru

Хемилюминесценция является экспрессным и высокочувствительным методом химического анализа, обеспечивающим широкий диапазон определяемых концентраций. Известно, что хемилюминесценция обладает низкой селективностью, поскольку хемилюминесцентные реакции способны реагировать не только на конкретный аналит, а в том числе на группу веществ схожей структуры. Однако, такой «недостаток» хемилюминесценции может быть использован для разработки скрининг-методов, когда важно получить ответ о наличии или отсутствии того или иного аналита или группы веществ схожей структуры. При положительном скрининг-отклике пробу направляют на подробное инструментальное исследование с использованием, например ВЭЖХ с масс-спектрометрическим детектированием. Таким образом, скрининг может быть использован, как первая стадия контроля для последующего инструментального исследования.

Хемилюминесцентные скрининг-методы являются перспективным направлением, в первую очередь из-за обеспечения достаточной чувствительности анализа при использовании простого и недорогого оборудования. В представленной работе, на примере определения антибиотиков фторхинолонового и тетрациклинового ряда, а также фенолов рассмотрена возможность использования хемилюминесценции для скрининг-анализа водных сред.

Автор выражает благодарность гранту РФФИ (Грант 16-13-10117) за финансовую поддержку.

АЛГОРИТМЫ ОТБОРА ОДНОТИПНЫХ ВЕЩЕСТВ, СОВМЕСТНО
ОПРЕДЕЛЯЕМЫХ В ВИДЕ ИНТЕГРАЛЬНЫХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ В ХОДЕ
ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА

Вершинин В.И.

Омский государственный университет им. Ф.М.Достоевского,
644077, Россия, г. Омск, Мира, 55а

Для контроля загрязнения окружающей среды применяют интегральные показатели (ИП), например углеводородный индекс («нефтепродукты»), фенольный индекс (ФИ) и другие показатели состава природных и сточных вод. Любой ИП рассчитывают по величине обобщенного аналитического сигнала (A_{Σ}) и выражают в пересчете на стандартное вещество. Отказ от покомпонентного определения однотипных веществ ускоряет и удешевляет анализ, но значения ИП (c^*) зачастую сильно отличаются от суммарного содержания (C_{Σ}) искомым веществ. Отличия c^* от C_{Σ} могут составить сотни процентов [1]. Одна из причин – применение эмпирически выбранных методик и реагентов, не учитывающих индивидуальный состав искомой группы. Так, показатель ФИ характеризует не суммарное содержание фенольных токсикантов (ФТ), а суммарное содержание веществ, реагирующих с 4-аминоантипирином. Многие ФТ с ним не реагируют, зато в формировании A_{Σ} участвуют некоторые нетоксичные и нефенольные соединения. Поэтому ФИ может в несколько раз отличаться от суммарного содержания ФТ. К сожалению, индивидуальный состав группы ФТ, как и других групп поллютантов, не регламентирован. Мы считаем, что исторически сложившийся набор ИП и методик их определения должен быть пересмотрен. Каждый ИП должен быть приблизительной оценкой суммарного содержания некоторой группы веществ с однотипной структурой и близкими свойствами (в частности, близкими ПДК). Предлагать новые ИП и их нормативные значения, подбирать групповые реагенты, условия измерения A_{Σ} и стандартные вещества – следует с учетом состава соответствующей группы. Перечень компонентов группы должен быть регламентирован, подобно перечням наркотических средств. Для этого надо заранее выработать критерии отбора компонентов группы.

В докладе будет изложен общий алгоритм отбора веществ для их совместного определения [2]. Критериями могут быть структурные особенности соответствующих молекул (это особенно важно для молекул, одновременно включающих разные функциональные группы), характеристики токсичности, растворимости, кислотности и окисляемости индивидуальных веществ; их ожидаемые содержания и источники выброса. В качестве примера в докладе будут обоснованы критерии отбора ФТ, совместно определяемых в природных и сточных водах [3]. Регламентация состава группы позволила специалистам ОмГУ подобрать новый групповой реагент, стандартное вещество и оптимальные условия измерения обобщенного сигнала [4]. Относительная погрешность оценки суммарного содержания ФТ в сточных водах снижена до $\pm 15\%$.

Библиографический список

1. Вершинин В.И. Определение суммарного содержания однотипных веществ (теория интегральных показателей). Омск: ОмГУ, 2016. 288 с.
2. Вершинин В.И. Формирование групп и выбор стандартных веществ при определении суммарных содержаний однотипных соединений в виде интегральных показателей / Журн. аналит. химии. 2017. Т.72, № 9 С.816-826.
3. Вершинин В.И., Бриленок Н.С. Критерии отбора совместно определяемых фенольных токсикантов. Вестник Омского университета. 2018. № 2. С. 87-93.

4. Бриленок Н.С., Бахарева М.В., Вершинин В.И. УФ-спектрометрическое определение суммы фенолов с применением диазотированной сульфокислоты / Журн. аналит. химии. 2018, т.73, № 6 С. 446-454.

ЧЕРНОВИК

ТЕКУЩИЙ КОНТРОЛЬ ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД (Р. ИРТЫШ)
С ПОМОЩЬЮ НОВОГО КОМБИНАТОРНОГО ИНДЕКСА

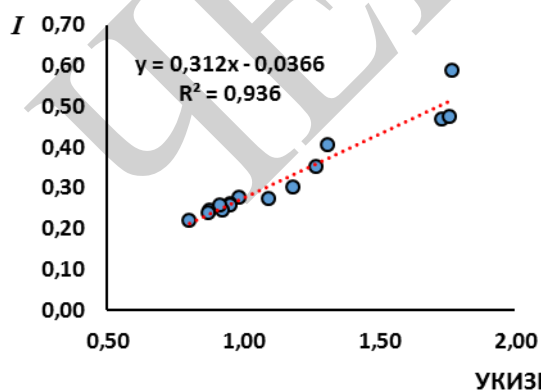
Власова И.В., Клишева Г.И., Вершинин В.И.

Омский государственный университет им. Ф.М.Достоевского;
644077, Россия, г. Омск, Мира, 55а

Для комплексной оценки загрязненности поверхностных вод применяют различные показатели. Чаще всего рассчитывают удельный комбинаторный индекс загрязненности воды (УКИЗВ) [1]. Обычно расчет проводят 1 раз в год с использованием множества результатов анализа, при этом учитывают не менее 15 обязательных показателей. По значениям УКИЗВ определяют класс загрязненности воды, ведут многолетний экологический мониторинг и сравнивают разные гидрохимические объекты между собой. Однако с помощью УКИЗВ трудно отслеживать сезонные изменения состояния водоема и невозможно вести текущий контроль загрязненности воды, так как методика расчета УКИЗВ требует учета частоты превышений ПДК по каждому показателю за весь период наблюдений. Текущая (например, еженедельная) комплексная оценка загрязненности особенно важна для водоемов, находящихся вблизи крупных городов, так как антропогенное воздействие на водоемы быстро и сильно меняется во времени.

Мы предлагаем дополнить трудоемкий расчет «годового» значения УКИЗВ еженедельной или еженедельной оценкой состояния водоемов с помощью нового комбинаторного индекса загрязненности воды (I), вычисляемого по тем же показателям без учета частоты превышений ПДК. В ходе расчета каждый из обязательных показателей выражают в долях соответствующей ПДК, суммируют нормированные значения, превышающие единицу, а затем делят сумму на общее число показателей, т.е. на 15.

Применимость нового показателя проверяли, оценивая загрязненность р. Иртыш (источник питьевой воды для г. Омска). Использовали данные о составе 72 проб воды, еженедельно отбиравшихся в фиксированной точке выше г. Омска на протяжении двух лет. Пятнадцать частных показателей (БПК, ХПК, растворенный кислород, содержания Ni, Cu, Zn, Fe, Mn, нитратов, нитритов, хлоридов, сульфатов, аммиака, нефтепродуктов и фенолов) определяли в аккредитованной лаборатории по методикам, изложенным в руководящих документах природоохранных организаций. По полученным данным вычисляли значения УКИЗВ и нового показателя для разных периодов времени.



Оказалось, что значения сопоставляемых показателей не равны, но достоверно закоррелированы. На рисунке показаны значения показателей для 12 проб, отобранных летом 2017 г.

Кривые, характеризующие изменение обоих показателей во времени, довольно похожи. Однако предлагаемый показатель I более чувствителен к кратковременным концентрированным выбросам загрязнителей, то есть правильно характеризует текущее состояние исследуемого водоема. С помощью нового показателя, как и с помощью УКИЗВ, можно отнести исследуемую воду к тому или иному классу загрязненности. В докладе будут представлены и обоснованы граничные значения I для каждого класса, а также сопоставлены результаты классификации по двум комбинаторным показателям.

Библиографический список

1. РД 52.24.643-2002. Метод комплексной оценки степени загрязненности поверхностных вод по гидрохимическим показателям. Спб.: Гидрометеоиздат, 2002. 49 с.

ЧЕРНОВИК

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В МИДИЯХ ДЛЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ
ОЦЕНКИ СОСТОЯНИЯ ВОДНЫХ ЭКОСИСТЕМ

Волженин А.В.¹, Скиба Т.В.¹, Петрова Н.И.¹, Цыганкова А.Р.^{1,2}, Медведев Н.С.¹,
Кукарин В.Ф.¹, Сапрыкин А.И.^{1,2}

¹ ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090, Россия, г. Новосибирск, проспект Академика Лаврентьева, 3

² ФГАОУ ВО Новосибирский национальный исследовательский государственный
университет

email: volzhenin@niic.nsc.ru

Проблема загрязнения океана растет из года в год. Большие количества шлака, сточных вод и промышленных отходов угрожают морским животным и людям. Все чаще концентрации тяжелых металлов (ТМ) в морепродуктах превышают допустимые [1], поэтому разработка методик контроля содержаний ТМ является актуальной аналитической задачей. Мидии и устрицы являются удобными биологическими индикаторами для оценки содержания ТМ в прибрежных водах. Содержание ТМ в биологических объектах обычно определяют атомно-спектральными и масс-спектрометрическими методами (ИСП-АЭС и ИСП-МС).

В настоящей работе рассмотрены и сопоставлены аналитические возможности атомно-спектральных и инверсионно-вольтамперметрических (ИВА) методик определения ТМ (Cu, Pb, Cd, Zn) в тканях мидий из различных районов Тихого океана (Японское море, внутренние воды Чили). На основе полученных данных определен фоновый уровень и сделана оценка экологической ситуации в указанных районах.

Отметим, что использование атомно-спектральных методов требует проведения трудоемкой пробоподготовки: автоклавного разложения, сорбционного или экстракционного отделения аналитов от органической матрицы.

Для экспрессного определения Cd и Pb нами был применен метод двухстадийной зондовой атомизации (ДЗА) в сочетании с атомно-абсорбционной электротермической атомизацией (ЭТААС). Суть ДЗА заключается в концентрировании аналитов на поверхности вольфрамового зонда, подведенного к дозирочному отверстию графитовой кюветы. После этого зонд вводят в кювету и проводят повторный нагрев до 2200 °С, при этом происходит испарение и атомизация конденсата с поверхности зонда и регистрация аналитического сигнала (АС). Методика ДЗА-ЭТААС позволила обойтись кратковременной (~ 10 мин) обработкой образцов тканей мидий смесью перекиси водорода и азотной кислоты (1:1), вместо автоклавного разложения, и снизить матричные помехи. Пределы обнаружения составили 5 мкг/л для Cd и 20 мкг/л для Pb. Результаты определения Cd и Pb по разработанной методике подтверждены независимыми методами ИСП-АЭС и ИВА. В работе будут также показаны возможности анализа других природных и биологических объектов методом ДЗА-ЭТААС.

Работа выполнена по программе фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013 - 2020 годы, при финансовой поддержке интеграционного проекта СО РАН II.1.2.2.

Библиографический список

1. Official Journal of the European Communities, US Food and Drug Administration guidelines; Australian Food Standard Code LD 152/1999.

О НЕОБХОДИМОСТИ БИОЛОГИЧЕСКИ ОБОСНОВАННОЙ ДЕФИНИЦИИ ТИПОВ
ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ПРИРОДНЫХ ВОД ДЛЯ РАЗВИТИЯ
ЭКОАНАЛИТИКИ

Воронцов А.М., Никанорова М.Н.

Балтийский институт экологии, политики и права,
199034, Россия, Санкт-Петербург, 18 линия ВО, 3

Экоаналитика должна отвечать на вопрос о благополучии/неблагополучии экосистемы. Фундаментальный интегральный критерий благополучия — сохранение гомеостаза как постоянства скоростей автотрофных и гетеротрофных процессов, то есть, **продукции и деструкции органического вещества** водной экосистемы. Очевидно, что при создании методов экоаналитики для контроля состояния и изменения трофического статуса водных экосистем необходимо ориентироваться на методы непосредственного определения того типа органического вещества, состав и свойства которого имманентно связаны с условиями функционирования экосистемы и, соответственно, жизнедеятельности гидробионтов. Методология экоаналитики должна начинаться с того, чтобы взглянуть на классификацию органического вещества водных экосистем не только глазами химика-аналитика, но и глазами биолога, то есть, с учетом происхождения органического вещества, его автохтонности или аллохтонности, живое оно или косное (мертвое), взвешенное (агрегированное) или растворенное. Взвешенное органическое вещество может быть как живым так и косным, в то время как растворенное органическое вещество — только косным. Исходя из этих соображений можно выделить и определить восемь типов органического вещества водных экосистем (см. таблицу 1).

Таблица 1. Типы органического вещества природных вод

Автохтонное вещество	Биогенного происхождения	Косное	Взвешенное	Тип 1
			<i>Растворенное</i>	Тип 2
		Живое	Взвешенное	Тип 3
Аллохтонное вещество	Биогенного происхождения	Косное	Взвешенное	Тип 4
			<i>Растворенное</i>	Тип 5
		Живое	Взвешенное	Тип 6
	Техногенного происхождения	Косное	Взвешенное	Тип 7
			<i>Растворенное</i>	Тип 8

К сожалению, существующие методы определения суммарного содержания взвешенного органического вещества (ВОВ), основанные на его фильтрационном отделении, не позволяют различать ВОВ типов 1,3,4,6 и 7, а существующие методы определения общего содержания растворенного органического вещества (РОВ), такие как бихроматная и перманганатная окисляемость, не позволяют различать РОВ типов 2,5 и 8.

ВОВ типа 3 и 6 это, в основном, фитопланктон и бактериопланктон. Именно оно составляет до 90% биомассы водных экосистем и определяет состав, свойства и общее содержание РОВ типа 2 и 5. Экологи всегда изучают эти связи с самым пристальным вниманием. Но отсутствие методов, позволяющих быстро и надежно отделить вещества типа 3 от веществ типа 6, а типа 2 от типа 5 затрудняет диагностику водных экосистем и процедуру оценки продукционно-деструкционного баланса. Своеобразным индикатором или косвенным указанием на присутствие веществ типа 8 служит изменение соотношения легкоокисляемого и трудноокисляемого органического вещества (критерий ЛОВ/ТОВ) в ансамбле РОВ типа 2, но картину искажает неизбежное присутствие РОВ типа 5, то есть, необходимы методы их отдельного

определения. Не исключено, что для каждой изучаемой водной экосистемы придется разрабатывать индивидуальную аналитическую процедуру.

ЧЕРНОВИК

РАЗВИТИЕ БИОЛОГИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ЭКОАНАЛИТИКИ

Воронцов А.М., Никанорова М.Н.

Балтийский институт экологии, политики и права,
199034, Россия, Санкт-Петербург, 18 линия ВО, 3

В экоаналитике хорошо работают две группы методов, основанных на применении биологических индикаторов и принципиально отличающихся выбором этих индикаторов. Методы **биотестирования** это процедура измерения токсичности среды для индикатора — выбранной культуры (тест-объекта) вне зависимости от того, какие вещества и в каком сочетании вызывают изменения жизненно важных функций или поведения индикатора. Индикатор вносят в пробу извне, соответственно, он аллохтонен по отношению к системе — источнику пробы. Методы **биоиндикации** это процедура измерения уровня антропогенной нагрузки на объект (чаще всего на водную экосистему), где в качестве индикатора выбирают естественно развивающуюся в самом объекте исследования совокупность автохтонных организмов различных видов (индексы видового разнообразия) или один автохтонный организм (количество генетических повреждений, изменение общей численности).

Применение методов биотестирования, тем более биоиндикации без профессиональной биологической подготовки неизбежно влечет получение **ложных результатов** анализа объекта. Именно поэтому возник метод **молекулярной биоиндикации** (см., например, А.М. Воронцов, М.Н. Никанорова, Экологический вестник России, 2014, 4, с. 50-55), понятный и доступный химикам-аналитикам, поскольку автохтонным природным индикатором уровня благополучия водных экосистем выбрана совокупность молекул — внешних метаболитов гидробионтов, так называемое, «растворенное органическое вещество», свойства которого имманентно связаны с состоянием продукционно-деструкционного баланса экосистемы.

Попытка представить совокупность биологических методов экоаналитики в матричной форме (см. таблицу 1) привела к обнаружению двух пустых клеток в колонке методов биотестирования, то есть, можно сформулировать две новых задачи.

Таблица 1. Биологические методы экоаналитики

Подходы	Индикаторы	Биоиндикация	Биотестирование
Экологический	Фрагменты экосистем	По уровню видового разнообразия	Задача биологам!
Биологический	Организмы, клетки	По числу генетических повреждений клеток вида-индикатора	По выживаемости дафний, коловраток По перемещению парameций
		По вспышкам светящихся планктонных организмов при озонлизе потока воды	По скорости метаболизма клеток дрожжей
		По изменению численности органотрофных бактерий (биоэстимация)	По хемотаксису клеток (бактерии, спермии)
Химический	Молекулы-метаболиты	По изменению интегральных показателей внешних метаболитов (молекулярная биоиндикация)	Задача химикам!

Задача биологам: создание тест-объекта — фрагмента экосистемы, например, в виде трофической цепочки видов-индикаторов (например, «продуцент — консумент I — консумент II»), что должно резко повысить достоверность такого **надорганизменного биотестирования** и вывести его на уровень арбитражных методов. **Задача химикам:** выбрать или синтезировать метрологически удобное вещество — индикатор (тест-объект), которое при введении в пробу позволит по

кинетической кривой своей ассимиляции биотой пробы судить о ее интегральных характеристиках и измерять величины некоторых важных свойств пробы (**молекулярное биотестирование**). Такой метод во многих случаях сможет заменить длительное и неточное определение БПК; очевидно, он может быть легко автоматизирован в системе ПИА или аналогичной. Эти подходы соответствуют общей тенденции развития экоаналитики: в первую очередь искать в природных объектах не минорные количества потенциально опасного вещества, а яркий след его негативного воздействия.

ЧЕРНОВИК

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФАТОВ В ПРОБАХ АРТЕЗИАНСКОЙ ВОДЫ
АБШЕРОНСКОГО ПОЛУОСТРОВА

Гаджиева С.Р., Алиева Т.И., Аминбеков А.Ф., Гусейнова Г.Б.

Бакинский Государственный Университет,
AZ 1148, Азербайджан, г. Баку, ул. З. Халилова, 23

Вместе с распространенными в грунтовых водах анионами — карбонатами, гидрокарбонатами, сульфатами и хлоридами бывают еще и фосфаты. Концентрация солей зависит от глубины грунтовых вод. В наиболее "старых" колодцах концентрации солей настолько велика, что они обладают явственно солоноватым вкусом. К этому типу относятся большинство артезианских вод Абшеронского полуострова. Грунтовые воды характеризуются достаточно высокой минерализацией, жесткостью, низким содержанием органики и практически полным отсутствием микроорганизмов.

Для спектрофотометрического определения анионов PO_4^{3-} , в пробах воды использовали прибор VisocolorUrnWeltkoffer. В артезианских водах в Маштаге найдено 77,5 мг/л, в Шагане 10 мг/л, в Шувельянах 18 мг/л, в Говсанах 30 мг/л, в Зире 37 мг/л, в Мардекенях, в Новханах 11,5 мг/л, в Бузовнах 32,8 мг/л, в Тюркане 66,3 мг/л, в Бильгя 20 мг/л, в Нардаране 65,9 мг/л фосфатов.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИОНОВ В ПРОБАХ
АРТЕЗИАНСКОЙ ВОДЫ ОКРЕСНОСТЕЙ БАКУ

Гаджиева С.Р., Алиева Т.И., Байрамов Г.И., Аминбеков А.Ф., Гусейнова Г.Б.

Бакинский Государственный Университет,
Азербайджан, Баку, AZ1148, ул. З.Халилова 23

Для спектрофотометрического определения ионов NH_4^+ , NO_3^- и NO_2^- в пробах артезианской воды в пробирку наливается 5-10 мл соответствующей пробы. Пробирка с пробой помещается в гнездо в верхней части прибора. Вначале монитор показывает количество ионов PO_4^{3-} в пробе. Затем монитор показывает количество NO_3^- ионов. И наконец, количественно определяются NO_2^- -ионы. Необходимо отметить, что для каждого иона в отдельности проводятся измерения и определяется его точное количество.

Таблица 1. Количество анионов в пробах воды

Местность	NH_4^+	NO_3^-	NO_2^-
Бильгя	28,5	1,55	3,0
Маштаги	-	2,25	5,0
Нардаран	19,8	2,2	4,0
Шаган	-	20,0	-
Шувельяны	30,5	3,40	41,7
Мардакан	53,5	2,0	10,5
Говсаны	34,5	1,75	22,0
Зиря	24,0	5,25	28,2
Новханы	-	3,10	6,25
Бузовна	-	3,5	8,3
Тюркан	-	2,5	6,65

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПРОБАХ АРТЕЗИАН СКОЙ ВОДЫ
АБШЕРОНСКОГО ПОЛУ ОСТРОВА

Гаджиева С.Р. Алиева Т.И, Гусейнова Г.Б., Шахназарова Н.М.
Бакинский Государственный Университет,
Азербайджан, Баку, AZ1148, ул. З.Халилова 23

Подземные артезианские воды Абшеронского полуострова бывают солеными, солоноватыми (меньшей солености) и пресными. В быту в этой местности при отсутствии пресной воды используют соленую подземную воду. В наиболее значительных количествах в грунтовых водах содержатся, как правило, кальций, магний, натрий, калий, железо и в меньшей степени марганец (катионы). Для анализа взяли пробы артезианской воды из разных районов Абшерона и определяли количество тяжелых металлов методом атомно-абсорбционной спектроскопии.

В Бильгя найдено 28,5 мг/л Mn, 1,55 мг/л Co, 3,0 мг/л Cu, 20 мг/л Zn, 4,5 мг/л Mo, 0,2 мг/л Fe, 0,1 мг/л Ni, 0,13 мг/л Pb. В Нардаране найдено 19,8 мг/л Mn, 0,28 мг/л Pb, 2,2 мг/л Co, 4,0 мг/л Cu, 65,9 мг/л Zn, 11,7 мг/л Mo, 0,5 мг/л Fe, 0,23 мг/л Ni.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ И РАДИОАКТИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В
ГРЯЗЕВОМ ВУЛКАНЕ АЛЯТ

Гаджиева С.Р., Алиева Т.И., Шахназарова Н.М.

Бакинский Государственный университет,
AZ 1148, Азербайджан, Баку, ул. З. Халилова, 23

Для определения тяжелых металлов и радиоактивных элементов была взята проба из грязевого вулкана Алят. В ходе работы с пробой был использован прибор NEX QC⁺-новый высококачественный анализатор рентгеновской флуоресценции. Атомно-абсорбционным методом в составе грязевого вулкана определены тяжелые металлы и радиоактивные элементы. В составе вулканической грязи были обнаружены следы таких тяжелых металлов, как: Pb, Nb, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Zr, Al, Sc, Ge, Rb, Yb. Из радиоактивных элементов: Cs-137, Ra-226, Th-232, K-40, U-235, Sr-90, Rn-222. В составе вулканической воды были найдены Ca, Mg, Cu, Al, Fe, Pb, Hg, I, Zn, Cr и рН составляет $8,94 \pm 0,08$.

ВЛИЯНИЕ ПЕСТИЦИДОВ НА ЗЕМЕЛЬНЫЕ РЕСУРСЫ АЗЕРБАЙДЖАНА

Гаджиева С. Р., Кадырова Э.М., Елчиева Э.А.

Бакинский Государственный Университет,
AZ 1148, Азербайджан, Баку, ул. З. Халилова, 23

Во многих странах проблема экологии стоит на первом месте, но, увы, не в нашей стране, по крайней мере, раньше. Но сейчас ей начинают уделять все больше внимания, принимаются новые экстренные меры. Земельные ресурсы играют большую роль в агропромышленном комплексе Азербайджана. В настоящее время земельные ресурсы сильно истощены, причина тому – экология и связанные с ней проблемы. В данной работе сделана попытка изучить одну из наиболее важных на сегодняшний день проблем землепользования – загрязнение почв пестицидами и обозначить некоторые пути ее решения. Почвенный покров вместе с его микромиром играет роль универсального биологического сорбента, тарификатора и нейтрализатора загрязнений, минерализатора различных органических веществ. Свойства почвы во многом определяются составом и численностью населяющей ее микрофлоры и микрофауны, устойчивостью почвенных микроорганизмов к внешним воздействиям, в том числе и к воздействию пестицидов. Бесконтрольное применение пестицидов может уже при жизни нашего поколения вызвать необратимые качественные сдвиги в среде обитания человека.

Согласно данным американских ученых, по степени загрязнения биосферы пестициды в целом занимают 9-е место после промышленных загрязнений газами, ртутью, свинцом, кадмием, нефтью и фосфатами – главным загрязнителем вод в реках и озерах. Тем не менее необходимо располагать системой мероприятий, позволяющей свести к минимуму или совершенно исключить одно из нежелательных последствий применения пестицидов – загрязнение почвенного покрова.

Почвенный покров Земли играет решающую роль в обеспечении человечества продуктами питания и сырьем для жизненно важных отраслей промышленности. Использование с этой целью продукции океана, гидропоники или искусственно синтезируемых веществ не может, по крайней мере в обозримом будущем, заменить продукцию наземных экосистем (продуктивность почв). Пестициды – это в основном органические соединения с малым молекулярным весом и различной растворимостью в воде. Химический состав, их кислотность или щелочность, растворимость в воде, строение, полярность, величина и поляризация молекул – все эти особенности вместе или каждая в отдельности оказывает влияние на процессы адсорбции-десорбции почвенными коллоидами. Принимая во внимание названные особенности пестицидов и сложный характер связей в процессе адсорбции-десорбции коллоидами они могут быть разделены на два больших класса: полярные и неполярные, а не вошедшие в эту классификацию, например, хлорорганические инсектициды на ионные и неионные. Пестициды, которые содержат кислотные или основные группы, либо ведут себя при диссоциации как катионы, составляют группу ионных соединений. Пестициды, не обладающие ни кислотной, ни щелочной реакцией составляют группу неионных соединений.

На характер химических соединений и способность почвенных коллоидов к адсорбции и десорбции оказывает влияние: природа функциональных групп и групп замещения по отношению к функциональным группам и степень насыщенности молекулы. На адсорбцию молекул пестицидов почвенными коллоидами значительное влияние оказывает характер молекулярных зарядов, причем определенную роль играет полярность молекул. Неравномерное распределение зарядов увеличивает диссиметрию молекулы и ее реактивность.

НОВЫЙ СОРБЕНТ ДЛЯ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ НА ОСНОВЕ СИЛИКАГЕЛЯ, МОДИФИЦИРОВАННОГО НАНОЧАСТИЦАМИ ЗОЛОТА, СТАБИЛИЗИРОВАННЫХ ВАНКОМИЦИНОМ

Голубова А.Д., Москалева Т.А., Шаповалова Е.Н., Ананьева И.А., Татаурова О.Г., Шпигун О.А.

Московский Государственный Университет имени М.В.Ломоносова,
Химический факультет,
119991, Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, строение 3
email: irishan@mail.ru

Актуальной проблемой фармацевтики является разделение лекарственных препаратов и их энантиомеров методом ВЭЖХ. Новым, малоисследованным, но перспективным классом сорбентов является силикагель, модифицированный макроциклическими антибиотиками и наночастицами золота (НЧЗ). Комплексы макроциклических антибиотиков с наночастицами металлов представляют собой структуры с особыми свойствами. Обнаружено, что модифицированный ванкомицин обладает значительной антибактериальной активностью против грамположительных бактерий, которые выработали лекарственную устойчивость ко многим антибактериальным агентам. Целью данной работы является синтез нового хирального сорбента на основе силикагеля, модифицированного наночастицами золота, стабилизированных ванкомицином, исследование его хроматографических свойств на примере разделения β -блокаторов, профенов, варфарина и их энантиомеров.

Получены наночастицы золота, стабилизированные ванкомицином. Методом просвечивающей электронной микроскопии показано, что средний диаметр частиц составляет 11,7 нм. Синтезирован новый сорбент на основе силикагеля, модифицированного наночастицами золота, стабилизированных макроциклическим антибиотиком ванкомицин. Модифицирование поверхности подтверждено методами растровой электронной микроскопии, диффузного отражения и низкотемпературной адсорбции азота. Установлено, что силикагель, модифицированный НЧЗ с ванкомицином, в большей степени проявляет гидрофильные свойства, удерживание веществ растёт при увеличении их константы кислотности. Удерживание β -блокаторов на синтезированном сорбенте больше при использовании подвижных фаз с высоким содержанием органического модификатора (смеси ацетонитрила и спиртов). Добавление спирта уменьшает факторы удерживания, этот эффект увеличивается в ряду $\text{EtOH} < \text{iPrOH} < \text{MeOH}$. В обращенно-фазовом режиме лучше удерживаются профены, при увеличении содержания органического компонента удерживание уменьшается. Получено разделение флурбипрофена, пропранолола и варфарина при элюировании смесью ацетонитрила и метанола с добавкой уксусной кислоты и ТЭА. Частично разделены энантиомеры флурбипрофена и пиндолла с при элюировании смесью ацетонитрил - изопропанолом и добавками уксусной кислоты и ТЭА; индопрофена при элюировании смесью метанола и ацетатного буферного раствора.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ №18-03-00742.

КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ И ВЭЖХ-МС ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ГИДРОФИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СОРБЕНТА HYPERCARB

Гончарова Е.Н., Статкус М.А., Цизин Г.И.

Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова,
химический факультет, Москва, email: goncharova.betty@ya.ru

Фосфорорганические гидрофильные соединения являются важными аналитами в химическом анализе. Так, например, алкилфосфоновые и О-алкилметилфосфоновые кислоты являются маркерами химического оружия, а глифосат и глюфосинат аммония являются неселективными гербицидами, которые используются для борьбы с сорняками. Высокая полярность этих аналитов затрудняет их хроматографическое определение. Данные соединения можно определять с помощью газовой хроматографии, однако при использовании данного метода необходима дериватизация, которая может вносить значительную погрешность в анализ. При попытке использовать ВЭЖХ, аналитики столкнулись с проблемой плохого удерживания и разрешения данных аналитов на часто используемых колонках, таких как C18. В литературе встречаются данные о применении сорбента Hypercarb для ВЭЖХ разделения и гербицидов, и фосфорных кислот, однако при этом была решена только проблема разрешения некоторых аналитов. Для решения проблемы слабого удерживания гидрофильных фосфорорганических аналитов на сорбенте Hypercarb в качестве подвижной фазы использовали водный раствор карбоновых кислот и аммиачных солей карбоновых кислот в присутствии аммиака для пестицидов, разделение проводили в градиентном режиме, повышая концентрацию кислоты/солей в присутствии аммиака. Перед инъекцией образца проводили уравнивание колонки деионизованной водой в течение 10-15 минут; сразу после инъекции ступенчато повышали концентрацию карбоновой кислоты (или ее соли в присутствии аммиака). Подобный градиент позволяет существенно увеличить время удерживания аналитов по сравнению с литературными данными. Подобраны оптимальные условия разделения аналитов на колонке Hypercarb (30×2,1 мм и 100×2,1 мм). Выявлено, что оптимальными условиями для одновременного определения метил-, этил-, н-пропил- и изпропилфосфоновых кислот и этил-, изопропил- и изобутилметилфосфоновых кислот на колонке Hypercarb (100×2,1 мм) является градиентное элюирование 0.5 — 1% муравьиной кислотой с предварительной промывкой колонки деионизованной водой в течение 10 мин. А для гербицидов в качестве элюента был выбран раствор 0,79 мМ формиата аммония в 0,05 М водном аммиаке при времени промывки колонки 15 мин и разделении на колонке Hypercarb (30×2,1 мм). Данный градиент позволяет увеличить коэффициенты емкости, полностью разделить все исследованные в работе аналиты одной группы снизить их пределы обнаружения по сравнению с изократическим режимом, который был ранее описан в литературе. В подобном режиме сорбент Hypercarb позволяет также проводить концентрирование данных аналитов. Перед сорбцией мы проводили кондиционирование колонки водой, после в колонку подавали водный раствор, содержащий аналиты. Далее проводили десорбцию раствором формиата аммония алкилфосфоновых кислот, субкритической водой — алкилметилфосфоновых кислоты и 1% аммиаком в 80% метаноле — гербицидов. В результате данной процедуры алкилфосфоновые кислоты удалось сконцентрировать в 45 — 59 раз, алкилметилфосфоновые кислоты в 17 — 62 раза, а гербициды в 30 — 136 раз. Правильность разработанных методик ВЭЖХ-МС определения и концентрирования проверена на талой воде и речной воде для маркеров хим. оружия, и в растительном масле и речной воде для гербицидов.

СИСТЕМА МОНИТОРИНГА СОЗ В ВОДНОЙ ЭКОСИСТЕМЕ БАЙКАЛА – ВЕЯНИЕ ВРЕМЕНИ ИЛИ НАСУЩНАЯ НЕОБХОДИМОСТЬ?

Горшков А.Г.

ФГБУН Лимнологический институт Сибирского отделения Российской академии наук, 664033, г. Иркутск, ул. Улан-Баторская, 3

Первые сведения о присутствии стойких органических загрязняющих веществ (СОЗ) в Байкале были представлены в работе Бобовниковой Ц.И. с соавт., опубликованной в 1986 г. Авторы сообщили об обнаружении хлорорганических поллютантов в жире байкальской нерпы. Более широкий ряд СОЗ, обнаруженных в Байкале, был представлен в цикле работ, выполненных в рамках Байкальского Международного Центра Экологических Исследований. Следует констатировать, что с момента обнаружения до настоящего времени изучение СОЗ в водах Байкала не завершилось созданием системы мониторинга органических поллютантов, несмотря на ее высокую востребованность для озера как источника питьевой воды мирового значения.

Научная, методическая проблема контроля СОЗ в байкальских водах заключалась в отсутствии аттестованных методик, ГОСТов и международных стандартов, отвечающих запросам мониторинга. В нормативных документах нижние границы диапазона определяемых концентраций выше содержания СОЗ в воде Байкала, отличающейся своей чистотой. Данная проблема мониторинга решена выбором приоритетных СОЗ для контроля, оптимального варианта отбора проб и, главное, разработкой методик определения СОЗ в диапазоне концентраций, соответствующих содержанию СОЗ в водах озера и реализуемых в рамках серийного анализа.

Для определения полихлорированных бифенилов (ПХБ), полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) и диэфиров *o*-фталевой кислоты (фталаты) разработан способ, заключающийся в экстракции СОЗ *n*-гексаном, прямом анализе экстрактов или их концентратов методом ГХ-МС/МС, обеспечивающим высокую чувствительность и степень надежности получаемых результатов. Применение изотопно-меченных суррогатных внутренних стандартов для количественного определения СОЗ повысило точность проводимых измерений и статус используемых методик до арбитражных. В качестве альтернативных решений для определения фталатов разработана методика, основанная на прямом концентрировании гидрофобных соединений из проб воды на аналитической колонке с ОФ сорбентом с последующим анализом методом ВЭЖХ-УФ. Подобный вариант определения фталатов снижает риск «вторичного» загрязнения анализируемого образца фталатами из лабораторного фона и при использовании портативного жидкостного хроматографа «МилиХром А-02» дает возможность проводить анализ на борту НИС. Для контроля ПХБ в водной экосистеме Байкала предложен биомониторинг с использованием в качестве биомонитора омуля *Coregonus migratorius* (Georgi, 1775), промыслового вида байкальских рыб.

По результатам апробации разработанных методик дана оценка содержания СОЗ в водах Байкала на современном этапе. На основании исследования распределения ПХБ по водным горизонтам верхний слой водного тела озера (до 300 м, по предложенной сетке отбора проб) рекомендован для текущего контроля СОЗ. Оценен вклад природных источников – лесных пожаров, естественных нефтепроявлений, в содержание ПАУ в воде озера. Получен набор косвенных данных, указывающих на диатомовую водоросль *Synedra acus subsp. Radians*, как биогенный источник ди-(2-этилгексил)фталата.

Исследование выполнено в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ (проект № 0345–2019–0008) на оборудовании приборного центра коллективного пользования физико-химического ультрамикрoанализа ФГБУН Лимнологический институт СО РАН.

ЧЕРНОВИК

МАГНИТНЫЕ КОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Гражулене С.С., Золотарёва Н.И., Шилкина Н.Н., Редькин А.Н., Митина А.А.
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН (ИПТМ РАН), 142432, Россия, г. Черноголовка Московской обл., ул. Академика Осипяна, д. 6
email: grazhulene@mail.ru

Использование высокодисперсных сорбентов, имеющих большую площадь поверхности, перспективно для предварительного концентрирования токсикантов из объектов окружающей среды с их последующим анализом. Однако при этом возникает ряд проблем, связанных с процессами разделения фаз после статической сорбции, осуществляемых путём трудоёмких и не всегда успешных процессов фильтрации и центрифугирования. В динамических методах концентрирования возникают трудности, связанные с заполнением колонок высокодисперсными порошками и повышением гидравлического сопротивления потоку жидкости. Для преодоления этих сложностей представляется перспективным метод магнитной твердофазной экстракции (МТФЭ) с использованием магнитных наносорбентов, (МНЧ@УНТ), синтезированных на основе магнетита (Fe_3O_4) и модифицированных углеродных нанотрубок (УНТ). Применение постоянного магнитного поля позволяет за несколько секунд разделить жидкую и твёрдую фазы после сорбции и открывает новые принципиальные возможности использования УНТ различной модификации, в том числе, рыхлых и ватообразных, которые практически не применимы для динамических вариантов сорбции. Сорбционные возможности полученного различными способами МНЧ@УНТ изучали на примере ионов токсичных металлов $Bi(III)$, $Cd(II)$, $Cr(II)$ и $Pb(II)$, определение которых в питьевой воде и водах природных водоемов осуществляли разработанной методикой дугового атомно-эмиссионного анализа с оценкой метрологических характеристик определений. Для выявления вклада составляющих компонентов в общую величину эффективности сорбции композита выполнена сравнительная оценка сорбционных свойств МНЧ и УНТ в зависимости от условий их синтеза, различных соотношений в композите, значений pH раствора и условий элюирования.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, проект 18-03-00473 А.

СИСТЕМА АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ ПРОБОПОДГОТОВКИ ДЛЯ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА БЕРИЛЛИЯ В ВОЗДУХЕ РАБОЧИХ ПОМЕЩЕНИЙ И САНИТАРНО-ОХРАННОЙ ЗОНЫ

Громов И.А.¹, Дьяченко А.А.², Семенов А.А.³, Лизунов А.В.³, Беляева О.А.⁴, Галль Н.Р.¹

¹ Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург, 194021, Россия, email: gall@ms.ioffe.ru

² Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург, 190103, Россия,

³ АО ВНИИНМ им А.А.Бочвара, Москва

⁴ ООО МС-био, С-Петербург,

Бериллий, один из наиболее токсичных элементов, находит очень широкое применение в авиа- и космической технике, в микроэлектронике, а также в металлургии как компонент лигатур широкого класса сплавов. В настоящее время можно уверенно говорить, что степень использования бериллия в хозяйства страны является одним из ярких индикаторов уровня ее развития. Производство бериллия неизбежно связано со значительным риском для здоровья участников производственного процесса и окружающих жителей. В России приняты достаточно жесткие нормы на содержание бериллия в воздухе (10^{-6} г/м³) и в воде (10^{-8} г/л). Имеются значительные трудности в осуществлении инструментального контроля за соблюдением этих требований в воздухе рабочих помещений: принятые методики предполагают многостадийную пробоподготовку, включающую концентрирование пробы и химическое выделение бериллия. Между тем, в условиях возможности технологических выбросов крайне желательно осуществлять мониторинг с малой задержкой по времени, не превышающей 20-30 минут. Для реализации этой задачи нами была проведена разработка специальных методов сбора и концентрирования бериллия, основанных на сочетании электрораспыления и электросорбции, для чего разработана и изготовлена специализированная стойка пробоподготовки. Ее целью является получение водного раствора бериллия в форме соли для последующего анализа методом ЭРИАД МС.

В воздухе производственных помещений и в окружающей среде бериллий, как правило, появляется либо в форме металлических нано- и микро частиц, быстро окисляющихся до гидроокиси, либо напрямую в виде частиц BeO_xH_y . В отличие от окиси бериллия, подвергнутой высокотемпературному отжигу, или от бериллия в руде, гидроокись бериллия химически весьма активна и не требует жестких методов для своего перевода в раствор, что существенно облегчает пробоподготовку.

Сбор пыли, содержащей бериллий, проводится на фильтр, пригодный для мокрого озоления в течение 15 мин; за это время через фильтр проходит порядка 250 л воздуха. При полном захвате бериллия, содержащегося в воздухе на уровне ПДК, на фильтре накапливается ~ 250 нг (25 нмоль) бериллия в пересчете на чистый элемент. Мокрое озоление фильтра в смеси концентрированной азотной и серной кислот занимает 5 мин, материал фильтра распадается на воду и двуокись углерода. Одновременно происходит растворение гидроокиси бериллия. Объем используемой кислоты – 10 мл, что означает получение раствора соли бериллия с концентрацией $2.5 \cdot 10^{-6}$ М. После добавления туда 15 мл раствора гидроокиси лития в смеси воды в метаноле (или этаноле, или ацетонитрилом) готовая проба может подаваться на масс-спектрометр для измерений. Ее расчетная концентрация составит $\sim 1 \cdot 10^{-6}$ М, что позволяет регистрировать бериллий на масс-спектрометре МС-Био LowMass при накоплении в течение 100 секунд с отношением сигнал /шум порядка 100.

Электросорбционный автоматизированный метод пробоподготовки позволяет получить аналогичные пробы за время порядка 15 мин без необходимости озолить

фильтр. В настоящее время он проходит тестирование в совместных исследованиях ФТИ им. А.Ф.Иоффе РАН и АО ВНИИНМ.

ЧЕРНОВИК

ПРИМЕНЕНИЕ МАГНИТНОГО СОРБЕНТА НА ОСНОВЕ СВЕРХСШИТОГО ПОЛИСТИРОЛА В СОЧЕТАНИИ С ВЭЖХ ДЛЯ МОНИТОРИНГА ЗАГРЯЗНЕНИЯ ХЛОРФЕНОЛАМИ АКВАТОРИИ ВОРОНЕЖСКОГО ВОДОХРАНИЛИЩА

А.С. Губин, П.Т. Суханов, А.А. Кушнир, В.А. Коноплева, Д.В. Яровая

ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий»,
394036, Россия, г. Воронеж, пр. Революции, 19

Сверхсшитый полистирол (ССП) – широко известный сорбент для извлечения веществ различной природы, в том числе, фенолов. Для увеличения эффективности сорбции предложено применить наночастицы магнетита, покрытые сверхсшитым полистиролом, поверхность которого модифицировали аминами или производными имидазола. На первой стадии проводили синтез хлорметилированного полистирола из стирола, дивинилбензола и 4-хлорметилстирола. На второй стадии проводили сшивку полистирола в присутствии $FeCl_3$ таким образом, чтобы оставалось некоторое количество концевых хлорметиленовых групп. Далее к полученному СПП, содержащему CH_2Cl -группы добавляли N,N-диметилфосфамид для набухания, а затем амины (метил- или бутиламид) или имидазол и его производные (4-метилимидазол, 2-бутилимидазол).

В качестве объектов исследования были выбраны 2-хлорфенол, 4-хлорфенол, 2,4-дихлорфенол и 2,4,6-трихлорфенол. Синтезированные сорбенты характеризовались высокими сорбционными характеристиками по отношению к хлорфенолам: коэффициенты распределения составляли $4,9 \cdot 10^3 - 27 \cdot 10^3 \text{ см}^3/\text{г}$, степени извлечения от 95,7 до 99,1 %, коэффициент концентрирования – около 1000. Величины предельной сорбции составляли 2,95 – 6,21 ммоль/г.

Анализ растворов после пробоподготовки и концентрирования проводили методом ВЭЖХ на хроматографе Люмахром со спектрофотометрическим детектором. Разделение осуществлялось с применением колонки (120×2,1 мм) Kromasil C18 (Швеция) с размером частиц 5 мкм при элюировании подвижной фазой ацетонитрил–вода (4 : 1, по объему). Расход подвижной фазы – 150 мкл/мин, длина волны детектора – 272 нм. Обработка полученных хроматограмм проводилась с помощью ПО Мультихром.

Мониторинг состояния водохранилища проводили в точках максимального воздействия (ливневый сток в водохранилище), фоновой зоне (выше дамбы водохранилища) и вблизи нижнего бьефа водохранилища. Помимо проб воды были отобраны пробы донных отложений, а также проведен анализ мышечной ткани рыб, выловленных в различных зонах водохранилища. В ходе мониторинга установлено, что максимальная концентрация хлорфенолов наблюдается в весенний период, минимальная – ближе к концу лета, что объясняется цветением водохранилища и высокой степенью биodeградации хлорфенолов. Установлена четкая корреляция между БПК₂₀ и содержанием токсикантов. Максимальное содержание хлорфенолов в донных отложениях наблюдается в зимнее время и существенно превышает содержание в воде. Значительно увеличивается содержание хлорфенолов в период снеготаяния и выпадения осадков.

Вероятной причиной загрязнения водохранилища можно считать применение хлорорганических соединений, которые попадают в почву и взаимодействуют с гумусовыми кислотами. Одними из возможных продуктов взаимодействия являются хлорфенолы, поступающие с организованным и неорганизованным стоком в водохранилище.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСТРАКЦИИ ВИСМУТА (III) В РАССЛАИВАЮЩЕЙСЯ СИСТЕМЕ АНТИПИРИН – БЕНЗОЙНАЯ КИСЛОТА – ВОДА ДЛЯ ЕГО ПОСЛЕДУЮЩЕГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Дегтев М.И., Алексеева А.А., Нешатаева А.И.

Пермский государственный национальный исследовательский университет, 614990, г. Пермь, ул. Букирева, 15, email: anchem@psu.ru

В сообщении приведены сведения о применении расслаивающейся системы антипирин (АП) – бензойная кислота (БК) – вода для извлечения макро- и микроколичеств Вi (III). Так, если в градуированную пробирку вместимостью 20 – 25 мл поместить 3 мл 2 моль/л раствора АП (0,3 моль/л), навеску БК (0,732 г), равную 0,3 моль/л при водном объеме 20 мл, то при встряхивании 5 мин и при нагревании 85°C водная фаза расслаивается на две жидкие фазы. Нижняя, объемом 1,8 мл, названная органической фазой (ОФ), содержит соль бензоата антипириния, которая в указанных условиях, экстрагирует висмут (III) на 82% от его общей концентрации 0,01 моль/л в водной фазе. Принимая во внимание, что раствор Вi(NO₃)₃ приготовлен на 1,5 моль/л HNO₃, которая влияет на объем ОФ и, как следствие, на С (соли) бензоата антипириния, были исследованы растворы с меньшей С (HNO₃). Для этого в систему АП – БК – HNO₃ – H₂O вводим NaOH в концентрации, позволяющей нейтрализовать HNO₃ до 0,075 моль/л. В таких условиях Е, % Вi (III) повышается до 90%. При этом, если в систему вводить NaNO₃ в качестве высаливателя, то Е (Вi), % становится количественной (Е>99%) при общей С (NaNO₃) = 1,0 моль/л. Найденные условия количественного извлечения 0,01 моль/л Вi (III) являются оптимальными для экстракции и микроколичеств висмута (30 мкг/20 мл).

Макроколичества Вi (III) – 0,01 – 0,05 моль/л определяются комплексонометрически с индикатором ксиленоловым оранжевым при pH = 1,0 - 2,0. Определению 41,79-62,69 мг Вi (III) не мешают ЦЗЭ, Со (II), Ni (II), Cu (II), Mn (II). Мешающее влияние железа (III) устраняют восстановлением последнего аскорбиновой кислотой. Фотометрическое определение Вi (30-41 мкг) проводили также с ксиленоловым оранжевым, применяя 0,04% - ный раствор в 0,08М HNO₃, по методу З. Марченко [1].

Данная методика была опробована в шламах карналитовых хлоратов магниевоего производства ОАО «Ависма» г. Соликамск Пермского края и дала положительные результаты.

Библиографический список

1. Марченко З., Фотометрическое определение элементов (перевод с польского И.В. Матвеевой и д.х.н. А.А. Немодрука) М.: МИР, 1971, с. 145-146.

О РАЗВИТИИ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ В Г. ПЕРМИ И ПЕРМСКОМ КРАЕ

Дегтев М.И.¹, Вихарева Е.В.²

¹ Пермский государственный национальный исследовательский университет,
Пермь, Россия

² Пермская государственная фармацевтическая академия, Пермь, Россия

Кафедра аналитической химии в Пермском университете была создана в августе 1932 года. На должность заведующего кафедрой был приглашен доцент Г.Г. Кобяк. В кратчайший срок ему удалось разработать не только учебный план развития кафедры, но и план научных исследований, оказание практической помощи производству, новостройкам города и области путем выполнения арбитражных анализов и исследований по производственным заданиям. Уникальным результатом кафедры явилось открытие ценных в промышленном отношении Краснокамских минеральных и сероводородных вод. Это открытие позволило создать всесоюзный курорт Усть-Качка – новую «Уральскую Мацесту» – на прекрасной реке Кама. В 1935 году на кафедре была открыта новая специализация «Аналитическая химия», что позволило готовить собственные кадры химиков-аналитиков. Были открыты новые лаборатории, их успешное развитие стало определяющим фактором создания научной школы химиков-аналитиков, у истоков которой стояли профессор Н.И. Кромер, доценты Ф.А. Кесслер и Г.Г. Кобяк. В 1949 году защитил кандидатскую диссертацию ассистент кафедры А.М. Шаврин, который впоследствии стал научным консультантом по спектральному анализу в городе и Пермской области. В 1951 году кандидатские диссертации защитили Г.Г. Кобяк и В.П. Живописцев, а в 1959 году – А.А. Минин. Признанием пермской школы химиков-аналитиков было открытие Пермским совнархозом в 1960 году отраслевой аналитической лаборатории при кафедре аналитической химии. В 1960-е годы на кафедре было защищено 10 кандидатских диссертаций. В 1965 году В.П. Живописцев, защитив докторскую диссертацию, стал заведующим кафедрой аналитической химии (1967 – 1990 гг.), и внес существенный вклад в повышение авторитета Пермской школы химиков-аналитиков. Им впервые были предложены трехфазные экстракционные системы для химического анализа, а также разработаны синтезы антипириновых и пиразолоновых красителей, которые стали широко использоваться на предприятиях Пермской области. В течение всех этих лет активно проводилась работа с кафедрой общей и аналитической химии медицинского института (ныне ПГМУ), заведующим которой был заслуженный деятель науки РСФСР, доктор химических наук С.И. Гусев. Его первые работы по изучению антипирина и амидопирина стали началом применения производных пиразолона в научных исследованиях кафедры аналитической химии Пермского университета. Наибольшую известность получили работы С.И. Гусева по синтезу и исследованию новых гетероциклических пиридил-, тиазол-, антипирил- и хинолилазосоединений, которые были предложены для экстракционно-фотометрического определения ионов Bi , Ga , In , Tl , Zn и Co . С.И. Гусевым было синтезировано более 50 новых гетероциклических азосоединений. Под его руководством подготовлено и защищено 20 кандидатов наук, опубликовано свыше 300 научных работ. С.И. Гусев, без сомнения, внес неоценимый вклад в развитие Пермской школы химиков-аналитиков, в поднятии её авторитета и престижа.

В 1937 году была создана кафедра аналитической химии в Пермском фармацевтическом институте (ныне ПГФА). Кафедра с момента образования по настоящее время прошла сложный путь развития. С 2009 г. её возглавляет профессор Вихарева Елена Владимировна, которая предложила основное научное направление кафедры – анализ лекарственных средств и их метаболитов в процессе биологической

деструкции. Одним из направлений этих исследований является поиск эффективных способов переработки лекарственных средств, не пригодных к медицинскому использованию, с целью получения новых биологически активных соединений. Другое направление связано с изучением метаболических путей биотрансформации лекарственных средств, что важно для понимания их поведения в окружающей среде и создания предпосылок для разработки инновационных технологий очистки сточных вод от фармполлютантов.

В 1960-е годы в Пермском политехническом институте также была открыта кафедра аналитической химии, заведующим которой был Павел Иванович Кристалев. Основной штат кафедры состоял из защитивших кандидатские диссертации аспирантов кафедры аналитической химии Пермского университета (М.Н. Челнокова, А.П. Липчина, И.С. Калмыкова). В течение небольшого срока (около 10 лет) под их научным руководством было защищено несколько кандидатских диссертаций. М.Н. Челноковой была подготовлена докторская диссертация по применению антипириновых красителей в аналитической химии. К сожалению, в 1970-е годы произошло объединение кафедр химико-технологического факультета ППИ и кафедры аналитической химии, не успев в полную силу заявить о себе, была объединена с кафедрой физической химии.

Кафедра аналитической химии Пермского университета провела Всесоюзную конференцию в 1974 году и Всероссийскую конференцию в 1980 году «Применение производных пиразолона в аналитической химии» с числом участников более двухсот человек. С 2001 по 2014 годы по указанной тематике кафедрой проведено 4 региональных научных конференций, 2 научные конференции для аспирантов и молодых ученых. В 1994 году кафедра перешла на многоступенчатый уровень образования и на сегодняшний день Пермская школа химиков-аналитиков успешно готовит бакалавров, специалистов, магистров и высококвалифицированных специалистов, работающих на разных должностях во многих регионах Российской Федерации.

СПОСОБ СЕЛЕКТИВНОГО И КОЛИЧЕСТВЕННОГО ВЫДЕЛЕНИЯ ИОНОВ Sc^{3+} ИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Дегтев М.И., Юминова А.А., Мельников П.В.

Пермский государственный национальный исследовательский университет
614990, Россия, г. Пермь, ул. Букирева, 15
email: anchem@psu.ru

При исследовании экстракции ионов металлов в расслаивающейся системе без органического растворителя *антипирин (АП) – сульфосалициловая кислота (ССК) – вода* выявлено количественное извлечение ионов скандия при $pH = 1,5-2,0$. В связи с этим представляло интерес определение Sc^{3+} в присутствии часто сопутствующих этому металлу редкоземельных элементов. Экстракция компонентов в расслаивающейся системе АП – ССК – H_2O проводилась в оптимальных для извлечения Sc^{3+} условиях: 0,6 моль/л АП, 0,3 моль/л ССК, 1,0 моль/л Na_2SO_4 . Предельное насыщение органической фазы (ОФ) ионами скандия достигается при его концентрации в системе $\geq 0,3$ моль/л, в ОФ скандий(III) переходит в концентрации 0,26 моль/л. При этом последняя становится густой и малоподвижной. Соотношение реагентов 2 : 1 обеспечивает достаточный для анализа объем ОФ, а концентрация высаливателя – количественное извлечение Sc^{3+} . Реагенты можно применять в виде твердых веществ или водных растворов с соответствующей концентрацией.

В качестве объекта для анализа выбрана проба скандий-иттриевого оксалатного производства, таблетка содержала 13,1 % скандия, 62,1% иттрия, обнаруженные примеси составили не более 3,56 мкг/г пробы (0,0004%). Разложение навесок измельченной пробы проводили в среде концентрированной HNO_3 , используя лабораторную микроволновую систему закрытого типа для высокотемпературной подготовки проб Mars 5. Давление в герметичных сосудах составляло 1,17 МПа; температура смеси – 200 °С. Разложение протекало в течение 25 мин. Далее содержимое автоклавов количественно переносили в мерную колбу. Отбирали аликвотную часть и изучали распределение ионов металлов в делительных воронках с учетом предварительной нейтрализации азотной кислоты и оптимальных условий расслаивания системы.

Анализ макроколичеств осуществлялся методом комплексонометрического титрования, для определения следовых количеств Sc^{3+} в водной фазе и Y^{3+} в органической воспользовались методом атомно-эмиссионного спектрального анализа с применением индуктивно-связанной плазмы. Скандий количественно переходит в органическую фазу расслаивающейся системы ($E(Sc)_{OF} = 99,53\%$), а иттрий остается в вводной фазе. Поскольку иттрий, как более основной ион металла, в этом диапазоне практически не извлекается ($E(Y)_{OF} = 0,52\%$), то становится возможным их эффективное разделение. Аналогичные результаты были получены и при экстракции 0,01 моль/л раствора Sc^{3+} в присутствии значительных количеств солей тербия, лантана, иттербия и гадолиния. Полутора кратный избыток соли Yb^{3+} , двукратный Y^{3+} , четырехкратный Tb^{3+} также не мешает селективному и количественному выделению скандия в органическую фазу системы АП – ССК – H_2O .

Данная методика была также применена при анализе шламов карналитовых хлоратов магниевое производства ОАО «Ависма» (г. Соликамск), которая дала положительные результаты на скандий. Шламы, кроме наличия микрограммовых количеств Sc^{3+} , содержали Y, Yb, Sm.

ВЛИЯНИЕ УРОВНЯ ЧИСТОТЫ РЕАКТИВОВ ДЛЯ РАЗЛОЖЕНИЯ ПРОБ, НА РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ (ВОД, ПОЧВ, ГОРНЫХ ПОРОД) АТОМНО-СПЕКТРАЛЬНЫМИ МЕТОДАМИ АНАЛИЗА.

Делятинчук Н.Н., Иванова А.Г., Горбачева А.С., Кузин А.И., Гринштейн И.Л., Минаков Д.А.

ООО «Аналит Продактс»,
199106, Санкт-Петербург, В.О., 26-я линия, д. 15, корпус 2, литера А, офис 9.08,
email: lab@analit-spb.ru

При определении элементного состава экологических проб в большинстве случаев необходима предварительная пробоподготовка (перевод аналита в удобную для анализа форму, устранение матричных влияний и т.д.). При этом, чаще всего пробу подвергают воздействию минеральных кислот (азотной, хлороводородной и плавиковой) и растворяют целиком или частично. В данной работе определен типичный перечень примесей, содержащихся в различных кислотах разных квалификаций и проведена оценка их количественного содержания. Проведена, также, оценка влияния примесей различных элементов, загрязняющих кислоты, на правильность получаемых результатов при определении элементного состава вод, почв и горных породах. Также, в работе представлены результаты очистки кислот от примесей различных элементов при однократной и двукратной отгонке без кипения с помощью разработанных авторами систем для перегонки и исследована скорость вторичного загрязнения кислот при различных условиях хранения. Дополнительная очистка кислот методом перегонки без кипения непосредственно перед выполнением предварительных стадий анализа позволяет существенно снизить величины ошибок, связанных с загрязнением определяемыми элементами анализируемых растворов (градуировочных, холостых и растворов проб).

Библиографический список

- ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия.
- ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия.
- ГОСТ 3118-77. Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.
- ГОСТ 14261-77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия.
- ГОСТ 10484-78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия.
- ТУ 2612-007-56853252-2010 Кислота фтористоводородная.

БИОАНАЛИЗ ТОКСИКАНТОВ НА ОСНОВЕ ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННЫХ
НАНОЧАСТИЦ

Дзантиев Б.Б.

Институт биохимии им. А.Н. Баха, Федеральный исследовательский центр
«Фундаментальные основы биотехнологии» РАН,
119071, Москва, Ленинский проспект, 33

Применение наноматериалов в качестве носителей для рецепторных молекул или детектируемых маркеров – интенсивно развивающееся направление современной аналитической химии. Их использование позволяет интегрировать возможности гомогенных и гетерогенных аналитических взаимодействий, включить в состав детектируемых комплексов метки, выявляемые в крайне низких концентрациях, реализовывать мультипараметрическую характеристику тестируемых проб и многостадийные процессы усиления аналитического сигнала. В сообщении представлены разработки аналитических систем с использованием наночастиц, функционализированных биорецепторными молекулами, и результаты их применения для определения токсикантов разных химических классов – пестициды, микотоксины, ветеринарные препараты, поверхностно активные вещества, тяжелые металлы.

На основании экспериментальных данных и анализа математических моделей определена связь между оптическими характеристиками наночастицы-маркера, аффинностью биорецепторных взаимодействий и теоретически возможным пределом детекции аналитических систем с их использованием. Предложен набор параметров для сравнительной оценки наночастиц как биоаналитических маркеров. Охарактеризованы преимущества флуоресцентных маркеров по сравнению с колориметрическими. Рассмотрены возможности применения магнитных наночастиц как маркеров и носителей для разделения реагентов в различных методах анализа.

Показано влияние состава и реакционной способности конъюгата наночастица – биорецептор на характеристики анализа. Предложены методики для оценки свойств синтезируемых конъюгатов. Сопоставлены препараты, получаемые с помощью адсорбционной, ковалентной и биоаффинной иммобилизации. Рассмотрены варианты усиления сигнала, основанные на формировании в ходе анализа агрегатов функционализированных наночастиц – наночастиц золота с разными иммобилизованными реагентами, сочетания наночастиц золота и магнетита.

Охарактеризованы возможности аптамеров – олигонуклеотидных рецепторов – в качестве альтернативы антителам в биоаналитических системах. Показана эффективность определения низкомолекулярных аналитов с использованием аптамеров и регистрации изменений анизотропии флуоресценции. Данный формат позволяет проводить тестирование без продолжительных инкубаций и разделения реагентов, детектируя специфические комплексы непосредственно в момент их образования.

Рассмотрены варианты одновременного определения нескольких соединений с использованием сочетания различных наночастиц-маркеров и/или формирования зон связывания разной специфичности.

Показано, что предлагаемые подходы обеспечивают снижение предела определения экотоксикантов разных классов на один-два порядка. Представлены результаты апробации разработанных методов экспрессного (10-20 минут) анализа для определения токсикантов в различных матриксах.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-58-00038).

МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЗЭ В ПОЧВАХ ШПИЦБЕРГЕНА

Дробужская С.В.¹, Новиков А.И.¹, Кашулина Г.М.²

¹ Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В.Тананаева ФИЦ КНЦ РАН, 184209, Апатиты, Академгородок мкр., 26 а

² Полярно-альпийский ботанический сад-институт им. Н. А. Аврорина РАН, 184209, Апатиты, Академгородок мкр., 18 а

В последние годы наблюдается заметное увеличение интереса к поведению редкоземельных элементов (РЗЭ) в различных природных системах, в том числе почвах. Поэтому важным является изучение миграции РЗЭ в почвах и их влияния на почвенные процессы и биологическую продуктивность растений. Редкоземельные металлы используются в качестве микроудобрений, имеются сведения о проявлении ими фунгицидных и бактериостатических свойств, однако их избыток становится опасным. В местах, обогащенных легкорастворимыми редкоземельными металлами, могут загрязняться грунтовые воды и растения. Существует необходимость в пополнении банка данных о содержании редкоземельных металлов в почвах.

Образцы грунта для анализа были отобраны на острове Шпицберген. Известно, что для определения РЗЭ необходимы достаточно чувствительные методы анализа и наиболее эффективным в данном случае следует рассматривать метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП МС), позволяющий определять все элементы на уровне ppb. Так как элементы в почве и почвообразующей породе могут входить в кристаллическую решетку минералов или находиться в почве в обменном состоянии, при разработке методики ИСП МС определения РЗЭ в почвах большое внимание уделялось способам разложения образцов. Для перевода РЗЭ в раствор были использованы жесткие условия. В итоге, учитывая, что в ряде случаев имелось ограничение массы анализируемых образцов, для разложения был выбран комбинированный метод: автоклавное микроволновое разложение царской водкой (система MW 4, Berghoff) и далее открытый кислотный способ (HF, HNO₃, HCl в соотношении 2:2:1) для разложения остатка. Масс-спектрометрические измерения проводили на приборе ELAN 9000 DRC-e (Perkin Elmer). Во время измерений контролировали массовую концентрацию бария в растворе для учета интерференций, в отдельном опыте проводили измерение интенсивности оксидов легких РЗЭ посредством измерения моноэлементных растворов для составления уравнений математической коррекции, их учитывали при определении тяжелых элементов.

Известно, что содержание РЗЭ зависит от гранулометрического состава: они накапливаются в илистой фракции с размером частиц менее 2 мкм, количество органического вещества и окислительно-восстановительные процессы влияют на различие в содержании РЗЭ. В почве РЗЭ малоподвижны, так как обладают высокой степенью адсорбции к компонентам почв, которая обуславливает их миграцию в составе коллоидов. Их подвижность возрастает в кислой среде, в слабощелочных условиях возрастает устойчивость комплексов РЗЭ с гуминовыми (фульвиновыми) кислотами. Массовая доля углерода в отобранных почвах Шпицбергена варьируется от 0,7 до 25 %. Минимальное содержание суммы РЗЭ находится на уровне 0,38 ppm, максимальное – 91,8 ppm. В большинстве образцов с концентрацией углерода свыше 10 %, массовая доля РЗЭ соответствует десяткам ppm и соотношение La/Сe изменяется от 0,5 до 1,5. Образцы с концентрацией углерода менее 10 % содержат, в основном, от 0,4 до 20 ppm РЗЭ и соотношение La/Сe снижается от 1,0 до 0,5 (преобладает 0,5). Концентрации Th, Sc и Y коррелируют с суммой редкоземельных элементов.

ОЦЕНКА ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ ТОКСИЧНЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ В ИМПАКТНОЙ ЗОНЕ МЕДНО-НИКЕЛЕВОГО КОМБИНАТА С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Дрогобужская С.В., Новиков А.И., Кременецкая И.П., Слуковская М.В.

Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В.Тананаева ФИЦ КНЦ РАН, 184209, Апатиты, Академгородок мкр., 26 а

Многолетний процесс поступления компонентов аэротехногенных выбросов на территорию в зоне влияния металлургических комбинатов приводит к глубокой деградации биогеосистем с образованием депрессивных зон, где самовосстановление невозможно даже при условии закрытия предприятия. Поступление и перераспределение токсичных металлов (ТМ) в окружающую среду необходимо учитывать не только при проведении мониторинга для оценки экологической нагрузки, но и при проведении работ, связанных с ремедиацией почвенных объектов. Поэтому, важны не только количества ТМ, но и их вещественные формы. Для оценки фазового состава ТМ определяли не только валовый состав, но и кислоторастворимые, водорастворимые и подвижные формы. После выщелачивания подвижной формы осадок обрабатывали согласно методике, предложенной Тессьером [1] (для торфяных почв методика была модифицирована). Использовали предположение – из почв последовательно извлекаются: 1) водорастворимые ТМ; 2) обменные катионы ТМ; 3) катионы ТМ, специфически сорбированные почвенными компонентами; 4) ТМ, связанные с органическими соединениями; 5) ТМ, связанные с оксидами/гидроксидами железа и марганца; 6) ТМ, прочно связанные в кристаллических решётках устойчивых минералов (остаточная фракция) [1]. Концентрацию элементов определяли методом масс-спектрометрии на приборе ELAN 9000 DRC-e (Perkin Elmer).

Таблица 1. Состав усредненной пробы техногенного грунта, мг/кг

Элемент	Ni	Cu	Co	Cr	Sn	Sb	V	Zn	As	Pb	Se	Cd
вал. содерж.	2344	5955	82,5	132	2,19	1,15	44,4	93,1	27,4	18,6	7,3	0,38
подв. форма	440	3200	3,1	7,2	0,06	0,20	0,4	4,1	2,2	6,0	2,1	0,10

Исследованные почвы содержат экстремально высокие концентрации приоритетных экотоксикантов импактной зоны медно-никелевого предприятия. Соотношение валовых и подвижных форм элементов приведено в таблице 1. Массовая доля наиболее мобильной водорастворимой формы составляет для меди 20 %, а для никеля, кобальта, цинка и марганца – порядка 40 %. Доли подвижных форм по отношению к валовому содержанию наиболее высоки для химических элементов антропогенного происхождения – меди (54 %), свинца (32 %), селена и кадмия (более 25 %), никеля и сурьмы (около 20 %).

Таблица 2. Результаты определения форм компонентов в техногенном торфе

Концентрация, мг/кг	Элемент						
	Cu	Ni	Co	Cr	Pb	Cd	Mn
в подвижной форме	3695	795	40	39	5	0,9	135
связанной с гидроксидами железа и марганца	1084	144	9	31	5	0,09	31
с органической фазой	1166	172	4	25	7	0,04	20
сумма всех форм	5945	1111	53	95	18	1,07	186

Результаты определения форм элементов в техногенно-загрязненном торфе приведены в таблице 2.

Библиографический список

1. Ладонин Д.В. Формы соединений тяжелых металлов в техногенно-загрязненных почвах // Автореферат ... докт. биол. наук. Москва. 2016. 42 с.

РАСПРЕДЕЛЕНИЕ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА РАСТВОРЕННОГО
ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА АРКТИЧЕСКИХ МОРЕЙ РОССИИ В СЕНТЯБРЕ
2015 И 2017 ГГ.

Дроздова А.Н.

Институт океанологии им. П.П. Ширшова Российской академии наук,
117997, Россия, Москва, Нахимовский проспект, д. 36

Растворенное органическое вещество (РОВ) природного происхождения является одним из наиболее важных компонентов морских экосистем, играющих ключевую роль в глобальном цикле углерода. Поскольку Арктика во многом определяет климат на Земле и при этом наиболее чувствительна к его изменениям, наблюдаемое в последнее время таяние богатой органическим веществом вечной мерзлоты несет значительные экологические риски. В связи с этим, регулярные наблюдения районов арктического шельфа и Северного Ледовитого океана имеют исключительную ценность. В последнее время широкое развитие при изучении происхождения и динамики РОВ получили оптические методы, прежде всего, молекулярная абсорбция и флуоресценция окрашенной фракции в УФ и видимом диапазоне.

Рассмотрены содержание растворенного органического углерода (РОУ) и особенности поглощения 140 образцов воды, отобранных в Карском и Восточно-Сибирском морях (2017 г) и в море Лаптевых (2015 и 2017 гг). Содержание РОУ определялось методом высокотемпературного сжигания. Спектры поглощения регистрировались в диапазоне 220 – 700 нм. На основании полученных спектров рассчитаны коэффициенты поглощения при 350 нм (a_{350}), индексы S_{uvb} и S_{uva} , характеризующие вклад автохтонного и терригенного ОВ, соответственно. На основании построенных карт распределения РОВ на разрезах от устьев рек Колыма, Индигирка и Хатанга к континентальному склону показано, что для большинства исследуемых районов Арктических морей высокое содержание РОУ связано с выносом терригенного РОВ со стоком рек. Это также подтверждается значениями солености образцов воды, типичными для зон смешения пресных и морских вод 1-32 psu. Для этих проб показана хорошая корреляция между a_{350} и РОУ. Кроме того, повышенные содержания РОУ были зафиксированы для нескольких проб воды, отобранных с придонных горизонтов в Восточно-Сибирском море. Для них характерно невысокое поглощение, а значение S_{uvb} свидетельствуют о преобладании в воде автохтонного ОВ.

Установлена хорошая корреляция между коэффициентом поглощения a_{350} и соленостью для всех проб. При этом угол наклона и точка пересечения с осью ординат прямой a_{350} – соленость различны для рассматриваемых эстуарных зон. На основании этих данных произведена оценка содержания РОУ в реках.

Показан консервативный характер распределения речного РОВ в шельфовых морях российской Арктики, выявлены районы, наиболее подверженные влиянию речных вод, а именно район дельты р. Лена, опресненный слой Карского моря, разрез р. Хатанга – континентальный склон.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-77-00053.

СОЧЕТАНИЕ МЕТОДА ЭРИАД С КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ РАСТВОРА В РЕЖИМЕ ON-LINE

Дьяченко А.А.¹, Галль Л.Н.¹, Галль Н.Р.²

¹ Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург, 190103, Россия,

² Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург, 194021, Россия, email: gall@ms.ioffe.ru

Повышение чувствительности анализа является наиболее сложной задачей для всех без исключения современных аналитических методов. Решение этой задачи особенно важно, когда необходим анализ сложных смесей, в которых присутствуют супертоксиканты с очень низкими ПДК. В таких случаях очень часто единственным методом получения надежной и достоверной информации являются методы масс-спектрометрии. Сложные приборные комплексы с предварительным разделением смесей (ГХ-МС, ХЖ-МС) решают большинство задач такого рода.

Однако существует класс задач, в которых необходим анализ элементов-супертоксикантов с ПДК меньше 1 ppb, причем они подлежат обнаружению независимо от того, в каких химических соединениях они представлены для анализа. В настоящее время для проведения элементного анализа наиболее мощным методом является метод ионизации в индуктивно-связанной плазме (метод ICP), однако всем, работавшим с этим методом, хорошо известны его ограничения, для низких концентраций приводящих к существенным ошибкам, особенно в области легких масс, например, при регистрации микроколичеств бериллия в сложных объектах пыли и почв окружающей среды. К указанным задачам анализа супертоксикантов близки и многие технологические задачи атомной энергетики, также требующие обнаружения сверхнизких концентраций в экспрессных анализах.

Для решения указанной проблемы был предложен и экспериментально опробован метод сочетания масс-спектрометрии ЭРИАД с on line концентрированием раствора хлорида бериллия. Использование для регистрации Ве масс-спектрометрии ЭРИАД, малогабаритной, не требующей высокочистых реактивов и помещений, не требующей высококвалифицированного обслуживания, и при этом, тем не менее, обеспечивающей высокую чувствительность, уже показано на специализированном для этой задачи масс-спектрометре МС-20. Для увеличения чувствительности был применен метод подвода раствора хлорида бериллия к узлу распыления ЭРИАД через пористый стеклянный капилляр, впаянный в стеклянный резервуар, наполненный сильным поглотителем воды. Путем подбора скорости прокачки раствора достаточно легко достигается концентрирование раствора в 10^3 раз, что позволяет при анализе бериллия надежно регистрировать диапазон ниже ПДК. Зависимость концентрирования от скорости прокачки достаточно линейна в пределах указанных трех порядков.

Библиографический список

1. А.Н.Баженов, Л.Н.Галль, А.А.Семенов, В.Н.Кудрявцев, А.В.Лизунов, И.Г.Лесина, Н.Р.Галль. Аналитические возможности детектирования следовых количеств бериллия с помощью масс-спектрометрии ЭРИАД; Атомная энергия, 2015, т.118, в.1, с. 34-37.

СОЗДАНИЕ ИММУНОХИМИЧЕСКИХ ТЕСТ-СИСТЕМ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНТИБИОТИКОВ

Еремин С.А.¹, Шанин И.А.¹, Козлова М.А.², Кострикина Е.С.³, Лебедин Ю.С.³

¹ Московский Государственный Университет имени М.В.Ломоносова, Химический факультет, Москва, 119991, Ленинские Горы, 1, email: eremin_sergei@hotmail.com

² ФГБУН Институт водных проблем РАН, Москва, ул. Губкина? 3

³ ООО «ХЕМА», 105264 Москва, 9-я Парковая ул., 48

С интенсивным развитием фармацевтической промышленности и увеличением объемов производства лекарств как для медицинских, так и для ветеринарных целей, неизбежно попадание лекарственных препаратов в продукты питания и окружающую среду, прежде всего, в природную и сточную воду. В настоящее время используется большое количество разнообразных антибиотиков, прежде всего хлорамфеникол, сульфамидные препараты, фторхинолоны, тетрациклины, пенициллины и другие вещества. Антибиотики являются одними из основных загрязнителей пищевых продуктов, а также вод. Так, например, в “Watch list” - список 17 веществ, которые необходимо контролировать в водах Европы, и «California Proposition 65 list of chemicals» - список веществ, которые влияют на безопасность питьевой воды, входят наряду с пестицидами и гормонам, такие антибиотики, как эритромицин, диклофенак, тетрациклин, хлорамфеникол и др. Определение какого-то одного антибиотика представляет текущий интерес, в тоже время для полноты картины надо определять широкий спектр антибиотиков разных химических классов. Такой скрининг является первым шагом в контроле остатков антибиотиков в большом количестве разнообразных образцов. Поэтому необходимы простые и быстрые методы определения. Одним из таких методов может быть иммуноферментный анализ (ИФА), в котором используются антитела – специфические распознающие реагенты. В работе показана возможность использования ИФА с достаточной чувствительностью и специфичностью на фоне реального органического и неорганического загрязнения вод, что дает возможность оценивать качество вод при загрязнении водных объектов различными антибиотиками. Эффективность использования ИФА для определения антибиотиков в воде не уступает доступной альтернативы хромато-масс-спектрометрическим методам. В ходе работы были получены необходимые иммунореагенты и созданы ИФА тест-системы с фотометрической и с хемилюминесцентной детекцией для определения основных антибиотиков.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, уникальный идентификатор проекта RFMEFI60417X0198 «Разработка автоматического анализатора и серии тест-систем для выявления нежелательных примесей, включая антибиотики и микотоксины, в пищевых и сельскохозяйственных продуктах методом хемилюминесценции».

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБОБЩЕННЫХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА
ПОДЗЕМНЫХ ВОД ЮГА ТЮМЕНСКОЙ ОБЛАСТИ

Ермакова Н.А., Фахрутдинова Л.К., Тагирова А.Н.
ФГАОУ ВО «Тюменский государственный университет»
625003, г. Тюмень, ул. Володарского, 6

В настоящее время возрастает роль использования подземных вод в качестве источника питьевого водоснабжения населения. В Тюменской области в рамках государственной программы "Недропользование и охрана окружающей среды" осуществляется постепенный переход на централизованное водоснабжение из подземных источников, реализуются мероприятия по поиску и оценке подземных источников водоснабжения с целью минимизации потребления населением поверхностной воды в связи с ее высоким загрязнением.

В данной работе представлены результаты определения обобщенных показателей химического состава природных вод типичных для региона источников централизованного и нецентрализованного водоснабжения, отличающихся природой и глубиной залегания водоносных слоев. Проведена оценка влияния химического состава образцов на качество результатов химического анализа исследованных подземных вод.

Анализ химического состава природных вод проведен по следующим обобщенным нормируемым показателям: водородный показатель, общая минерализация, жесткость общая, перманганатная окисляемость, фенольный индекс. Определены общая щелочность, органолептические свойства подземных вод, содержание общего, органического и неорганического углерода, азота, неорганических катионов и анионов. Используются стандартные методики потенциометрического, титриметрического, фотометрического, элементного анализа.

Установлено, что все исследованные образцы подземных вод относятся к пресным, гидрокарбонатным, кальциево-магниевым. Обнаружено превышение нормы предельно-допустимых концентраций по перманганатной окисляемости, содержанию железа и нитратов в колодезных водах, по общей жесткости, перманганатной окисляемости, содержанию железа, марганца, кремния, аммония в воде из артезианских скважин, марганца и кремния в водах родниковых источников. По органолептическим показателям только родниковые воды соответствуют установленным нормативам. Наблюдаются корреляции между жесткостью, содержанием кальция и магния, общей щелочностью, кислотностью, удельной электропроводностью, содержанием биогенных элементов и глубиной подземного источника.

Для оценки влияния химического состава образцов на качество результатов определения общей жесткости (ГОСТ 31954-2012) и перманганатной окисляемости (ГОСТ Р 55684-2013) подземных вод согласно РМГ 76-2014 использованы методы разбавления пробы, добавок и метод добавок совместно с методом разбавления. При двукратном и большем разбавлении пробы анализируемых подземных вод вид зависимости общей жесткости от степени разбавления соответствует классической зависимости аналитического сигнала при наличии постоянной систематической погрешности. На основании результатов проведенных исследований с использованием стандартных образцов жесткости и растворов магния показано, что систематическая погрешность относится к методическим погрешностям и вызвана изменением строения и спектральных характеристик комплекса ЭХЧТ-магний при разбавлении образца. Перманганатный индекс разбавленных образцов воды из артезианских источников изменяется закономерным образом. В колодезной воде при разбавлении пробы перманганатная окисляемость линейно увеличивается, что связано с высоким содержанием органических примесей.

ВОЗМОЖНОСТИ И ПЕРСПЕКТИВЫ ИММУНОСЕНСОРИКИ ДЛЯ
ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ В ОБЪЕКТАХ
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Ермолаева Т.Н., Фарафонова О.В., Карасева Н.А.

ФГБОУ ВО «Липецкий государственный технический университет»,
398055, Липецк, ул. Московская, д. 30

В настоящее время для повышения урожайности, а также защиты продукции от вредителей, болезней и сорняковых растений в сельскохозяйственном производстве широко применяются пестициды. Специалисты-токсикологи предупреждают о том, что пестициды являются канцерогенами, вызывают генные мутации, могут вызвать нарушения в центральной нервной системе, а также отрицательно влияют на иммунную систему человека и на его репродуктивную функцию. Из-за высокой токсичности пестицидов очень важно контролировать их содержание в объектах окружающей среды, а также растительной продукции, что стимулирует развитие новых высокочувствительных методов их определения. Наряду с высокочувствительными хроматографическими методами, широко применяющимися для определения пестицидов, существует повышенный интерес к развитию экспрессных, недорогих и надежных методов контроля содержания пестицидов в объектах окружающей среды с помощью биосенсоров различной природы, в том числе иммуносенсоров.

Иммуносенсоры представляют собой экспрессные, специфичные и рентабельные аналитические устройства, которые нашли применение в экологическом мониторинге для определения как индивидуальных токсикантов, так и суммарного содержания пестицидов близкого строения.

Основное внимание в докладе акцентировано на применении иммуносенсоров для анализа водных объектов окружающей среды и почвы, рассмотрены перспективы создания высокочувствительных и селективных сенсоров, показано, что характеристики сенсоров в значительной степени определяются структурой распознающего слоя. Представлены современные способы модифицирования поверхности сенсоров, повышающие надежность детектирования следовых количеств пестицидов, ковалентные и нековалентные способы иммобилизации иммунореагентов. Показано, что для достижения оптимальных характеристик сенсоров используются такие современные способы формирования распознающего слоя, как электрополимеризация, получение композитов на основе наночастиц металлов (наиболее часто золота) или оксидов металлов, аллотропных модификаций углерода (графен, углеродные нанотрубки), самоорганизованных монослоев или получение слоя золь-гель методом. Перечень использованных для определения пестицидов иммуносенсоров разнообразен, однако наибольшее применение находят амперометрические, импедиметрические, оптические и пьезоэлектрические иммуносенсоры. Возможности применения иммуносенсоров для анализа объектов окружающей среды продемонстрированы в виде таблиц, включающих аналитические характеристики определения пестицидов, такие как диапазон определяемых содержаний и предел обнаружения токсиканта.

В заключении обзора показано, что разработка и внедрение в аналитическую практику иммуносенсорных систем будет способствовать получению быстрой и качественной информации. Для организации систематического мониторинга присутствия пестицидов в объектах окружающей среды так же требуется развитие коммерческих систем контроля на основе иммуносенсоров, позволяющих проводить измерения не только в лабораторных, но и в полевых условиях.

ОЦЕНКА ПОВЕДЕНИЯ И МИГРАЦИИ НАНОЧАСТИЦ В ПОЧВАХ

Ермолин М.С.

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
119991, Россия, г. Москва, ул. Косыгина, д. 19
email: ermolin@geokhi.ru

На сегодняшний день применение нанотехнологий в сельском хозяйстве является перспективной тенденцией, направленной на повышение урожайности растений. Применение так называемых наноудобрений и нанопестицидов позволяет эффективно и «адресно» выполнять свою функцию, а также снизить количество химических препаратов, традиционно используемых в сельском хозяйстве. Изучение поведения и подвижности наноудобрений в почвах необходимо при оценке эффективности их использования. Поведение и подвижность синтетических наночастиц (НЧ) в почвах зависят от комплекса различных трансформаций, которые могут претерпевать НЧ, попадая в почву, например, агрегации, растворения, химических превращений и т.п. Известно, что поведение НЧ в почве зависит от её физических и химических свойств (например, гранулометрического и минерального состава, содержания органического вещества, pH и т.д.). Однако, поведение и подвижность НЧ в почвах также может зависеть от условий их внесения в почву (а именно концентрации НЧ), а также от внешних условий воздействия на почву, например, процессов смачивания и высыхания, что особо актуально для почв сельскохозяйственного назначения.

В настоящей работе при помощи проточной системы на основе микроколонки изучено влияние процессов смачивания/высыхания на поведение и подвижность в почве НЧ CeO_2 , ZnO и Cu , наиболее часто используемых в качестве потенциальных наноудобрений. В ходе исследования выявлено, что подвижность НЧ CeO_2 и ZnO в почве снижается с каждым последующим циклом смачивания/высыхания, что, вероятно, связано с образованием в процессе смачивания/высыхания водоустойчивых почвенных микроагрегатов, которые иммобилизуют НЧ CeO_2 и ZnO . Показано, что подвижные формы НЧ CeO_2 и ZnO в основном представлены агрегатами с минеральными НЧ почвы. Подвижность НЧ Cu , напротив, возрастает с каждым последующим циклом смачивания/высыхания, что связано с их растворением в почвенном растворе и последующей миграцией в виде ионов меди.

Также в настоящей работе изучена подвижность синтетических НЧ в зависимости от их концентрации в почве в диапазоне от 1 до 1000 мкг/г. Исследования проводили на примере НЧ CeO_2 и трех образцов чернозема. Показано, что при концентрациях НЧ CeO_2 в почве в диапазоне 10-1000 мкг/г лишь 0.1-0.2 % частиц остаются подвижными в условиях полного насыщения почвы водой. При концентрации менее 10 мкг/г подвижность НЧ CeO_2 в почве резко снижается. Таким образом установлено, что порядка 99.8 % НЧ CeO_2 остаются неподвижными в почве, что связано с процессами их гомо- и гетерагрегации.

В ходе исследования было выявлено, что минеральные НЧ почвы играют важную роль в транспорте синтетических НЧ. Кроме того, кинетика растворения НЧ в почве определяет их миграцию в ионной форме. Также было установлено, что процессы смачивания/высыхания приводят к иммобилизации малорастворимых синтетических НЧ в почве.

Исследования выполнены при поддержке РФФИ (проект № 17-73-10338).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОДУКТОВ ТРАНСФОРМАЦИИ НЕСИММЕТРИЧНОГО
ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА В ПОЧВЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В
СОЧЕТАНИИ С ВАКУУМНОЙ ПАРОФАЗНОЙ ТВЕРДОФАЗНОЙ
МИКРОЭКСТРАКЦИЕЙ

Жакупбекова А.А., Байматова Н.Х., Кенесов Б.Н.

Центр физико-химических методов исследования и анализа,
Казахский национальный университет имени аль-Фараби, г. Алматы, Казахстан
email: baimatova@cfhma.kz

Контроль концентраций продуктов трансформации несимметричного диметилгидразина (ПТ НДМГ) в почве является важным этапом в процессе мониторинга уровня загрязнения на местах падения тяжелых ракет-носителей. Наиболее простой метод определения ПТ НДМГ основан на парофазной твердофазной микроэкстракции (ПТФМЭ) в сочетании с газовой хроматографией (ГХ) [1]. Для снижения пределов обнаружения аналитов было предложено проводить ПТФМЭ под вакуумом [2]. Так как ввод почвы в вакуумированную вialу невозможен, для анализа почв была введена дополнительная стадия экстракции аналитов из образца водой [3]. Недостатком данного подхода является снижение точности анализа из-за протекания побочных процессов после добавления воды. Целью данной работы была разработка методики определения следовых концентраций летучих ПТ НДМГ в образцах почвы на основе вакуумной ПТФМЭ без предварительной экстракции водой. Вакуумирование было предложено проводить после ввода образца почвы в вialу и ее заморозки.

Данный способ вакуумирования позволил увеличить эффективность парофазной экстракции ПТ НДМГ из образцов песка в 2-41 раз. Заморозка вial с образцами при температуре -28°C позволяет предотвратить потери аналитов в процессе вакуумирования. Время преинкубации 30 мин позволило получить результаты с приемлемой точностью и воспроизводимостью (относительные стандартные отклонения менее 10%). Вакуумная ПТФМЭ при 40°C в течение 30 мин обеспечила оптимальное соотношение интенсивности и прецизионности откликов ПТ НДМГ из модельного образца песка.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Республики Казахстан (проект AP05133158).

Библиографический список

1. Bakaikina N. V., Kenessov B., Ul'yanovskii N. V., Kosyakov D.S. Quantification of transformation products of rocket fuel unsymmetrical dimethylhydrazine in soils using SPME and GC-MS // *Talanta*. – 2018. – Vol. 184. – P. 332–337.
2. Orazbayeva D., Kenessov B., Psillakis E., Nassyrova D., Bektasov M. Determination of transformation products of unsymmetrical dimethylhydrazine in water using vacuum-assisted headspace solid-phase microextraction // *Journal of Chromatography A*. - 2018. - Vol. 1555. - P. 30–36.
3. Orazbayeva D., Kenessov B., Zhakupbekova A. Quantification of transformation products of unsymmetrical dimethylhydrazine in aqueous extracts from soil based on vacuum-assisted headspace solid-phase microextraction // *Chemical Bulletin of Kazakh National University*. - 2018. - Is. 2. - P. 4–11.

ОСОБЕННОСТИ СОВМЕСТНОГО ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДОВ АТОМНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ ПРИРОДНЫХ ВОД, ГРУНТОВ И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ

Жмаева Е.В., Орлов С.В., Шнейдер Б.В.

ООО «Объединенный центр исследований и разработок»,
119333, Россия, г. Москва, Ленинский проспект, 55/1, стр. 2

Анализ объектов окружающей среды, при которых требуется определение низких содержаний одних элементов на фоне высокого содержания других (загрязненные природные воды, грунты, донные отложения) является сложной и многоплановой задачей. Задача еще более усложняется в случае, когда анализируемые материалы загрязнены нефтью и нефтепродуктами (НП), что происходит из-за грубых нарушений технологии добычи и переработки нефти, а также из-за аварийных ситуаций, приводящих к разливам (НП). Насыщенные, ненасыщенные и ароматические углеводороды, являющиеся основой НП, нередко вызывают образование стойких эмульсий на стадии экстракции, а присутствующие гетероциклические серо- и азотсодержащие органические соединения способны образовывать устойчивые комплексные соединения с металлами. Перечисленные факторы значительно усложняют процедуру пробоподготовки, и существенно ограничивают возможность использования химических методов определения элементов. В таких случаях наиболее эффективными оказываются физические методы, такие, как методы атомной спектроскопии: атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС), атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) и масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП), менее зависимые от форм нахождения элементов.

Первоначальный этап анализа – пробоподготовка, нередко связан с рядом трудностей, следствием которых является неполный переход анализируемого элемента в аналитическую форму. В данной работе проводили сравнительные исследования различных способов пробоподготовки грунтов и донных отложений для последующего определения в них элементов методами атомной спектроскопии. Было изучено влияние матричных элементов (Al, Si, Fe, щелочные и щелочноземельные металлы и др.) на определение низких содержаний тяжелых, цветных, щелочных и щелочноземельных металлов методами ААС, МС-ИСП и АЭС-ИСП.

Разработка комплексного подхода к определению элементов-токсикантов и супертоксикантов (As, Hg, Sb, Se и др.) в нефтезагрязненных природных водах, грунтах, донных отложениях проводилась как на реальных объектах, так и на модельных образцах.

В результате проведенных исследований:

1. Изучено влияние матричных элементов на микроэлементы на примере модельных образцов и разработаны способы для минимизации этих влияний.
2. Исследованы различные способы получения экстрактов грунтов и донных отложений, произведена сравнительная оценка степени извлечения экотоксикантов в зависимости от реагентов, используемых для этой цели.
3. Разработан комплексный подход для определения металлов в нефтезагрязненных природных водах, грунтах и донных отложениях, который заключался в обосновании выбора метода пробоподготовки и дальнейшего анализа в зависимости от набора определяемых элементов, диапазона их содержаний и вида анализируемого материала. Данный подход позволил ускорить выполнение анализа, снизить трудозатраты, и в ряде случаев – повысить точность определения ряда элементов.

ИЗУЧЕНИЕ МИГРАЦИИ РТУТИ АНАЛИТИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

Журкова И.С.

Институт геологии и минералогии им. В. С. Соболева СО РАН,
630090, Россия, г. Новосибирск, пр. Ак. Коптюга, 3

Лесные пожары приводят к выносу в атмосферу ряда химических элементов, в составе неорганических и органических соединений. Предметом изучения в рамках настоящей работы является ртуть и ее соединения. Ртуть может находиться в трех основных формах: элементарной ртути – Hg, неорганической ртути – Hg(I) и Hg(II) и органической – например, метил-, этил-, фенилртуть. Основное количество элементарной ртути содержится в земной коре и водах Мирового океана. Окисляясь на воздухе, Hg образует неорганические соединения, которые попадают в водоемы и почву с дождем, снегом, индустриальным и бытовым мусором. Соединения ртути попадают в окружающую среду и организмы также в результате сгорания топлива, техногенной деятельности и лесных пожаров.

При контакте с ртутью интоксикация происходит в основном через дыхательные пути, при потреблении загрязненных пищевых продуктов и питьевой воды, а также через кожу при купании в загрязненных водоемах [1]. В природных условиях наиболее распространены неорганические соединения двухвалентной ртути: Hg(II) – черная закись (Hg₂O), каломель (Hg₂Cl₂), хлорная ртуть (сулема – HgCl₂). Органические соединения ртути, как правило, отсутствуют во внешней среде, но более токсичны, чем неорганические, поскольку лучше растворяются в липидах и связываются с тиолсодержащими белками, что способствует их свободному проникновению в клетки. Органические формы ртути могут переходить в неорганические [2].

Цель работы определить поведение ртути при лесных пожарах и оценить ее распределение в продуктах горения. На первом этапе объектом исследования выбрана территория Караканского бора, где в 2006 году произошел пожар. Пробы растений отбирались на фоновой и горелой поверхностях ручным способом. Затем пробы высушивали и проводили стандартную подготовку (измельчение – квартование – взвешивание) к химическому анализу. Второй этап работы проходил в лабораторных условиях. Были получены продукты горения травы и определено содержание ртути в них.

Определение ртути проводилось в ЦКП Многоэлементных и изотопных исследований ИГМ СО РАН атомно-абсорбционным методом «холодного пара» с использованием амальгамации на золотом сорбенте. Использовался спектрометр фирмы «Perkin-Elmer» (США), модель 3030 В с ртутно-гидридной приставкой MHS-20. Предел обнаружения метода при навеске пробы 0,5 г составляет 0,010 +(-) 0,005 ppm.

Работа выполнена в рамках государственного задания № 0330-216-0011 и при финансовой поддержке гранта РФФИ в рамках научного проекта №18-35-00408 мол_a (аналитические исследования проведены в «ЦКП Многоэлементных и изотопных анализов ИГМ СО РАН»).

Библиографический список

1. Swain E. B. Socioeconomic consequences of mercury use and pollution / E. B. Swain, P. M. Jakus, G. Rice, et al. // *Ambio* – 2007. – Vol. 36, N 1. – P. 45–61.
2. Clarkson T. W. Mechanisms of mercury disposition in the body / T. W. Clarkson, J. B. Vyas, N. Ballatori // *Am. J. Ind. Med.* – 2007. – Vol. 50, N 10. – P. 757–764.

СОРБЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ПАРОВОЙ РТУТИ ИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АМАЛЬГАМАТОРОВ

Зайцев Д.А., Роева Н.Н., Воронич С.С., Гребенкин Н.Н., Воронич Н.С.

ФГБОУ ВО «Московский государственный университет пищевых производств»,
125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д.11

Среди контролируемых химических загрязнений атмосферы в последнее время большое внимание уделяется определению содержания в ней паров ртути. Этот интерес вызван тем, что Hg – один из самых токсичных элементов и имеет достаточно широкое распространение в окружающей среде как вследствие естественного процесса испарения ее из земной коры, выделения при разработке ртутных месторождений, так из-за её поступления из антропогенных источников, связанных с непосредственным использованием ртути в различных промышленных производствах, применением в сельском хозяйстве и т.д.

В воздушной среде ртуть находится, в основном, в паровой фазе. При этом аэрозольная ее часть составляет всего 1-5% от суммарного ее содержания в атмосфере. Поэтому для определения ее концентрации в воздухе целесообразнее всего определять паровую составляющую и использовать для этого сорбционное извлечение амальгаматорами – твердыми сорбентами из серебра или золота.

В данной работе авторами производился отбор проб с помощью пробоотборника – кварцевой трубки с внутренним диаметром 10 мм и длиной рабочей части 30 см, с небольшим пережимами, отделяющими рабочую часть, и заполненной серебром или золотом в виде сетки, ниток или крошки массой до 1 г, через которую прокачивался воздух. При этом пары вещества накапливались на сорбентах, после чего они доставлялись в лабораторию, нагревались до 160 °С, амальгама разрушалась и уловленная ртуть поступала на дальнейший анализ.

При этом авторами было установлено, что наиболее высокая степень извлечения паровой ртути из атмосферного воздуха была достигнута при использовании сорбента из серебра и при малых количествах этого металла в пробоотборной трубке имели место потери или «проскок ртути» до 23%. С учетом этого воздух прокачивался через 2 последовательно соединенные трубки со скоростью 1-2 л/мин в течение 20 минут. Исследования проводились в 3-х районах в г.Актобе (Казахстан) в 2016-2018 годах., в пределах 0,5-10 км от источника на различных направлениях, в том числе и под «факелом».

В заключении отметим, что авторами было установлено:

— полученные результаты по определению паров ртути в атмосферном воздухе существенно зависели от способа отбора проб, самих пробоотборников и используемых сорбентов;

— имел место проскок ртути на 2-ую трубку во всех вариантах исследования, величина которого зависела от используемого в кварцевой трубке металла и его количества.

МОНИТОРИНГ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ РОССИЙСКОЙ АРКТИКИ (2015-2017 Г.)

Запезалов М.А., Самсонов Д.П., Кочетков А.И., Пасынкова Е.М., Богачева Е.Г.
ФГБУ «НПО «Тайфун»,
249038, Россия, г. Обнинск Калужской обл., ул. Победы, 4
email: zapevalow@mail.ru

Актуальность проблемы загрязнения Арктического региона определяется тем, что экосистемы северных территорий крайне чувствительны к антропогенным воздействиям. К наиболее непредсказуемым и мало изученным процессам следует отнести влияние на экосистему арктического региона стойких органических загрязнителей (СОЗ), имеющих исключительно антропогенное происхождение. Из-за особенностей глобальной циркуляции воздушных потоков поступившие в атмосферу СОЗ концентрируются именно в полярных зонах земного шара, что несет глобальные риски воздействия на окружающую среду.

Мониторинг СОЗ в арктической зоне Российской Федерации является единственным объективным инструментом оценки эффективности Стокгольмской конвенции по СОЗ (2001), но, к сожалению, он не организован на системной основе и за последние 20 лет ограничивается разрозненными промежутками наблюдений в нескольких точках.

В 2015-2017 годах такой мониторинг силами ФГБУ «НПО «Тайфун» (г.Обнинск) был организован на двух полярных станциях Амдерма и Тикси. Работа выполнялась при финансовой поддержке Программы арктического мониторинга и оценки (АМАР).

Регулярные наблюдения за содержанием СОЗ проводили путем непрерывного активного отбора еженедельных проб атмосферного воздуха объемом около 10000 м³ с концентрированием аналитов на аэрозольные фильтры и специальные сорбенты по методике, принятой в международной практике. Все лабораторные исследования СОЗ проводили с применением современных методов анализа (хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения с изотопным разбавлением) на приборах последнего поколения (DFS HR и Agilent 7200 Q-TOF) в аккредитованной лаборатории «НПО «Тайфун» (г. Обнинск). Используемый метод позволил максимально достоверно идентифицировать аналиты (всего более 150 индивидуальных органических соединений), в число которых входят стойкие органические загрязнители, включенные в приложения Стокгольмской конвенции по СОЗ и определить их содержание на уровнях 0,01-0,1 пг/м³.

На основе обработки полученных данных получены статистически обеспеченные количественные оценки уровней концентраций СОЗ, для таких групп соединений, как ХОП, ПХБ, ПБДЕ, установлен сезонный фактор изменения концентраций СОЗ в атмосферном воздухе Российской Арктики. На основе индикаторных соотношений и температурной зависимости концентраций оценены возможные источники поступления СОЗ, роль первичных и вторичных источников загрязнения.

В атмосферном воздухе Российской Арктики идентифицированы все виды хлорорганических пестицидов, внесенных в приложения к Стокгольмской конвенции о СОЗ, в том числе, не применяемые и не производимые на территории РФ или СССР.

Очевидна целесообразность продолжения работ по мониторингу СОЗ в Арктической зоне РФ в условиях ускоренного промышленного развития этого региона и изменений климата. Оба этих фактора с большой долей вероятности приведут к изменению современных уровней СОЗ в окружающей среде и перераспределению уже накопленных запасов СОЗ.

ПРОБООТБОР И АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПЛЕНКАХ НА ПОВЕРХНОСТИ ПРИРОДНЫХ ВОД

Зуев Б.К.^{1,2}, Грибова Е.Д.¹, Полотнянко Н.А.¹, Фадейкина И.Н.¹

¹ ГБОУ ВО МО Государственный «Университет «Дубна»,
РФ, Московская обл., г. Дубна, ул. Университетская, д.19

² Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
РФ, г. Москва, ул. Косыгина, д. 19

Для оценки степени техногенной нагрузки на природные водные объекты необходимо своевременное получение информации о составе загрязнений окружающей среды. Методы контроля нефтепродуктов в виде пленок на поверхности воды должны отвечать следующим требованиям: определять толщину пленки; выявлять и идентифицировать источники поступления нефтепродуктов; исследовать процессы трансформации органических веществ в поверхностном микрослое воды.

Из-за массовых выбросов нефтепродуктов в природные водоемы, актуальным является разработка способа их пробоотбора с водной поверхности с последующим качественным и количественным аналитическим определением органических веществ, формирующих пленку.

В данной работе использовался принципиально новый метод пробоотбора органических смесей, находящихся на границе раздела фаз вода-воздух в виде пленок, на основе зонда-пробоотборника, выполненного в виде полого цилиндра из инертного материала. Детальное описание зонда и процедуры отбора пленок представлено в [1]. Для апробации заявленного способа были проведены экспериментальные исследования по отбору проб чистых органических веществ, модельных смесей, а также реальных многокомпонентных смесей на примере наиболее распространенных нефтепродуктов - бензинов. Многочисленные эксперименты по пробоотбору пленок различного состава с водной поверхности позволили в дальнейшем доработать первоначальную модель зонда [2].

После пробоотбора использовали два подхода анализа плёнки, перенесённой на внутреннюю поверхность зонда. Первый способ основан на смывти пленки с пробоотборника. Последующий анализ растворителя на содержание в нём органических веществ выполняли с помощью ИК-спектрометрии, хроматографии, хромато- и масс-спектрометрии, а также методом окситермографии [3]. При втором подходе к определению органических веществ, входящих в состав плёнки, перенесённой на внутреннюю поверхность зонда, использовали прямой экспресс-метод анализа – окситермографию.

Полученные данные показывают возможность применения заявленного способа пробоотбора для последующего анализа пленок нефти и нефтепродуктов с водных поверхностей природных водоемов, поэтому в будущем он может быть использован для идентификации источников загрязнения водной среды и изучения процессов трансформации пленок нефтепродуктов.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 17-03-00854.

Библиографический список

1. Зуев Б.К. и др. Способ для отбора пленок нефти и нефтепродуктов с поверхности воды и устройство для его осуществления. Патент РФ № 2604843. 2016.
2. Зуев Б.К. и др. Устройство для отбора плёнок нефти и нефтепродуктов с поверхности воды. Патент РФ № 2679232. 2019.
3. Зуев Б.К. Способ окситермографии. Патент РФ № 2411509. 2011.

МЕТОД ГХ-МС/МС КАК СПОСОБ КОНТРОЛЯ ПАУ В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ НА СЛЕДОВОМ УРОВНЕ КОНЦЕНТРАЦИЙ

Изосимова О.Н., Гориков А.Г.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Лимнологический институт Сибирского отделения Российской академии наук, 664033, Россия, г. Иркутск, ул. Улан-Баторская, д. 3, а/я 278

Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) включены Стокгольмской конвенцией (2001) в ряд стойких органических загрязняющих веществ (СОЗ). Из сотен ПАУ, обнаруженных в объектах окружающей среды, для системы контроля в качестве приоритетных выбраны 16 соединений. В зависимости от сложности матрицы анализируемых проб и уровня содержания в них аналитов разработаны различные методики определения ПАУ с применением методов ВЭЖХ или хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС). При определении ПАУ в воде разделение выделенных фракций полиаренов методом ВЭЖХ проводят на ОФ сорбентах, использование которых предполагает смену растворителя (экстрагента, как правило, *n*-гексана) в образце, вводимом в хроматограф, на полярный органический модификатор подвижной фазы (метанол, ацетонитрил). Стадия смены растворителя, отсутствие внутренних стандартов определяют, очевидно, низкий уровень точности результатов определения при содержании ПАУ не менее, чем 20 нг/л ($\delta = 45\text{--}65\%$; ПНД Ф 14.1:2:4.70-96; РД 52.44.590). Включение в методики метода ГХ-МС (ISO 28540:2011) дает возможность повысить точность определения приоритетных ПАУ ($\delta = 25\%$) и снизить нижнюю границу диапазона определяемых концентраций до 10 нг/л в поверхностных водах.

В пробах воды, собранных в чистых фоновых районах, фракция ПАУ представлена преимущественно «легкими» полиаренами, например, в озере Байкал суммарное содержание ПАУ оценено диапазоном от 9.0 до 40 нг/л, в котором доля нафталинов достигает 50-80%. Подготовка для анализа подобных проб должна учитывать возможные потери «легких» полиаренов на стадии концентрирования экстрактов, вследствие их высокой летучести, а также чистоту используемых экстрагентов. Следует отметить, что идентификация аналитических и (или) подтверждающих ионов ПАУ при содержании аналитов на следовом уровне концентраций характеризуется низкой надежностью, так как высота их пиков сопоставима с уровнем фона. Причем интенсивность пиков мешающих и сопутствующих компонентов, как правило, возрастает при концентрировании экстрактов, получаемых при обработке проб больших объемов (до 1 л), учитывая высокую летучесть «легких» ПАУ. Поэтому применение метода ГХ-МС с детектированием в режиме мониторинга выбранных ионов для определения ПАУ на следовом уровне концентраций не отвечает цели проводимого анализа.

Нами разработана методика определения ПАУ в воде на следовом уровне концентраций (< 10 нг/л) с применением метода ГХ-МС/МС. Выбор соответствующих MRM переходов при детектировании в режиме мониторинга заданных реакций решает проблему надежности идентификации аналитических пиков и снижает нижнюю границу определяемых концентраций до 0.1-1.0 нг/л, причем ее значение зависит от чистоты используемого экстрагента. Подготовка проб воды основана на однократной экстракции аналитов в *n*-гексан ($V_{\text{пробы}} = 0.1$ л) с извлечением аналитов на уровне $\sim 80\%$ и прямом анализе экстрактов. Внутрिलाбораторная прецизионность (σ_R) определения ПАУ оценена 15-20% для индивидуальных ПАУ.

Исследование выполнено в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ (проект № 0345-2019-0008) на оборудовании

ЧЕРНОВИК

ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ИОНОВ СВИНЦА (II) И КАДМИЯ (II) НА УГЛЕРОДНО-МАГНИТНОМ МАТЕРИАЛЕ ДЛЯ ИХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Иманова Дж.Р., Азизов А.А., Алосманов Р.М.

Бакинский Государственный Университет, химический факультет
AZ 1148, Баку, ул. З. Халилова, 23

Воздействие тяжелых металлов на окружающую среду является хорошо известным фактором риска для здоровья человека, а также вредит растениям и животным. Среди тяжелых металлов, свинец и кадмий, чрезвычайно токсичны для людей и животных даже при очень низких концентрациях, в то время как медь, никель и цинк играют важную роль в ряде биохимических процессов, а их соединения обладают бактерицидной активностью. Однако, в избытке и эти металлы могут вызывать различные хронические расстройства у людей. Окружающая среда рассматривается в качестве основного источника воздействия свинца и кадмия на человека. Поэтому мониторинг свинца и кадмия в пробах окружающей среды очень важен для обеспечения качества здоровья человека [1-3].

В настоящей работе углеродно-магнитный материал (УММ) был использован для магнитной твердофазной экстракции свинца (II) и кадмия (II) из образцов природной воды перед их атомно-абсорбционным спектрометрическим определением в пламени с микроотбором проб. УММ был приготовлен в несколько этапов. Сначала, реакцией окислительного хлорфосфорилирования бутадиевого каучука при помощи PCl_3 в присутствии кислорода, в соответствии с известной методикой был синтезирован фосфорсодержащий полимер (ФСП) [4]. Затем, методом ионного обмена был получен ФСП с ионами железа и, далее, проведена термическая обработка этого образца с подъемом температуры до $850\text{ }^\circ\text{C}$ в потоке синтетического воздуха. Структурные и морфологические характеристики УММ были установлены методами ИК-спектроскопии, сканирующей электронной микроскопии, атомно-силовой/магнитно-силовой микроскопии и рентгенофазовым анализом. В качестве хелатообразующего агента в твердофазной экстракции был использован 2-(5-бром-2-пиридил-азо)-5-диэтиламинофенол.

Разделение хелатов свинца (II) и кадмия (II), адсорбированных в виде 2-(5-бром-2-пиридил-азо)-5-диэтиламинофенола на УММ, из водного раствора легко достигается приложением внешнего магнитного поля при помощи постоянного магнита. Важные аналитические факторы, регулирующие эффективность экстракции, такие как pH, количество адсорбента, концентрация и объем элюента, объем лиганда и объем образца, были исследованы и оптимизированы. Влияние компонентов матрицы также было исследовано. Предел обнаружения свинца и кадмия составил 2,7 и 1,1 мг/л соответственно. Точность предлагаемого метода была подтверждена анализом сертифицированных эталонных материалов и воды. Метод успешно применен для определения содержания свинца и кадмия в пробах воды.

Библиографический список

1. M. Yaman and A. Sasmaz. Spectrosc. Spectral Anal., 2013, 33, 1.
2. S. Vellaichamy and K. Palanivelu. J. Hazard. Mater., 2011, 185, 1131.
3. M. Tuzen and M. Soylak. Food Chem., 2007, 101, 1378.
4. Р.М. Алосманов, А.А. Азизов, А.М. Магеррамов. Журнал общей химии, 2011, 81, 1129-1131.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИД- И СУЛЬФАТ-ИОНОВ В ВОДЕ
ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

Каменцев М.Я., Москвин Л.Н., Якимова Н.М.

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии,
198904, Санкт-Петербург, Петродворцовый район, Университетский проспект, д. 26.

Одной из актуальных экоаналитических задач в атомной энергетике является определение содержания коррозионно-активных микропримесей, в частности, хлорид- и сульфат-ионов, в воде высокой чистоты (ВВЧ). Увеличение содержания указанных аналитов приводит не только к увеличению коррозии, но и к попаданию в окружающую среду, как указанных аналитов, так и продуктов коррозии.

К перспективным методам определения содержания микропримесей хлорид- и сульфат-ионов в ВВЧ относится капиллярный электрофорез. По сравнению с методом ионной хроматографии капиллярный электрофорез обладает рядом преимуществ, таких как экспрессность, экономичность, малый расход реактивов и генерация отходов, а также универсальность. Основным ограничением метода капиллярного электрофореза при прямом определении хлорид- и сульфат-ионов является недостаточная чувствительность фотометрического детектирования, однако есть возможность увеличения чувствительности за счет применения on-line концентрирования.

Разработана методика определения хлорид- и сульфат-ионов в воде высокой чистоты методом капиллярного электрофореза с on-line концентрированием по механизму HC-FASI (Head-columnfieldsampleinjection; ввод пробы с усилением поля с «водяной пробкой»). Для косвенного фотометрического детектирования использован фоновый электролит, содержащий 10 мМ хромат-ионов, 30 мМ бис-(2-гидроксиэтил)-амина и 2 мМ гидроксида гексадецилтриметиламмония. Длина волны детектирования 254 нм. Напряжение на концах капилляра -17 кв, температура 20°C. Для повышения точности определения использован метод внутреннего стандарта, в качестве которого выбран бромид-ион. Предел обнаружения хлорид- и сульфат-ионов равен 0,3 мкг/л. Диапазон определяемых содержаний обоих аналитов составил 1 – 50 мкг/л. Время одного анализа 4–5 минут.

НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ОРГАНИЧЕСКИХ АМИНОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ С OFF-LINE И ON-LINE КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ

Каменцев М.Я., Москвин Л.Н., Якимова Н.М., Малинина Ю.

Санкт-Петербургский Государственный Университет, Институт химии,
Санкт-Петербург, Университетский пр., 26, email: mkamencev@yandex.ru

Благодаря целому ряду достоинств, таких как экспрессность, универсальность и доступность метода, сфера применения капиллярного электрофореза в области экологического и санитарного контроля постоянно расширяется. Универсальность и гибкость метода делает капиллярный электрофорез удобным инструментом для решения новых аналитических задач, в т.ч. для определения широкого перечня аналитов, не обеспеченных доступными большинству лабораторий методами контроля. В частности, обширный список органических аминов, нормируемых в питьевых и природных водах, не имеет рекомендованных методов контроля или предлагаемые методы недоступны рядовым экологическим лабораториям.

В ряде случаев использование приемов on-line концентрирования, таких как самоиндуцированный изотахофорез (tITP), стэкинг большого объема (LVSS), и их сочетаний позволяет напрямую определять широкий перечень алкил- и алканоламинов C1-C9 в водных средах методом капиллярного электрофореза на уровне вплоть до единиц мкг/л без подготовки пробы [1,2]. Одним из направлений дополнительного расширения возможностей метода капиллярного электрофореза является сочетание методов on-line и off-line концентрирования, позволяющее применять метод для определения аналитов с низкими ПДК, в т.ч. в пробах со сложной матрицей, таких как сточные воды. Одним из примеров служит одновременное определение метиламина, диметиламина, этиламина, н-пропиламина, изопропиламина, н-бутиламина, изобутиламина, трет-бутиламина, диэтиламина и триэтиламина в питьевой и сточной воде методом капиллярного электрофореза после отгонки с водяным паром [3].

Одним из путей дальнейшего совершенствования метода может быть сочетание on-line концентрирования с современными микроэкстракционными методами off-line концентрирования, такими как парофазная микроэкстракция в каплю. Данный подход был в частности использован для определения метиламина, диметиламина, триметиламина, этиламина, пропиламина, изопропиламина и диэтиламина в питьевой воде на уровне 3 мкг/л методом капиллярного электрофореза с изотахофоретическим on-line концентрированием после парофазной микроэкстракции.

Авторы выражают благодарность Российскому Научному Фонду. Грант №16-13-10117.

Библиографический список

1. Malinina J., Kamencev M., Tkach K., Yakimova M., Kuchumova I., Moskvina L. Large-volume sample stacking for the analysis of low molecular mass amines in steam water by CE using novel highly absorbing probe for indirect UV detection // *Microchemical Journal*. 2018. V. 137. P. 208.
2. Malinina Yu., Kamencev M.Ya., Moskvina L.N., Yakimova N.M., Kuchumova I.D. Determination of alkyl- and alkanolamines in drinking and natural waters by capillary electrophoresis with isotachopheric on-line preconcentration // *Journal of Analytical Chemistry*. 2017. V. 72. P.1239.
3. Kamencev M. Ya., Moskvina L.N., Malinina Yu., Yakimova N.M., Kuchumova I.D. Determination of alkylamines in aqueous media by capillary electrophoresis // *Journal of Analytical Chemistry*. 2016. V. 71. P. 912.

СВЕРХСШИТЫЕ МЕМБРАННЫЕ ПОЛИМЕРЫ – ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ
ОБРАЩЕННОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

*Канатьева А.Ю., Алентьев Д.А., Королев А.А., Ширяева В.Е., Попова Т.П.,
Курганов А.А.*

ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени Институт нефтехимического синтеза им.
А.В. Топчиева Российской академии наук,
119991, Россия, Москва, Ленинский проспект, 29, email: kanatieva@ips.ac.ru

Сверхсшитые гидрофобные материалы на основе полистирола или 4-винилпиридина находят широкое применение в промышленных сорбционных технологиях и в хроматографии в качестве перспективных сорбентов. Их преимущество состоит в высокой сорбционной активности и способности набухать в любых жидких и даже в некоторых газообразных средах независимо от их термодинамического сродства к полимеру. Кроме того, сверхсшитые полимеры термически стабильны до 300 °С, причем их термостабильность не зависит от степени сшивки [1]. Таким образом, дополнительная сшивка мембранных полимеров, которые являются перспективными неподвижными фазами для ГХ, но при этом имеют невысокую термическую стабильность, могла бы решить проблему создания высокопроницаемых термически стабильных полимерных неподвижных фаз для ГХ. Поли(3-(трибутоксисилил) трициклононен-7) (Рис. 1), использованный в качестве тестового полимера, был помещен в кварцевый капилляр в качестве неподвижной фазы и исследован методом обращенной газовой хроматографии с точки зрения термической стабильности и сорбционных свойств. Величины энтальпии сорбции для углеводородов C₁ – C₄ изменялись в диапазоне от -28 до -37 кДж/моль и оставались практически постоянными после двустадийного прогрева до 170°С и 200°С в течение 7 часов.

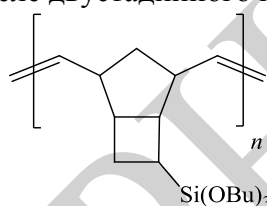


Рисунок 1. Структурная формула поли(3-(трибутоксисилил) трициклононена-7), использованного для получения сверхсшитого полимерного слоя

В противоположность углеводородам, энтальпия сорбции спиртов росла после каждой стадии прогрева, что косвенно свидетельствует о термическом разложении полимера, в результате чего в структуре, вероятно, появляются гидроксильные группы, приводящие к увеличению энтальпии сорбции и удерживания полярных соединений. Величина падения энтропии для спиртов также увеличивалась, например, для этанола практически в два с половиной раза от -33 до -87 Дж/моль К, что также подтверждает предположение о появлении на поверхности полимера полярных групп.

Сшивку полимера проводили непосредственно в колонке под действием 1% р-ра NH₄OH в ТГФ в течение 24 ч. В результате происходил гидролиз бутоксильных групп с образованием групп ≡Si-O-Si≡. Полученный полимер обладал большей полярностью по сравнению с исходным (определена по шкале Роршнайдера) при сохранении способности к разделению углеводородов. Интересно отметить, что термическая стабильность полимера практически не изменялась после однократной процедуры сшивки, однако росла после повторной процедуры в течение 24 ч.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (Грант № 19-03-00040).

Библиографический список

1. Н. П. Платонова, А. К. Буряк, А. В. Ульянов, В. М. Шарапов, З. К. Блинникова. Изучение химии «поверхности» сверхсшитых полистиролов газохроматографическим и масс-спектрометрическим методами. Конденсированные среды и межфазные границы, 2012, Т. 14, № 2, С. 224—228.

МИНИ-ПО ДЛЯ РАСШИФРОВКИ ХРОМАТОГРАММ, ПОЛУЧЕННЫХ В РЕЖИМЕ МУЛЬТИПЛЕКСНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Канатьева А.Ю.¹, Губко М.В.², Милосердов О.А.², Курганов А.А.¹

¹ ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева Российской академии наук,

119991, Россия, г. Москва, Ленинский проспект, 29, email: kanatieva@ips.ac.ru

² ФГБУН Институт проблем управления им. В.А. Трапезникова Российской академии наук,

117997, Россия, г. Москва, ул. Профсоюзная, д. 65, email: mgoubko@mail.ru

Мультиплексная газовая хроматография является альтернативой последовательным разделением однотипных проб. Однако последовательные разделения становятся невозможными, если длительность анализа превышает частоту ввода проб, поскольку при использовании последовательного разделения ввод каждого следующего образца может осуществляться не ранее, чем заканчивается разделение предыдущего. Решает эту проблему мультиплексная газовая хроматография. Цель работы заключается в создании алгоритма поиска сигналов сорбатов при получении данных в режиме мультиплексной хроматографии. Хроматографические эксперименты проводили с использованием газового хроматографа Shimadzu GC-2010, детектор ПИД, колонка ПДМС, 60м x 0,25мм x 0,25мкм, газ носитель гелий, температура колонки 50⁰С. Предлагаемое ПО позволяет работать с файлами хроматограмм, выделяя в потоке данных пики, соответствующие одному и тому же веществу и отслеживать изменения концентраций компонентов смеси с течением времени. В качестве исходных данных для работы программы необходимы: 1) хроматограмма смеси в цифровом виде; 2) частота ввода пробы; 3) единичная хроматограмма смеси – реальная или модельная.

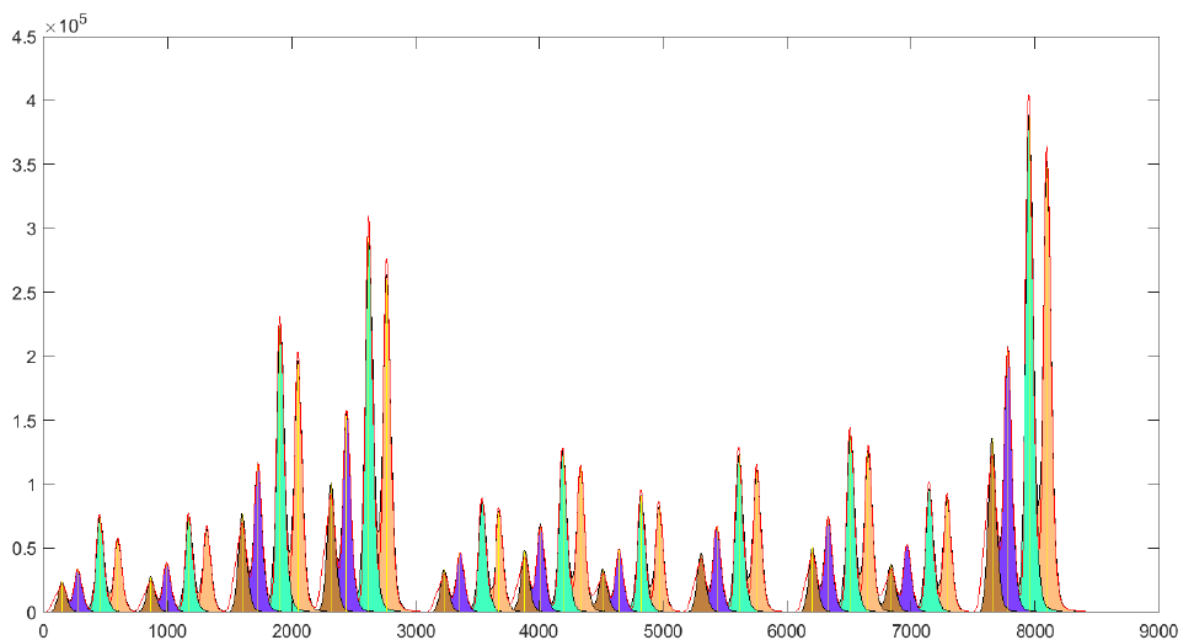


Рисунок 1. Хроматограмма, после обработки ПО. Цветом отмечены пики, соответствующие одному и тому же веществу в составе смеси.

Работа выполнена в соответствии с планом научных исследований ИНХС РАН с использованием оборудования центра коллективного пользования ИНХС РАН.

ПОЛИ (ОЛИГОЭТИЛЕНДИААКРИЛАТЫ) В КАЧЕСТВЕ СТАЦИОНАРНЫХ ФАЗ
ДЛЯ КАПИЛЛЯРНОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Канатьева А.Ю., Ширяева В.Е., Королев А.А., Курганов А.А., Попова Т.П.
ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени Институт нефтехимического синтеза
им. А.В. Топчиева Российской академии наук,
119991, Россия, г. Москва, Ленинский проспект, 29
email: kanatieva@ips.ac.ru

Широкое использование в капиллярной газовой хроматографии стационарных фаз на основе ПЭГ связано, прежде всего, с уникальной способностью этой фазы при разделении ВТЕХ смеси (смесь бензол, толуол, этилбензол и изомерные ксилолы) и подобных объектов, которые трудно разделить на силиконовых фазах. Введение в структуру ПЭГ акрилатных фрагментов позволяет понизить полярность стационарной фазы и, в то же время, провести для нее 100% сшивку. Это проявляется как в селективности разделения сорбатов, так и в эффективности колонок.

Свойства приготовленных и исследуемых колонок приведены в таблице.

№	Молекулярная масса мономера	Число звеньев ПЭГ	Инициатор полимеризации	Фактор удерживания k	Проницаемость $K_v * 10^{10}$	Толщина пленки	Оптимальное давление $P_{i, opt}$	ВЭТГ колонки в минимуме $H_{min} * 10^4$
	Da				m^2	мкм	атм	м
1	575 ¹⁾	8.4	АИБН	2.26	7.70	0.23	1.62	4.60
2	700 ¹⁾	13.3	АИБН	2.75	7.58	0.26	1.84	3.68
3	700 ¹⁾	13.3	ПДК	2.86	7.78	0.27	1.71	4.91
4	700 ^{1,3)}	13.3	АИБН	2.69	7.66	0.25	1.69	4.60
5	10000 ¹⁾	230	АИБН	2.83	7.61	0.27	2.03	2.61
6	20000 ¹⁾	462	АИБН	4.55	7.81	0.43	2.01	2.55
7	20000 ¹⁾	462	ПДК	4.42	7.81	0.42	1.96	2.69
8	20000 ²⁾	465	ПДК	2.59	8.83	0.24	1.86	4.36

1. (олигоэтиленгликоль) диакрилат

2. ПЭГ 20М

3. в полимеризационную смесь был добавлен пороген – н-додеканол

Основная идея использования олиго(этиленгликольдиакрилатов) для приготовления стационарных фаз для ГХ заключалась в легкости сшивания нанесенных олигомеров обычными для полимерной химии методами. Как известно, сшивание полимеров, обычно, приводит к повышению их термостабильности, что было подтверждено и в проведенном исследовании. Также показано, что новые стационарные фазы, приготовленные с олигомерами молекулярного веса от 10 кДа и выше, не уступают традиционным фазам на основе ПЭГ.

Работа выполнена в соответствии с планом научных исследований ИНХС РАН с использованием оборудования центра коллективного пользования ИНХС РАН.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕСТИЦИДОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ

Канашина Д.Л., Тимофеева И.И., Булатов А.В.

ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет», Институт химии,
198504, Россия, Санкт-Петербург, Петергоф, Университетский пр., 26,

В настоящее время сельское хозяйство практически невозможно представить без использования пестицидов. Избыточное и несбалансированное применение пестицидов приводит к загрязнению природной среды. Наличие пестицидов в природных водах способно оказывать пагубное влияние не только на биоту, но и на здоровье человека, провоцируя аллергические реакции и отравления, а также онкологические заболевания. Поэтому одной из важнейших задач «зелёной» аналитической химии является разработка простого высокочувствительного, быстрого и экологически безопасного способа определения пестицидов в природных водах.

В данной работе был разработан новый вариант мицеллярного микроэкстракционного выделения и концентрирования пестицидов. Пробоподготовка основана на экстракции аналитов в мицеллярную фазу смешанного ПАВ, образованного *in situ* смесью первичного амина и высшей карбоновой кислоты. Разделение фаз осуществляется за счёт добавления высаливающего агента. Разработанная схема мицеллярной микроэкстракции в комбинации с чувствительным инструментальным методом определения ГХ-МС была применена для определения диазинона, байлетона, байтана и бифентрина в природных водах. Разработанный метод характеризуется высокой чувствительностью, экспрессностью, простотой выполнения, использованием нетоксичных экстрагентов.

Авторы выражают благодарность Российскому фонду фундаментальных исследований за финансовую поддержку (18-33-01176_мол_a).

НОВЫЙ СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФИДОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ

Каранди И.В., Кутаева Д.Х., Буяновская А.Г.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт элементоорганических соединений им. А.Н.Несмеянова
Российской академии наук (ИНЭОС РАН)
Москва, ул. Вавилова, д. 28
email: margaret@ineos.ac.ru

Сульфиды являются важным компонентом природной воды. Находясь в виде растворённого сероводорода, HS^- и S^{2-} ионов, они участвуют в образовании осадков тяжёлых металлов в различных биохимических процессах. Высокая токсичность сероводорода в природной воде (ПДК=0,05 мг/л) делает его обнаружение на этом уровне весьма затруднительным. Одним из распространённых реагентов для фотометрического определения сульфид-ионов является диметил-п-фенилендиамин (п-ФДА). Фотометрический метод определения сероводорода с п-ФДА основан на их взаимодействии в кислой среде с образованием серосодержащего соединения, которое под действием Fe^{3+} окисляется до метиленовой сини. При содержании сероводорода в растворе на уровне < 50 мкг/л обычно проводят экстракцию образовавшегося красителя хлороформом.

В настоящей работе показана возможность количественной оценки содержания сульфидов в природных водах иодометрическим методом. Реакция иода с сульфид-ионами $\text{S}^{2-} + \text{I}_2 \rightarrow \text{S} + 2\text{I}^-$ широко используется в аналитической химии для их определения, при этом избыток иода оттитровывается раствором тиосульфата. Нами исследована возможность использования п-ФДА для фотометрического определения мкг-количеств сульфид-ионов по реакции с иодом. Известно, что в присутствии свободных радикалов или соединений, являющихся источниками свободных радикалов (Br_2 , Cl_2 , I_2 , H_2O_2 , O_3), п-фенилендиамин образует окрашенные катион-радикалы (соли Вюрстера) $\text{R}_2\text{N}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NR}_2^+\text{X}^-$, при этом происходит окисление исходного фенилендиамина с образованием хиноидной структуры. Соли Вюрстера являются катионами семихинов замещённых фенилендиаминов и применяются в качестве антиоксидантов, ингибиторов полимеризации, красителей в цветной фотографии. При взаимодействии иода с п-ФДА возникает интенсивное красное окрашивание раствора. В присутствии сульфид-ионов окраска ослабевает, что делает возможным их фотометрическое определение.

Нами показано, что аналогичный эффект наблюдается при замене иода на сульфат церия (IV), причём чувствительность определения при этом увеличивается. Предложена методика фотометрического определения сульфид-ионов, основанная на измерении ослабления окраски продукта взаимодействия сульфата церия (IV) с п-ФДА в присутствии сульфид-ионов, что связано, по-видимому, с частичным расходом окрашенного реагента на их окисление. Методика позволяет определять 1-2 мкг S^{2-} в 50 мл раствора, $\epsilon=1,17 \cdot 10^4$, $\lambda=540$ нм. При более низких концентрациях необходимо предварительное концентрирование раствора.

Выполнение определения. В мерные колбы емкостью 50 мл помещают 10 мл дистиллированной воды, 1 мл $1 \cdot 10^{-3}$ N раствора $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$, 2 мл 0,1% водного раствора сернокислого диэтил-п-ФДА и аликвоту анализируемого раствора (1-20 мкг S^{2-}), доводят до метки дистиллированной водой и измеряют оптическую плотность раствора относительно холостого опыта (раствор п-ФДА + $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$). Содержание сульфидов рассчитывают по градуировочному графику зависимости уменьшения оптической плотности холостого опыта от содержания сульфида.

СОРБЦИОННОЕ СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СИНТЕТИЧЕСКОГО АНИОННОГО КРАСИТЕЛЯ ЖЕЛТЫЙ "СОЛНЕЧНЫЙ ЗАКАТ" С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ГИДРОФОБИЗИРОВАННОГО КРЕМНЕЗЕМА, МОДИФИЦИРОВАННОГО МАГНЕТИТОМ

Карсакова Ю.В., Писарева А.С., Тихомирова Т.И., Цизин Г.И.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
химический факультет, 119991, Россия, г. Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 3
email: julia.karsakova@yandex.ru

Широкое применение синтетических красителей для окрашивания некоторых продуктов и лекарственных форм представляет потенциальную угрозу здоровью людей, поэтому содержание этих красителей нормировано и требует постоянного контроля. С целью определения красители обычно отделяют от матрицы образца; чаще других методов для этого применяют сорбцию.

В последние годы применение наноматериалов в качестве сорбентов для выделения и концентрирования различных соединений привлекает внимание исследователей. Среди прочих выделяются магнитные наноматериалы, преимущественно магнетит (Fe_3O_4), и магнитные сорбенты на их основе; описана возможность управления их перемещением с помощью внешнего постоянного магнитного поля. Относительно просто магнитные сорбенты получают сорбцией магнитных наночастиц (МНЧ). Известны и успешно применяются такие сорбенты на основе углерода и органополимерных матриц, в частности сверхсшитого полистирола.

Представляло интерес получить магнитные сорбенты на основе гидрофобизированных кремнезёмов – коммерчески доступных сорбентов, которые прекрасно зарекомендовали себя для сорбционного концентрирования органических соединений, и изучить возможность их использования для сорбционного концентрирования синтетического анионного пищевого красителя *Желтый «Солнечный закат»* (ЖСЗ).

Для получения новых магнитных сорбентов использованы кремнезёмы, химически модифицированные гексадецильными группами (ХМК- C_{16}), («БиоХимак СТ», Россия). Разработан способ получения магнитных сорбентов ХМК- $\text{C}_{16}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ путем сорбции МНЧ магнетита из метанола. Намагниченность насыщения полученных сорбентов составила 0.62 э.м.е./г. Установлено, что полученные магнитные сорбенты устойчивы при pH 2.9 – 6. В этих условиях сорбция ЖСЗ возможна в виде гидрофобного ионного ассоциата с ион-парным реагентом - бромидом цетилтриметиламмония (ЦТАБ). Оптимизированы условия сорбции ионного ассоциата в зависимости от pH и концентрации ЦТАБ (pH 6, $c_{\text{ЦТАБ}} = 4.6 \cdot 10^{-4}$ М), время установления сорбционного равновесия составило 20 мин. Показано, что модифицирование исходных сорбентов ХМК- C_{16} магнетитом не влияет на их сорбционную способность.

Спектральные характеристики ЖСЗ в водном растворе и на поверхности ХМК- $\text{C}_{16}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ идентичны ($\lambda_{\text{max}} = 484$ нм). Показано, что с ростом концентрации красителя в водном растворе наблюдается увеличение интенсивности полосы поглощения в спектре диффузного отражения сорбента, что может быть использовано для разработки сорбционно-спектроскопического способа определения ЖСЗ в растворах. Получены градуировочные графики зависимости функции Кубелки-Мунка ΔF при 484 нм сорбента от концентрации красителя в водном растворе. Область линейности графиков наблюдается в диапазоне 0.0025-0.02 мг/мл.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-03-00289-а).

СОРБЦИЯ Sr, Ni, Zn ИЗ ПОВЕРХНОСТНОЙ ВОДЫ НА ПРИРОДНОМ ЦЕОЛИТЕ И ОРГАНОЦЕОЛИТЕ

Кац Э.М.¹, Кузьмина Т.Г.¹, Тронева М.А.^{1,2}

¹ Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, 119991, Россия, г. Москва, ул. Косыгина, 19, email: esfirira@gmail.com

² Московский политехнический университет, 107023, г. Москва, ул. Б. Семеновская, 38

Важность проблемы очистки поверхностных вод от тяжелых металлов (ТМ) определяет большое количество работ, посвященных использованию в этих целях дешевых природных сорбентов – цеолитов (КЛТ), которые способны селективно сорбировать и прочно удерживать ионы радионуклидов и тяжелых металлов. Однако задача осложняется многообразием форм нахождения ТМ в поверхностных водах. Сорбенты ПЭИ-КЛТ, полученные поверхностным модифицированием полиэтиленимином зерен КЛТ, сохраняют катионообменные свойства матрицы и приобретают анионообменные и комплексообразующие свойства модификатора.

Для прогнозирования очистки поверхностных вод от ТМ требуется экспериментальное получение равновесных и кинетических характеристик процесса. Нами изучена кинетика сорбции тяжелых металлов Sr, Ni, Zn в области низких концентраций (0.3-1.0 мг/л) и макрокомпонента Са из поверхностной воды с рН 6-8 методом «тонкого слоя» на природном (КЛТ) и модифицированном (ПЭИ-КЛТ) цеолите Холинского месторождения (Ж. прикладной химии. 2001. Т. 7. № 9. С. 1410-1412).

Химический состав исходных и отработанных образцов сорбентов определяли рентгенофлуоресцентным методом на спектрометре AXIOSAdvanced (фирмы «PANalyticalB.V.»). Излучатели готовили путем прессования 100 мг сорбента в таблетку диаметром 10 мм с добавлением в качестве связующего вещества 20 мг полистирола. Для градуировки использованы стандартные образцы горных пород, близкие по своему химическому составу к цеолитам. Относительные стандартные отклонения, характеризующие погрешность градуировки, составили для Sr, Ni и Zn 5-7%.

Исследовано влияние исходных форм КЛТ (NH_4^+ , природная форма Ca^{2+} и Na^+) на кинетику сорбции на примере Sr и показано практически полное его отсутствие.

Изучена зависимость коэффициентов распределения металлов (Γ) от рН растворов. Установлено, что Γ_{Sr} при всех рН для КЛТ выше, чем для ПЭИ-КЛТ, Γ_{Zn} близки для обоих сорбентов, а Γ_{Ni} для КЛТ ниже, чем для ПЭИ-КЛТ.

Получены кинетические кривые сорбции для Sr, Ni, Zn и Са при различных значениях рН растворов. Показано, что лимитирующим фактором кинетики сорбции в «тонком слое» сорбентов КЛТ и ПЭИ-КЛТ является внутренняя диффузия. По уравнению Бойда рассчитаны коэффициенты внутренней диффузии (D) для Sr, Zn, Ni и макрокомпонента поверхностной воды Са для КЛТ и эффективные коэффициенты внутренней диффузии (D_{eff}) для ПЭИ-КЛТ. D для КЛТ в порядке убывания представлен рядом $\text{Ca} > \text{Sr} > \text{Zn} > \text{Ni}$, а D_{eff} в последовательности $\text{Ca} > \text{Sr} > \text{Ni} > \text{Zn}$, причем значения D_{eff} меньше, чем D , кроме Ni, для которого D_{eff} в 10 раз больше, чем D (Сорбционные и хроматографические процессы. 2018., №4).

НЕПРЕРЫВНЫЙ МОНИТРИНГ КАЧЕСТВА ВОДООЧИСТКИ НА СТАНЦИИ
АЭРАЦИИ С ПОМОЩЬЮ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЙ МУЛЬТИСЕНСОРНОЙ
СИСТЕМЫ

Кирсанов Д.О.¹, Беликова В.А.², Панчук В.В.¹, Легин Е.А.¹, Легин А.В.¹

¹ Институт химии СПбГУ, 198504, Петергоф, Университетский пр., 26

² Самарский государственный технический университет,
443001, Россия, г. Самара, Молодогвардейская ул., 224

Контроль качества водоочистки перед возвратом воды в окружающую среду является необходимым этапом цикла городского водооборота. В настоящее время такой контроль реализуется, как правило, пробоотборными методами в специализированных лабораториях и периодичность анализа во времени крайне низка (раз в день в отдельных точках). Кроме этого, результаты анализа доступны лишь спустя несколько часов после момента пробоотбора, что не позволяет эффективно отслеживать возможные отклонения качества воды от технологических требований. Разработка аналитических методов, пригодных для реализации такого контроля в режиме реального времени, является крайне актуальной задачей. Одним из возможных способов реализации измерений онлайн является использование различных сенсоров, в частности, электрохимических. Однако, даже очищенные воды имеют довольно сложный химический состав и применение отдельных селективных химических сенсоров часто затруднено мешающим влиянием различных компонентов. В такой ситуации представляется перспективным применение мультисенсорных систем, в которых недостаток селективности компенсируется использованием сразу нескольких сенсоров с различной перекрестной чувствительностью и применением специальных методов обработки многомерных данных.

В настоящем исследовании нами изучалась возможность непрерывного мониторинга качества водоочистки с помощью мультисенсорной системы по двум основным параметрам: содержание нитратного и аммонийного азота. Массив из 23 потенциометрических сенсоров был установлен в выходном потоке на станции аэрации (о. Белый, Санкт-Петербург, ФГУП «Водоканал Санкт-Петербурга»). Измерения проводились в потоке в непрерывном режиме каждые семь секунд на протяжении 26 дней. Референтные данные от стандартных лабораторных методов анализа были доступны только для 13 точек во времени. На основании этих данных были построены многомерные регрессионные модели, связывающие отклик массива сенсоров с величинами содержания аммонийного и нитратного азота. Модели были использованы для прогнозирования этих параметров во всех остальных точках во времени. Было установлено, что такой прогноз возможен с достаточной для нужд непрерывного мониторинга точностью. Помимо этого полученный набор из 295828 измерений был исследован с помощью топологического анализа данных (ТАД), что позволило удобным образом визуализировать различные особенности изменения интегрального качества воды на протяжении всего эксперимента [1]. Применение ТАД дало возможность выявить суточные и недельные циклы в качестве водоочистки и сделать выводы о стабильности работы станции.

Библиографический список

1. Valeria Belikova, Vitaly Panchuk, Evgeny Legin, Anastasia Melenteva, Dmitry Kirsanov, Andrey Legin. Continuous monitoring of water quality at aeration plant with potentiometric sensor array. *Sensors & Actuators: B. Chemical* 282 (2019) 854–860.

МЕЛАНЖ-КСЕРОГЕЛИ ДЛЯ СОЗДАНИЯ ТЕСТ-СИСТЕМ

Косырева И.В., Козлова Л.М., Маракаева А.В., Чернова Р.К.

ФГБОУ ВО «СГУ имени Н. Г. Чернышевского»,

410012, Россия, г. Саратов, ул. Астраханская, 83, I корпус

Ксерогели кремниевой кислоты, модифицированные органическими реагентами (ОР) широко применяют в качестве тест-систем при экспресс-анализе. Известны способы иммобилизации ОР на ксерогеле, основанные на введении реагента на одной из стадии золь-гель процесса или импрегнирования реагентов из органических (водно-органических) сред на ксерогелях.

Нами предложен новый способ иммобилизации ОР на ксерогелях (меланж-гель технология), основанный на выделении мицеллярной фазы неионных ПАВ с экстрагированными ОР и закреплении её на поверхности ксерогелей.

Технология получения меланж-ксерогелей трехстадийна. Первая стадия – получение матрицы-основы ксерогеля кремниевой кислоты, основанная на кислотном гидролизе силикатного клея, жидкого стекла или опоки, с последующим промыванием гелей от мешающих ионов металлов раствором комплексона III. Изучены физико-химические свойства полученных ксерогелей: пористость, истинные и кажущиеся удельные массы, суммарный объем пор, насыпная плотность сорбента. Показано, что на более плотном ксерогеле с наименьшей пористостью (пористость – $60\pm 3\%$, суммарный объем пор – $0,78\pm 0,02 \text{ см}^3$) происходит наиболее полное закрепление органических реагентов.

Вторая стадия – мицеллярная экстракция ОР в фазу неионных ПАВ. Исследовались оксиэтилированные производные спиртов (ДС-10, ОС-2), алкилфенолов (ОП-7, ОП-10), проксанолы и проксамины. Установлена универсальная способность большинства ОР экстрагироваться в мицеллярную фазу неионных ПАВ. Из более 100 изученных реагентов (сульфоталейоновые красители, триоксифлуороны, аминокполикарбоновые кислоты, моно- и бисазосоединений, ализарины, фенолкарбоновые кислоты и др.) полностью экстрагируются $\sim 75-80\%$. Установлено, что эффективность экстракции реагентов в фазу неионных ПАВ определяется введением в систему сильных электролитов (степень извлечения (R) и коэффициент распределения (D) увеличиваются на порядок), зарядом частицы реагента (чем меньше заряд, тем выше R и D), гидрофобностью реагентов (чем выше гидрофобность, тем лучше экстракция).

Третья стадия – закрепление мицеллярной фазы неионных ПАВ, обогащенной ОР на поверхности предварительно полученного ксерогеля, при варьировании концентрации растворов неионных ПАВ, ОР, хлорида натрия, pH, массы ксерогеля, соотношения массы ксерогеля и мицеллярной фазы, температуры высушивания и др.

В оптимальных условиях получены меланж-ксерогели, модифицированные ОР. На их основе получены новые тест-системы в виде индикаторных порошков и трубок для тест-определения ряда ионов металлов (Be(II), Al(III), Fe(III), Co(II), Cu(II), Cd(II), Pb(II), La(III)) с НГОС от 0,009 мг/л.

Разработаны методики тест-определения указанных элементов в природных и промышленных объектах (водах, вытяжках из почв), а также валового содержания и отдельных форм свинца в загрязненных почвах.

Предлагаемый способ получения модифицированных ксерогелей отличается универсальностью (применим для большинства органических реагентов независимо от их растворимости в воде, строения и степени гидрофобности), экспрессностью, простотой и экономичностью и позволяет создать новые высокоэффективные тест-системы для анализа природных и промышленных объектов.

НОВЫЕ ПОБОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ ДЕЗИНФЕКЦИИ ВОДЫ: ОБНАРУЖЕНИЕ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ – МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

Косяков Д.С., Ульяновский Н.В., Варсегов И.С., Лебедев А.Т.

Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова,
Центр коллективного пользования научным оборудованием «Арктика»,
Россия, 163002, г. Архангельск, наб. Северной Двины, 17

Широко используемая в настоящее время дезинфекция воды хлорсодержащими реагентами приводит к образованию широкого круга токсичных побочных продуктов (ППД). В первую очередь к ним относятся галометаны, галоуксусные кислоты, галогенированные альдегиды, кетоны, ацетонитрил, а также ряд опасных соединений, не содержащих атомы галогенов (Richardson, 2003). Несмотря на десятилетия исследований, перечень известных ППД, включающий более 700 наименований, остается далеко не полным – только 50 % общего содержания органических галогенов в питьевой воде приходится на известные соединения, концентрации которых могут быть определены. Дальнейшее его расширение требует применения наиболее современных селективных и высокочувствительных методов анализа и, в первую очередь, tandemной масс-спектрометрии высокого разрешения с ионизацией при атмосферном давлении, позволяющей идентифицировать нелетучие и термолabile соединения.

Применение твердофазной экстракции максимально широкого круга органических соединений на полимерном сорбенте (BondElutPPL) с последующим нецелевым скринингом компонентного состава экстрактов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии – tandemной квадруполь-времяпролетной масс-спектрометрии с электрораспылительной ионизацией позволило обнаружить в образцах водопроводной воды и воды плавательного бассейна две новые группы галогенсодержащих ППД. К ним относятся галогенированные амиды ненасыщенных жирных кислот и хлорированные катионы бензалкония, прекурсорами которых являются соответственно амиды олеиновой, эруковой, пальмитоловой и линолевой кислот, широко применяемые при производстве пластиков, а также бензалкония хлорид, используемый в качестве альгицида.

Идентификация соединений проведена на основе их элементных составов, а также анализа tandemных масс-спектров высокого разрешения. Установлено, что в первую группу обнаруженных ППД входят преимущественно галогидрины и дигалогенпроизводные, образующиеся при электрофильном присоединении галогена и воды по двойной связи в углеводородной цепи. Вторая группа соединений образуется путем радикального хлорирования алкильной цепи бензалкония и последующего частичного нуклеофильного замещения атомов хлора на гидроксильную группу, а также окисления образующихся гидроксипроизводных до кетонов. Установлено, что введение хлора в бензольное кольцо, а также замещение водорода при бензильном углеродном атоме не происходят.

Предложенные схемы трансформации амидов жирных кислот и бензалкония в процессе водоподготовки подтверждены экспериментами по модельному хлорированию этих соединений.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант №17-13-01112).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА И ПИРОКАТЕХИНА В СТОЧНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

Кощева М.В., Аликина Е.Н.

ФГБОУ ВО «Пермский государственный национальный исследовательский университет»

614990, г. Пермь, ул. Букирева, д. 15

Фенолы и их производные являются распространенным классом приоритетных органических загрязнителей, который характеризуется более высоким фоновым содержанием в окружающей среде. Это связано с тем, что данные соединения применяются во многих областях промышленности: в производстве лаков и красок, синтетических смол, пластификаторов, поверхностно-активных и дубильных веществ, ядохимикатов, стабилизаторов, антисептиков и др. Фенол и его производные токсичны, относятся ко второму классу опасности, и при содержании нескольких мкг/дм^3 ухудшают вкус и запах воды. Фенольные сточные воды подлежат обязательной очистке и последующему контролю.

Вредное действие фенолов заключается не только в их непосредственной токсичности, но и в нарушении кислородного режима природных водоемов. Последние, окисляясь, потребляют относительно большое количество растворенного в воде кислорода: $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH} + 7\text{O}_2 \rightarrow 6\text{CO}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$. Происходящее при этом уменьшение содержания кислорода приводит к гибели населяющих водоем живых организмов.

Актуальность данной работы связана с расширением разнообразия и количества промышленных и бытовых выбросов и необходимостью определения в природных, сточных и питьевых водах фенолов, которые токсичны и могут оказывать пагубное влияние как на здоровье людей, так и на развитие промыслово-технической базы рыбного хозяйства и аквакультуры.

Определение фенола и пирокатехина проводили методом капиллярного электрофореза с использованием системы «Капель-105М» с УФ-детектором. В качестве рабочего электролита был выбран $0,020 \text{ моль/дм}^3$ раствор тетрабората натрия с pH 9,0. В данном случае рабочий электролит должен быть щелочным, чтобы перевести фенолы в ионизированное состояние. Определены оптимальные условия определения (температура, напряжение, давление и время ввода пробы, концентрация рабочего электролита). В выбранных условиях при использовании кварцевого капилляра с внутренним диаметром 75 мкм, общей длиной 60 см, эффективной длиной 50 см наблюдается полное разделение пиков фенола и пирокатехина, положение которых на электрофореграмме доказано методом добавок. Показано, что повышение концентрации буферного раствора увеличивает время выхода компонентов смеси, что менее выгодно для электрофоретического определения производных фенола в сточной воде. Построены градуировочные зависимости для определения данных соединений, диапазон концентраций составил $0,05 - 11,0 \text{ мг/дм}^3$ для фенола и $0,30 - 15,0 \text{ мг/дм}^3$ для пирокатехина. Предложенный способ определения был опробован при анализе модельных растворов смесей анализируемых веществ, а также реальных проб сточной воды. Показано, что на определение фенола и пирокатехина не влияют 20 – 30-кратные количества неорганических ионов (натрия, кальция, аммония, нитрат- и фосфат-ионов) и некоторых органических веществ (мочевины, бромида тетрабутиламмония, бензойной кислоты). Правильность предложенного способа определения проверяли по результатам анализа, выполненного другими методами: спектрофотометрическим и флуориметрическим.

МЕТОДЫ СНИЖЕНИЯ ПРЕДЕЛОВ ОБНАРУЖЕНИЯ ВЫСОКОТОКСИЧНЫХ
ВЕЩЕСТВ В ВОДЕ

Крылов В.А.

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского
603950, ГСП-20, Нижний Новгород, пр. Гагарина, д. 23

Содержание многих загрязняющих веществ в водных объектах лимитируется на уровне 10^{-8} - 10^{-12} масс.%. Это полициклические углеводороды, полихлорированные дибензопарадиоксины, полихлорированные дибензофураны, полихлорированные бифенилы, ртутьсодержащие соединения и др. Прямое определение этих токсикантов в столь низких концентрациях весьма затруднительно. Для снижения пределов обнаружения примесей применяется концентрирование в off- и on-лайн-вариантах. Рассмотрены возможности определения токсикантов с применением обоих вариантов концентрирования. Для хроматографического определения примесей широкое применение нашли методы концентрирования с использованием программирования температуры испарителя и “солвент-эффекта” (бинарных фаз переменной емкости). Достиженные пределы обнаружения составляют 10^{-8} - 10^{-9} %.

Тенденцией предварительного концентрирования токсикантов является применение микроэкстракции в жидкофазном и твердофазном вариантах. По темпам развития жидкофазная микроэкстракция опережает твердофазную. Эффективность жидкофазной микроэкстракции повышена диспергированием экстрагентов. Нами предложено несколько вариантов диспергирования. Важным является разработка новых подходов деэмульгирования экстрактов. Одним из наиболее эффективных является флотационный метод, позволивший решить проблемы автоматизации микроэкстракции.

Анализ экстрактов проводили методами газовой хроматографии и хромато-масс-спектрометрии. Исследованы факторы, влияющие на пределы обнаружения токсикантов, и предложены методы их устранения или учета.

Благодаря сочетанию эффективного концентрирования и высокочувствительного детектирования удалось понизить пределы обнаружения токсикантов в воде до 10^{-8} - 10^{-12} %, что позволяет проводить надежное определение следовых количеств аналитов и контролировать экологическую обстановку задолго до наступления критической ситуации.

ПРИМЕНЕНИЕ ФЛОТАЦИОННОЙ ДЕЭМУЛЬСИФИКАЦИИ В
МИКРОЭКСТРАКЦИОННОМ КОНЦЕНТРИРОВАНИИ ПЕСТИЦИДОВ ИЗ ВОДЫ И
ВИН

Крылов В.А., Мосягин П.В., Смирнова Л.В., Селивёрстов М.Е., Дедюхин А.С.

Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского,

Нижний Новгород, Россия

email: mospv@mail.ru

Широкое применение инсектицидов, гербицидов, фунгицидов в сельском хозяйстве привело к накоплению пестицидов в грунтовых и поверхностных водах, пищевых продуктах, в частности, в винно-водочной продукции. Содержание пестицидов в воде необходимо контролировать на уровне 10^{-3} мг/л и менее. Решение такой сложной аналитической задачи требует предварительного эффективного абсолютного концентрирования. Одним из наиболее подходящих для этой цели методов является жидкофазная микроэкстракция с ультразвуковым диспергированием экстрагента. Использование данного приема связано с проблемой агрегирования фазы экстракта, которая традиционно осуществляется с помощью центрифугирования. Применение центрифугирования делает невозможным автоматизацию микроэкстракции, вызывает риск разрушения стеклянных ампул для сбора экстракта и снижает экспрессность стадии пробоподготовки.

Для решения этих проблем авторами предложено флотационное разрушение эмульсии, заключающее в агрегировании фазы экстракта, имеющего плотность меньше, чем у воды с помощью пузырьков газа, проходящих через объем эмульсии в ампуле для капиллярного сбора экстракта. Использовано два варианта проведения флотационной деэмульсификации. Первый способ заключается в образовании пузырьков углекислого газа при реакции карбоната натрия с раствором кислоты в объеме разрушаемой эмульсии. Второй способ состоит в барботировании воздуха через объем эмульсии. Рассмотрены различные варианты кислот, солей, их концентрации для оптимальной реализации деэмульсификации пузырьками углекислого газа и изучено влияние скорости барботирования воздуха на эффективность разрушения эмульсии. Время флотационной деэмульсификации составляло менее 1 минуты, что позволило в 7 раз увеличить экспрессность стадии деэмульсификации. В качестве экстрагентов использованы октан и *o*-ксилол особой чистоты.

Анализ экстракта проводился на газовом хроматографе ХРОМОС ГХ-1000 с электрозахватным и пламенно-фотометрическим детектированием. Хроматографическое разделение пестицидов проводилось в капиллярной колонке DB-5. Исследовано концентрирование хлорпирифоса, линдана, симазина, ципроканазола, эфанвалерата и 4,4-дихлордифенилтрихлорэтана (ДДТ) из воды и белых сухих вин. Реализованы коэффициенты концентрирования 80-250, достигнуты пределы обнаружения на уровне 10^{-4} мг/л, что позволит проводить надежное определение пестицидов на уровне, значительно меньшем ПДК.

Разработанные методики успешно апробированы при анализе некоторых образцов белых сухих вин, содержание пестицидов составило $(3-5) \cdot 10^{-3}$ мг/л.

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЙ (ГХ/МС) БИОМОНИТОРИНГ И БИОИНДИКАЦИЯ
СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ

Кудрявцева А.Д., Шелепчиков А.А., Бродский Е.С.

ФГБУ Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН,
Россия, 119071, Москва, Ленинский проспект, д. 33

Живые организмы могут служить индикаторами загрязнения почв и других объектов окружающей среды, в также характеризовать источники загрязнения.

В случае стойких органических загрязнителей (СОЗ), особенно ПХДД/ПХДФ, присутствующих в чрезвычайно низких концентрациях, выделить их вклад в реакцию живых организмов практически невозможно. В этом случае анализ адекватно отражающих загрязнение окружающей среды биологических материалов с помощью высокочувствительных и надежных инструментальных методов, таких как газовая хроматография/масс-спектрометрия высокого разрешения, может служить эффективным методом биоиндикации загрязнения. В частности, содержание диоксинов в яйцах кур, находящихся на свободном выгуле, адекватно отражает загрязнение почвы.

Для характеристики загрязнения окружающей среды Вьетнама диоксинами исследовали загрязнение яиц домашних кур, находящихся на свободном выгуле, а также поверхностного слоя почвы на территории содержания кур. Всего отобрано 46 образцов яиц и 36 образцов соответствующих почв. В общей сложности охвачена обширная территория от провинции Лаокай на севере Вьетнама, до провинции Донгнай на юге, в том числе «горячая точка» вблизи аэропорта Бьенхоа.

Содержание ПХДД/ПХДФ в почве вблизи аэропорта Бьенхоа составило 1272 пг WHO-TEQ/г, что является чрезвычайно высоким уровнем, В соответствующем образце яиц содержание ПХДД/ПХДФ равнялось 361 пг WHO-TEQ/г липидов; это представляет опасность при употреблении этих яиц в пищу. Основной вклад в суммарную концентрацию в яйцах вносили 2,3,7,8-ТХДД (54%), ОХДД (15%), ГпХДД (12%) и 1,2,3,6,7,8-ГкХДД (8 %). В почвах – ОХДД (42 %), ТХДД (25 %) и ГпХДД (21 %).

В соответствии с картой распыления Оранжевого Агента (ОА) над территорией Южного Вьетнама исследуемые участки были разделены на три группы:

- северные территории;
- южные территории, не подвергавшиеся распылению ОА;
- южные территории, подвергавшиеся распылению ОА.

Обнаружены значимые различия в общих уровнях загрязнения в этих трех группах. Среднее содержание ПХДД/Ф в яйцах домашних кур составило 1.4, 3.3 и 6.7 пг WHO-TEQ/г липидов соответственно, в почвах – 0.4, 1.4 и 4.1 пг WHO-TEQ/ г. Для участков, подвергавшиеся распылению ОА, характерен повышенный вклад 2,3,7,8-ТХДД в общую токсичность (до 70 % в яйцах и до 80 % в почвах), что свидетельствует о сохранении диоксинов из ОА. Вклад 2,3,7,8-ТХДД на остальных участках составляет в среднем 14 % для яиц и 12 % для почв.

Сопоставление профилей распределения конгенов ПХДД/ПХДФ в процентах от суммарной концентрации выявило повышенный вклад ОХДД (до 50 % в яйцах и 80 % в почвах), а также 2,3,7,8-ТХДФ, 1,2,3,7,8-ПеХДФ, 2,3,4,7,8-ПеХДФ в яйцах домашних кур в северной части Вьетнама по сравнению с южной частью.

Содержание диоксинов в яйцах кур, находящихся на свободном выгуле, по величине загрязнения и профилю конгенов в целом адекватно отражает загрязнение почвы.

МЕМБРАННЫЕ ПОЛИМЕРЫ В КАЧЕСТВЕ СТАЦИОНАРНЫХ ФАЗ В ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Курганов А.А., Королев А.А., Ширяева В.Е., Попова Т.П., Канатьева А.Ю.

ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени Институт нефтехимического синтеза им.

А.В. Топчиева Российской академии наук,

119991, Москва, Ленинский проспект, 29, email: kanatieva@ips.ac.ru

Микропористые полимеры, традиционно используемые в мембранных разделениях, являются потенциальными кандидатами для применения в качестве неподвижных фаз в газовой хроматографии. Такие полимеры обладают значительной разделяющей способностью по отношению к легким газам и могли бы применяться при анализе легких углеводородов в объектах окружающей среды – так, порядка 80% содержащихся в атмосферном воздухе углеводородов приходится именно на легкие углеводороды: метан, этан, этилен, ацетилен, пропан, изо- и н-бутан, изо- и н-пентан [1]. Для разделения таких смесей необходимо использовать неподвижные фазы типа ГТС, пористых органических полимеров или молекулярных сит. Поэтому поиск новых неподвижных фаз для газовой хроматографии остается актуальной задачей.

Целью работы является приготовление капиллярных колонок со стационарными фазами на основе новых мембранных полимеров синтезированных в ИНХС РАН. На их основе были приготовлены капиллярные колонки для газовой хроматографии, содержащие в качестве неподвижной фазы мембранные полимеры различного типа. Так, использованные полимеры норборненового ряда: поли(3-триметилсилил трициклононен-7), поли(3,4-бис(триметилсилил) трициклононен-7) и поли(3,3-бис(триметилсилил) трициклононен-7), в условиях газовой хроматографии находились в стеклообразном состоянии и вели себя как микропористые полимеры. В тоже время поли(3-трибутоксисилл трициклононен-7), также используемый в мембранных разделениях, при рабочих температурах ГХ представлял собой вязкую жидкость и по свойствам был аналогичен традиционно используемым в ГХ полидиметилсилоксановым НФ. Еще один тип мембранных полимеров, получивший широкое распространение, это полимеры РИМ, имеющие структуру молекулярной лестницы и характеризующиеся в мембранной химии высокой проницаемостью при умеренной селективности. Полимер РИМ-1, являющийся наиболее изученным из этого ряда и полученный на основе 5,5',6,6'-тетрагидрокси-3,3,3',3'-тетраметил-спиро-бисиндана (ТТСБИ) и 1,4-дицианотетрафторбензола (ДЦТБ), в качестве НФ в ГХ обладал невысокой эффективностью, однако, опережал норборненовые полимеры по термической стабильности. Важно отметить, что при близких мембранных характеристиках все исследованные полимеры оказались значительно отличающимися по своим хроматографическим свойствам. Это позволяет использовать хроматографию как структурно-чувствительный метод изучения полимеров, чему будет посвящена дальнейшая работа.

Работа выполнена в соответствии с планом научных исследований ИНХС РАН с использованием оборудования центра коллективного пользования ИНХС РАН.

Библиографический список

1. Ю.С. Другов, Л.А. Конопелько. Газохроматографический анализ газов. М.: Моимпекс, 1995. 464 с.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПХБ В ВОДЕ НА УЛЬТРАСЛЕДОВОМ УРОВНЕ КОНЦЕНТРАЦИЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА ГХ-МС/МС

Кустова О.В.¹, Степанов А.С.², Горшков А.Г.¹

¹ ФГБУН Лимнологический институт Сибирского отделения Российской академии наук, 664033, г. Иркутск, ул. Улан-Баторская, 3, а/я 278

² ФГУП Уральский научно-исследовательский институт метрологии, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4

Создание современной системы мониторинга стойких органических загрязняющих веществ (СОЗ) для озера Байкал – источника питьевой воды мирового значения, на современном этапе представляет важнейшую задачу в рамках мер сохранения чистоты его вод. Полихлорированные бифенилы (ПХБ) относятся к группе СОЗ, содержание которых в водных объектах регламентируется. Предельно допустимые концентрации ПХБ в водных объектах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования установлены на уровне - 1 мкг/дм³; в воде рыбохозяйственных водоемов присутствие ПХБ не допускается. Суммарные концентрации ПХБ, обнаруженные в глубинной и поверхностной воде оз. Байкал варьируются в диапазоне от 0,10 до 7,2 нг/дм³, тогда как в действующих стандартизированных методиках (ГОСТ Р 54503-2011, ПНД Ф 14.1:2:3:4.204-04) нижняя граница определяемых концентраций установлена на уровне 2-10 нг/дм³ для индивидуальных конгенов ПХБ.

Для контроля ПХБ в водах Байкала разработана методика определения индикаторных ПХБ, основанная на экстракции ПХБ в *n*-гексан (объем пробы воды 1 дм³), концентрировании экстракта и анализе концентрата методом хромато-масс-спектрометрии с детектированием в режиме мониторинга заданных реакций (МЗР). Определение фиксированного числа индикаторных ПХБ дает возможность стандартизовать условия хроматографии и, что важно, устанавливает строгие рамки для последующих оценок результатов мониторинга.

На основе экспериментальных данных с использованием ряда рабочих проб воды оз. Байкал и приготовленных образцов контроля определены метрологические характеристики разработанной методики.

Таблица 1. Диапазон измерений массовой концентрации определяемого конгенера ПХБ, значения показателей точности, повторяемости и внутрилабораторной прецизионности

Диапазон измерений массовой концентрации определяемого конгенера ПХБ, нг/дм ³	Индикаторные конгены ПХБ, №№	Показатель повторяемости, $\sigma_{г.отн.}, \%$	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{РЛ.отн.}, \%$	Показатель точности, $\pm\delta^1, \%$
			$n=2$	
От 0,010 до 0,90 включ.	28, 52, 101,	15	17	35
Св. 0,90 до 9,0 включ.	118, 153, 138,	9,8	11	23
Св. 9,0 до 50 включ.	180	3,3	4,5	10

¹ δ – значение характеристики погрешности результатов измерений, полученных по данной методике измерений в лаборатории хроматографии ФГБУН «Лимнологический институт СО РАН».
 n - число единичных измерений в условиях повторяемости (число параллельных определений), предусмотренное методикой измерений для получения результата измерений.

Исследование выполнено в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ (проект № 0345–2019–0008) на оборудовании приборного центра коллективного пользования физико-химического ультрамикрoанализа ФГБУН Лимнологический институт СО РАН и при финансовой поддержке РФФИ, Правительства Иркутской области, проект № 17-45-388077.

ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ МОНОЛИТНЫХ СЛОЕВ ДЛЯ ТСХ-МАЛДИ-МС МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Кучеренко Е.В.¹, Пирогов А.В.¹, Канатьева А.Ю.², Курганов А.А.², Борисов Р.С.²

¹ Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова

119991, Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 3, email: liz150491@yandex.ru

² ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева Российской академии наук,

119991, Москва, Ленинский проспект, 29, email: kanatieva@ips.ac.ru

Ранее нами была показана возможность получения монокристаллических сорбентов для ТСХ на основе сополимера ГМА и ДМЭГ, позволяющих проводить разделение в тонком слое и напрямую сочетающихся с системой МАЛДИ-МС, что подразумевает введение в структуру монолита функциональных групп, способных выполнять функции матрицы. Эти результаты были получены при десорбции/ионизации соединений с массами порядка 400 Да. При этом важным фактором, оказывающим влияние на возможность десорбции/ионизации соединений, является качество поверхности синтезированных монокристаллических слоев. Для получения информации о рельефе поверхности, на стеклянных подложках (размером 18x18 мм, толщиной 0,13-0,17 мм) были приготовлены монокристаллические слои с различным содержанием монокристаллических мономеров и использованием различных порообразователей: 40% ДВБ + 1% АИБН, деканол:толуол (52:8) (А); 30% ДВБ + 10% Ст + 1% АИБН, ундеканол:толуол (52:8) (Б); 30% ДВБ + 10% Ст + 1% АИБН, деканол:толуол (52:8) (В); 24% ГМА + 16% ДМЭГ, додеканол:толуол (27:4) (Г); 14% ГМА + 26% ДМЭГ, 60% циклогексанол (Д). Поверхность монокристаллических слоев составов В и Д являлась относительно однородной: при площади сканирования (8x8) мкм² неоднородности рельефа имели модуляции по высоте R_z порядка 1,29 и 0,63 мкм соответственно, а средний масштаб шероховатости R_a характеризовался размерами 150 и 58 нм соответственно. Изображения поверхностей монокристаллических слоев составов А, Б и Г имели вид развитых хаотичных структур, средний масштаб шероховатости которых был на два порядка выше, чем для образцов составов В и Д, и соответствовал значениям от 3,34 до 3,73 мкм (Рис. 1). Согласно гистограммам распределения по высотам было установлено, что для образца состава В самая высокая плотность (7000) соответствовала среднему значению шероховатости 150 нм, тогда как для образца состава Е самая высокая плотность (17000) соответствовала среднему значению шероховатости 50-60 нм. Функции распределения по высотам отличались от гауссовой наличием левого «хвоста», что свидетельствует об отрицательной асимметрии и несимметричности распределения. Однако, несмотря на это необходимо отметить, что перепад высот на всех участках в случае образца Г не превышал 500 нм.

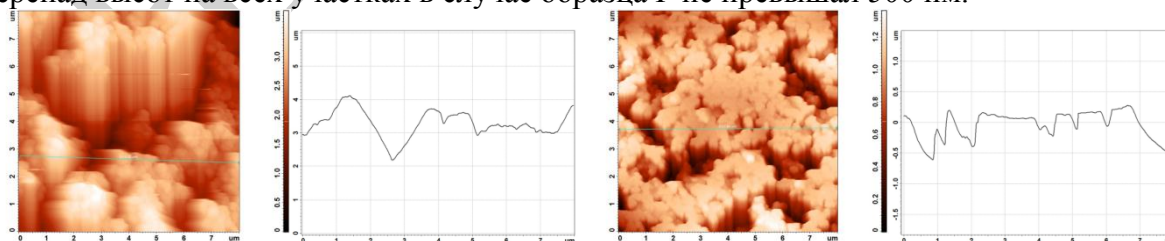


Рисунок 1. Топографические АСМ-изображения и микропрофили поверхностей вдоль указанных сечений образцов монокристаллических слоев: образец А (слева) и В (справа).

Работа выполнена в соответствии с планом научных исследований ИНХС РАН с использованием оборудования центра коллективного пользования ИНХС РАН.

ИНТЕГРАЛЬНЫЕ ИНДЕКСЫ КАЧЕСТВА ВОД В ОЦЕНКЕ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ

Лазарева Г.А.

Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Московской области «Университет «Дубна»,
141982, Россия, г. Дубна Московской обл., ул. Университетская, д.19

Изучение экологического состояния водных объектов, которые являются основными приемниками загрязненных сточных и ливневых вод, и при этом используются для хозяйственно-питьевого водоснабжения, является одной из приоритетных задач охраны окружающей среды.

На сегодняшний день основным гидрохимическим индексом при оценке качества вод является Удельный комбинаторный индекс загрязненности воды (УКИЗВ). Наряду с УКИЗВ все еще используются такие интегральные показатели качества вод как Индекс загрязнения воды (индекс ИЗВ - был основным комплексным показателем качества воды до 2002 г.), Общесанитарный индекс качества воды (ИКВ) и др. Применение сегодня индекса ИЗВ оправдано, например при сопоставлении современных данных мониторинга водных объектов, с данными за предыдущие периоды. Однако расчет ИЗВ проводится лишь по шести показателям, что является существенным недостатком данного индекса. Индекса УКИЗВ точнее отражает качество поверхностных вод, т.к. при его расчете используются все определяемые в пробе химические показатели. В отличие от ИЗВ при данном подходе к расчету определяется не только кратность превышения ПДК, но и повторяемость случаев их превышения. Однако точность определения качества вод зависит от частоты проведения химического анализа в течение года.

При этом система оценки состояния водных объектов на основе сравнения значений показателей загрязнения в воде с ПДК имеет ряд недостатков. Так, индексы, применяемые для оценки качества вод лишь по химическим показателям, не отражают ситуации в водном объекте в полной мере, т.к. не дается оценка состояния гидробиологического сообщества.

Гидробионты, как индикаторы состояния среды водного объекта, дают один из самых надежных откликов на изменение качества поверхностных вод на достаточно продолжительном временном отрезке, что позволяет установить факт нерегулярных или скрытых химических воздействий даже при проведении только нескольких отборов в год. Использование методов гидробиологического анализа позволяют оценить долговременные последствия влияния загрязнителей на экосистему в целом, позволяют проводить оценку эффективности мероприятий по защите и экологической реабилитации водных объектов. Но используемые биологические показатели на данный момент самостоятельно не способны однозначно ответить на вопрос о качестве водного объекта т.к. не имеют установленных норм предельного воздействия [1].

Разработка и совместное использование индексов рассчитанных одновременно по биологическим и химическим показателям, интегрирование их в единые нормативы, представляется наиболее перспективным для надежной и эффективной оценки состояния вод, для проведения оценки и менеджмента качества водных объектов.

Библиографический список

1. Ю.А. Буйолов, И.В. Быкова, Г.А. Лазарева, О.М. Потютко, А.Г. Уваров Современное состояние и перспективы развития мониторинга качества вод по гидробиологическим показателям в России. *Проблемы экологического мониторинга и моделирования экосистем. ТОМ XXVII № 2, 2016 г.* - М.: ФГБУ «ИГКЭ РОСГИДРОМЕТА И РАН», 2016.

ОСОБЕННОСТИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ МАЛЫХ ОЗЕР ТУНДРЫ И ТАЙГИ В ЗАПАДНОЙ СИБИРИ

Ларина Н.С., Наков Д.Д., Устименко А.А., Москалу А.К.
ФГАОУ ВО «Тюменский государственный университет»,
625003, Россия, г. Тюмень, ул. Володарского, 6

Донные отложения озер являются одним из немногочисленных источников информации об их генезисе и динамике развития в течение продолжительного времени. Косвенно они отражают изменение климата локальных территорий, на которых они расположены. Особый интерес представляет послойное изучение их химического состава с высокой степенью разрешения. Для изучения были отобраны колонки донных отложений 4 малых озер, расположенных в различных климатических зонах Западной Сибири. Колонки были разделены на слои с шагом 1 см. В каждом слое определялось содержание общего углерода (ТС), общего азота (TNb), а также органическая и неорганическая форма их нахождения.

Отмечено, что распределение содержания органического вещества по глубине в малых озерах имеет неравномерный характер и накапливается преимущественно в верхних 10-25 см донных отложений. В озерах тундры содержание общего углерода незначительно и составляет менее 1% от массы донных отложений. В таежных озерах содержание общего углерода заметно возрастает до 5-25%. Определение водорастворимого TC_w показало, что его среднее содержание изменяется в обратном направлении (табл. 1), несмотря на увеличение общего содержания углерода.

Таблица 1. Содержание общего (ТС, %) и водорастворимого (TC_w , mg/kg) углерода в колонках донных отложений озер тундры и тайги Западной Сибири

Зона	Тундра		Тайга	
	Ланготибейто	Гольцовое	Лохтоткурт	Рангетур
	Общий углерод (ТС, %)			
Среднее	0,34	0,31	2,39	8,28
Медиана	0,30	0,15	2,72	0,35
Минимум	0,11	0,03	0,54	0,23
Максимум	0,94	1,19	5,77	26,04
	Водорастворимое органическое вещество (TC_w , мг/кг)			
Среднее	815	324	239	185
Медиана	805	299	222	173
Минимум	534	6	149	122
Максимум	1192	1102	385	338

Послойный анализ показывает, что определение среднего содержания органического вещества (и других показателей) мало информативно и не отражает его распределения по профилю колонки. Для уточнения различий в распределении органического вещества по профилю донных отложений были сняты спектры наиболее обогащенных слоев донных отложений и проведено потенциметрическое титрование выделенных гуминовых и фульвокислот.

Таким образом, комплексное послойное изучение донных отложений позволяет не только оценить его содержание в донных отложениях, но и установить возможные причины изменения его содержания, установить его связь с изменением климатических и экологических условий в период их формирования.

Работа выполнена при поддержке проекта (договор №18-44-860010) РФФИ и Правительством Ханты-Мансийского автономного округа – Югры.

ОСОБЕННОСТИ ПРОБООТБОРА И АНАЛИЗА УРБАНОЗЕМОВ ДЛЯ ЦЕЛЕЙ
ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА

Ларина Н.С.¹, Подчувалова П.А.¹, Долгушин А.В.¹, Ларин С.И.²

¹ ФГАОУ ВО «Тюменский государственный университет»,
625003, Россия, г. Тюмень, ул. Володарского, 6

² ФГБУН Институт криосферы Земли ТюмНЦ СО РАН,
625026, Россия, г. Тюмень, ул. Малыгина, 86

Экосистема любого города ежедневно испытывает серьезное техногенное напряжение вследствие развития промышленности, деятельности предприятий теплоэнергетики, увеличения транспортной нагрузки и муниципальной отходов в городе и т.д. Главными компонентами формирующейся в условиях урбанизации экосистемы являются почвы. Почвы быстро поглощают из окружающей среды поллютанты и очень медленно их трансформируют. Урбаноземы представляют собой сложную гетерогенную систему, имеющую высокую горизонтальную и вертикальную вариабельность. Несмотря на высокую буферную емкость почвы, которая позволяет нейтрализовать внешние воздействия в достаточно широком диапазоне. Поэтому большое значение имеет изучение и проведение почвенного мониторинга. Одно из важных свойств почв состоит в аккумуляровании органического вещества и различных химических элементов. Химические характеристики почв существенно меняются по профилю почвы, особенно на урбанизированных территориях, поэтому принятые в нормативных документах способы отбора почв, разработанные преимущественно для сельскохозяйственной оценки качества почв теряют свою актуальность. Реально в процессах миграции элементов участвует преимущественно самый верхний слой почв, который подвержен максимальному антропогенному воздействию и обладает высокой эрозионной способностью, особенно на территории мегаполисов.

Целью данного исследования является оценка качества результатов химического мониторинга с учетом неоднородности урбаноземов и их участия в обменных процессах с другими средами.

Для изучения распределения показателей качества почв по профилю почвы отбиралось 5 образцов почвы в квадрате 5х5м с глубины 0÷2,5 и 2,5÷5,0 см. В воздушно-сухих пробах определяли гранулометрический состав почв, общие геохимические характеристики (рН, электропроводность, потери при прокаливании и др.), состав водорастворимой, подвижной, кислоторастворимой форм металлов.

Полученные данные свидетельствуют, что верхний слой почвы (2,5 см) концентрирует большую часть загрязняющих компонентов, причем в ряде случаев эта разница очень значима. В соответствии с нормативными документами, для городских почв рекомендуется отбирать слой на глубину 5 см. Увеличение глубины отбора в 2 раза приводит к значительному снижению практически всех исследованных показателей, что приводит к неадекватной оценке качества урбаноземов. Поскольку именно этот слой почвы принимает активное участие в обменных процессах с другими средами (воздух, грунтовые воды, растительность), то недооценка их токсичности может иметь принципиальное значение при мониторинге городской среды и оценке ее качества, в том числе и для здоровья людей.

Работа выполнена по госзаданию, согласно Плану НИР ТюмНЦ СО РАН на 2018-2020 годы, протокол №2 от 8.12.2017 (Приоритетное направление IX.135. Программа IX.135.2 Проект: IX.135.2.2. Изменения в литосфере и ландшафтах криолитозоны России под влиянием климатических и техногенных факторов: глобальные, региональные и локальные составляющие пространственно-временной изменчивости).

ВЭЖХ-МС/МС ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕТРАЦИКЛИНОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ С
ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ МИКРОЭКСТРАКЦИОННЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ НА
ВРАЩАЮЩИЙСЯ ПОРИСТЫЙ ДИСК

Лебединец С.А., Почивалов А.С., Вах К.С., Булатов А.В.

Санкт-Петербургский государственный университет,
Институт химии, кафедра аналитической химии,
198504, Россия, Санкт-Петербург, Университетский проспект 26

Антибиотики тетрациклиновой группы находят широкое применение в животноводстве, ветеринарии и пищевой промышленности, поэтому их остаточные количества могут содержаться в объектах окружающей среды, куда они попадают со сточными водами, а также с продуктами жизнедеятельности животных и человека. Присутствие тетрациклинов в водах оказывает негативное воздействие на здоровье человека и экологическую ситуацию, вызывая появление резистентных микроорганизмов к антибиотикам. Таким образом, существует задача определения тетрациклинов в водных средах. Учитывая то, что содержание тетрациклинов в воде довольно низкое, эффективные методы предварительного концентрирования и извлечения аналитов из матрицы пробы являются неотъемлемой частью их определения.

В данной работе впервые для определения тетрациклина, окситетрациклина и хлортетрациклина в водных объектах было предложено использовать новый метод, основанный на *in-situ* образовании дисперсной фазы экстрагента в пробе за счет изменения кислотности раствора пробы с одновременным выделением образующейся фазы экстракта на вращающемся пористом диске из гидрофобного материала и микроэкстракционным концентрированием целевых аналитов. В качестве экстрагентов были использованы высшие карбоновые кислоты, которые способны проявлять свойства так называемых «растворителей с переключаемой гидрофильностью» при изменении кислотности среды. После элюирования аналитов с диска метанолом раствор элюата направляли на ВЭЖХ с масс-спектрометрическим детектированием. Были оптимизированы основные параметры, влияющие на эффективность экстракции, такие как объем экстрагента, объем пробы, размер диска, объем элюента, время элюирования с диска. Предел обнаружения предложенного метода составил 0,5 мкг/л для тетрациклина, окситетрациклина и хлортетрациклина. Данная методика была применена для анализа проб воды, правильность методики была подтверждена с помощью референтного метода.

Авторы выражают благодарность за поддержку данной работы РФФИ (грант – 18-33-01176-мол_а).

РАЗРАБОТКА НОВЫХ ПОДХОДОВ К ВЫЯВЛЕНИЮ ПЕРСПЕКТИВНЫХ
ХИМИЧЕСКИХ МАРКЕРОВ МЕСТОРОЖДЕНИЙ УГЛЕВОДОРОДОВ

Левкина В.В., Петрук Е.С., Пирогов А.В., Шнигун О.А.

Московский Государственный Университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, Ленинские горы, ГСП-1, 119991, Москва, Россия
email: jugora@mail.ru

Одной из основных задач современной нефтехимии является идентификация химических маркеров, которая необходима для оценки потенциала залежей углеводородов и их катагенетической зрелости. В качестве химических маркеров нефти выступают различные органические соединения, в том числе полициклические ароматические углеводороды (ПАУ), основные методы определения которых характеризуются сложной стадией пробоподготовки.

В настоящей работе предложено использовать микроэмульсионную экстракцию для селективной или, наоборот, групповой количественной экстракции ПАУ из объектов со сложной матрицей, таких как нефть и керогенсодержащие породы. Микроэмульсия (МЭ) представляет собой гомогенную смесь воды и масла, стабилизированную введением поверхностно-активного вещества (ПАВ), часто в сочетании с сопутствующим ПАВ. Специфические свойства микроэмульсий как наноорганизованных сред (низкое значение межфазного натяжения на границе водной и масляной фаз, высокая солубилизационная емкость как для гидрофобных, так и для гидрофильных соединений, термодинамическая стабильность) позволяют использовать их во флуориметрии для разработки методов определения следовых концентраций органических соединений. Варьируя составы микроэмульсий, можно влиять на степень концентрирования целевых компонентов, селективность и чувствительность химического анализа, направленного на выявление и количественное определение ПАУ в объектах исследования. В работе были исследованы условия проведения экстракции и факторы, обеспечивающие максимальную эффективность экстракции ПАУ из модельных растворов и реальных объектов: природа микроэмульсии, температура, время ультразвуковой обработки, pH среды. Максимальная интенсивность флуоресценции наблюдалась при использовании МЭ следующего состава: 3.3 % цетилтриметиламмония бромид (ЦТАБ), 0.8 % гептан, 8 % *n*-бутанола, 87.9 % воды (всего было исследовано 6 МЭ различных составов). Коэффициенты концентрирования составляют 5-10.

Другим направлением работы было исследование состава нетрадиционных синтетических нефтей, полученных в различных условиях пиролиза, с целью изучения трансформации органического вещества и образования химических маркеров нефти. Показано, что состав пород существенно влияет на процесс образования нефтей: гексановые экстракты по своему составу практически полностью характеризуют нефти, полученные из того же месторождения. Хлороформенные экстракты из закрытых пор характеризуют степень зрелости нефти (преобладание четных *n*-алканов над нечетными на хроматограммах).

Диапазон *n*-алканов для гексановых экстрактов находится в области от C12 до C35, для хлороформенных - от C12 до C30, причем содержание компонентов во втором случае меньше на порядок, что связано с особенностью распределения веществ в поракерогенных породах. Установлено практически полное отсутствие моноароматических стероидов в хлороформенной и гексановой фракции для исследованных образцов.

Полученные результаты лежат в основе новых подходов при идентификации нефтяных месторождений и разливов углеводородов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ и БРФФИ в рамках научного проекта № 19-53-04008.

ЧЕРНОВИК

ОЦЕНКА СОПОСТАВИМОСТИ МНОГОЛЕТНИХ ДАННЫХ СОВМЕСТНОГО
РОССИЙСКО-КИТАЙСКОГО МОНИТОРИНГА КАЧЕСТВА ТРАНСГРАНИЧНЫХ
ВОД БАССЕЙНА РЕКИ АМУР

Левшин Д.Г., Запевалов М.А.

ФГБУ «Научно-производственное объединение «Гайфун»,
249038, Россия, Калужская область, г. Обнинск, ул. Победы, д. 4

Программой выполнения совместного российско-китайского мониторинга качества вод трансграничных водных объектов в 2007-2016 годах (реки Аргунь, Амур, Уссури, Раздольная и озеро Ханка) предусмотрен совместный отбор проб воды и параллельный анализ в российских и китайских лабораториях. В такой постановке особое внимание следует уделять вопросам обеспечения качества и получения сопоставимых данных мониторинга, которые лежат в основе оценок уровней загрязнения.

Программа совместного российско-китайского мониторинга предполагает совместный отбор проб и их анализ на содержание в них более 40 показателей (стандартные гидрохимические показатели, тяжелые металлы, органические загрязняющие вещества). Количественную оценку сопоставимости результатов параллельных измерений проводили по таким показателям как перманганатная окисляемость, химическое потребление кислорода, азот аммонийный, фосфаты, железо и марганец, численные значения которых за весь период наблюдений составлял не менее 95%.

Данные мониторинга анализировались отдельно для пар лабораторий, в которых проводится измерения проб с российской и китайской стороны: Для статистической обработки ряды наблюдений составляли: минимум – 66, максимум – 330 проб.

Сопоставимость результатов измерений параллельных (одинаковых) проб, полученных в двух разных лабораторий, проводили с использованием двух критериев: E_n -индекс и критерий воспроизводимости $CD_{0,95}$ (ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) и МИ 2881-2004 соответственно)

Исходя из принятых критериев наилучшая сходимость (в среднем от 65 до 88% общего количества результатов) характерна для методов когда проба жестко фиксируется (консервируется), доставляется в лабораторию в неизменном виде и затем определяется без дополнительной пробоподготовки (перманганатная окисляемость, химическое потребление кислорода). Для методов с более сложной пробоподготовкой (азот аммонийный, фосфаты, железо, марганец) процент совпадающих результатов составляет в среднем от 23 до 45%.

Для методик с низким уровнем сопоставимости необходимо изучение причин и унификация методов пробоподготовки и инструментального анализа проб и унификация методов анализа.

Библиографический список

1. ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний.
2. МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа.

ОБЕСПЕЧЕНИЕ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ
МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО
СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Лисман Е.С., Хомутова Е.Г., Щукин В.М.

МИРЭА – Российский технологический университет,
119454, Россия, г. Москва, пр-т Вернадского, д. 78

Качество получаемых результатов может быть обеспечено с одной стороны, применением надежной методики подготовки пробы и определения тяжелых металлов, соответствующей требованиям к метрологическим характеристикам методики по Eur. Pharm.9.2, действующего издания, раздел 2.4.27 «Heavy metals in herbal drugs», а с другой стороны, применением адекватного стандартного образца. Представляют интерес почвы, на которых идет сбор лекарственного растительного сырья.

Метрологические характеристики методики определения мышьяка, кадмия, ртути и свинца в почвах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, которые подтверждают качество получаемых результатов, получили в ходе разработки и валидации. Для подтверждения правильности использовался стандартный образец Mussel Tissue изготовленный National Institute of Standards and Technology (NIST) с аттестованными содержаниями мышьяка, кадмия, ртути и свинца.

Методика. Исследуемый образец массой 1 г (точная навеска) помещают в сосуд для микроволнового разложения, добавляют 10 см³ конц.азотной кислоты и проводят разложение с помощью микроволновой системы Milestone Ethos Up. Количественное определение содержания тяжелых металлов и мышьяка осуществляют, используя масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой Agilent 7900, фиксируя интенсивности излучения по следующим атомным единицам массы: As -75, Cd – 111, Hg – 202, Pb – 208.

Метрологические характеристики валидируемой методики: Нормируемое содержание свинца 6,0 мг/кг, кадмия 1,0 мг/кг, ртути 0,1 мг/кг, мышьяка 0,5 мг/кг. Диапазон применения методики составляет от 50 до 150% от номинальных значений концентраций нормируемых элементов. Коэффициент корреляции (r) составил: мышьяк: 0,9944, кадмий: 0,9960, ртуть: 0,9955. свинец: 0,9955.

Для определяемых элементов получили хорошее совпадение аттестованных и полученных результатов в пределах доверительного интервала при открываемости 85,2÷98,7%, что подтверждает их правильность.

Внутрилабораторная прецизионность составила: мышьяк: стандартное отклонение (s) =6,10, коэффициент вариации (RSD) = 6,06, доверительный интервал (P=0,95%) (Δ) = ±2,41; кадмий: стандартное отклонение (s) =5,95, коэффициент вариации (RSD) = 5,94, доверительный интервал (P=0,95%) (Δ) = ±2,36; ртуть: стандартное отклонение (s) =9,74, коэффициент вариации (RSD) = 9,50, доверительный интервал (P=0,95%) (Δ) = ±3,85; свинец: стандартное отклонение (s) =4,31, коэффициент вариации (RSD) = 4,27, доверительный интервал (P=0,95%) (Δ) = ±1,70.

Таким образом, показан алгоритм обеспечения качества результатов на примере определения тяжелых металлов в почвах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. В рамках определяемого диапазона доказаны приемлемые линейность, правильность и прецизионность методики.

СРАВНЕНИЕ МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПОЧВЕ

Лукьянова Н.Н., Карпенко И.М.

ФГБУ «Научно-производственное объединение «Гайфун»,
Калужская обл., г. Обнинск, ул. Победы, 4

Загрязнение природной среды нефтью и нефтепродуктами (НП) – острейшая экологическая проблема во многих регионах России. Развитие нефтедобычи и производства нефтепродуктов сопровождается увеличением масштабов нефтяных загрязнений и объемов отходов. Количественная оценка содержания НП в почве необходима для оценки экологического состояния почв, мониторинга изменений этого состояния, принятия решений о реабилитации загрязненных территорий, эффективности мер по рекультивации и т.п. В аналитическом значении к НП чаще всего относят неполярные и малополярные углеводороды, растворимые в гексане и не сорбирующиеся оксидом алюминия. Однако, принятого определения того, что именно необходимо считать «нефтепродуктами в почве» нет.

В настоящее время разработан целый ряд методик измерений содержания массовой доли нефтепродуктов в почве, которые утверждены в качестве нормативных документов. В качестве метода измерений используются газовая и жидкостная хроматография, ИК-, УФ- и флуоресцентная спектроскопия, гравиметрия. Методики имеют различия в рекомендуемых способах извлечения нефтепродуктов из почв, очистки экстрактов от коэкстрактивных веществ, проведении измерений и способах расчета результата анализа. Референтная методика измерений содержания нефтепродуктов в почве в России не разработана.

Была проведена работа по оценке сопоставимости результатов измерений содержания НП в почве по наиболее распространенным методикам (ПНД Ф 16.1:2.2.22-98, МУК 4.1.1956–05, ПНД Ф 16.1:2.21-98, РД 52.18.575–96, РД 52.24.505-2010), а также «Временным методическими рекомендациями по контролю загрязнения почв» (Росгидромет, 1984 г.). Проводили анализ загрязненных образцов почвы, отобранных в ходе экологических обследований в различных регионах России. Также использовались образцы почв различных типов, загрязненных нефтепродуктами в лабораторных условиях.

Было показано, что использование различных утвержденных методик анализа не всегда приводит к получению сопоставимых результатов. Наибольшие расхождения обусловлены различиями в химическом составе нефтепродуктов, загрязняющих почву. Метод флуоресценции можно использовать только в том случае, когда известен тип НП, составляющий основу загрязнения пробы. Чувствительность флуориметра к различным нефтепродуктам отличается более чем в 5 раз. Для ИК-метода расхождение значений градуировочных коэффициентов тех же нефтепродуктов не превышало 20 %. Расхождение результатов анализа загрязненных почв различных типов (дерново-подзолистая, чернозем, серозем карбонатный, краснозем) не превышало погрешности измерений. Различия в рекомендованных способах очистки экстрактов также не оказывают существенного влияния на результат измерений содержания нефтепродуктов в почве. Методом «внесено-найденно» было показано, что наименьшие отклонения от заданного значения массовой доли НП в почве в диапазоне от 20 до 1000 мг/кг были получены при использовании методики «Временных методических рекомендаций...», основанной на ИК спектрометрическом методе.

ВЛИЯНИЕ РЯДА ФАКТОРОВ НА СОДЕРЖАНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ РАЗНОГО ТИПА

Макарова А.И., Трубачева Л.В., Лоханина С.Ю.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Удмуртский государственный университет»,
Россия, 426034, г. Ижевск, ул. Университетская, 1

В современный период неблагоприятное воздействие человечества на природу достигло огромных масштабов. В связи с этим повышается потребность экологических исследований, что является немаловажным для такого сложного объекта окружающей среды как почва. Эта биохимическая система, характеризуется дисперсностью, поликомпонентностью, многофазностью, буферностью, полихимизмом, неоднородностью [1]. Аналитическое исследование почв позволяет оценить их экологическое состояние. Требования к качеству почв установлены СанПиН 2.1.7.1287-03 и ГН 2.1.7.2041-06.

Отобраны образцы трех типов почв (суглинистая, лесная и супесчаная) на территории Малопургинского района Удмуртской Республики. Проведен эксперимент по определению содержания тяжелых металлов (ТМ) (Mn^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+}) рентгенофлуоресцентным методом анализа, результаты которого представлены в таблице. Из приведенных данных видно, что содержание Pb^{2+} превышает предельно допустимые концентрации (ПДК).

Также проведен эксперимент по определению ряда агрохимических показателей для данных типов почв, по результатам которого выявлено, что супесчаная почва обладает большим содержанием органического вещества по сравнению с остальными изученными нами типами почв и имеет реакцию среды, близкую к нейтральной. Суглинистая почва имеет более тяжелый гранулометрический состав. От данных показателей зависит содержание ТМ в почвах: тяжелый гранулометрический состав и высокое содержание органического вещества приводит к связыванию ТМ почвой, кислотность близкая к нейтральной усиливает сорбцию катионообразующих металлов [2].

Таблица 1. Содержание ряда тяжелых металлов в разных типах почв

Показатель качества	Суглинистая	Лесная	Супесчаная	ПДК, мг/кг
MnO , мг/кг	> 950 (~ 1288)	> 950 (~ 1717)	> 950 (~ 1042)	-
в пересчете на Mn^{2+}	~ 998	~ 1330	~ 807	1500
Cu^{2+} , мг/кг	< 20		67 ± 22	55
Zn^{2+} , мг/кг	50 ± 11	38 ± 9	33 ± 8	100
Pb^{2+} , мг/кг	55 ± 24	46 ± 21	61 ± 25	32

По результатам исследования установлено, что супесчаная и суглинистая почва отличаются большим содержанием тяжелых металлов, по сравнению с лесной.

Библиографический список

1. Тетиор А.Н. Городская экология: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / А.Н. Тетиор. – 3-е изд., стер. – М.:Издательский центр «Академия», 2008. – 336 с.
2. Вальков В.Ф. Экология почв: учебное пособие. Часть 3. Загрязнение почв / В.Ф. Вальков, К.Ш. Казеев, С.И. Колесников. – Ростов-на Дону : УПЛ РГУ, 2004. – 54 с.

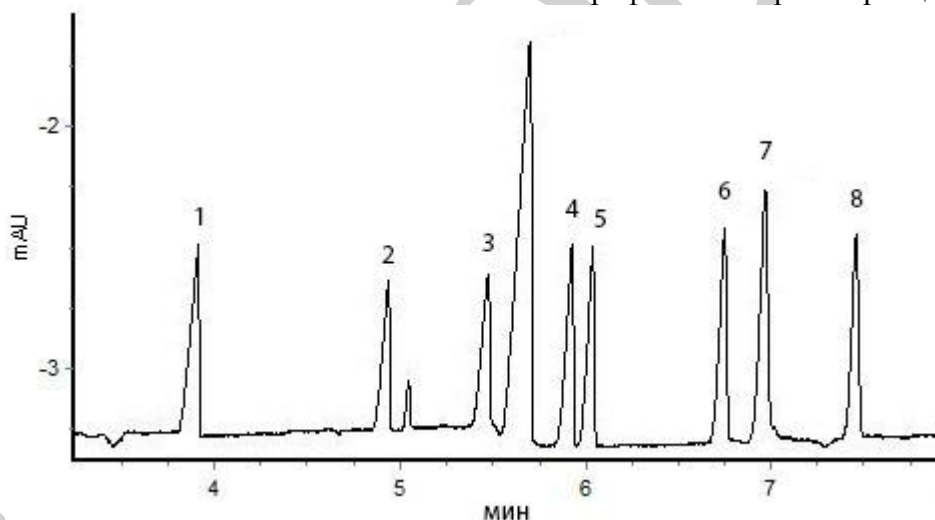
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕТУЧИХ НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ АМИНОВ В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ И ВОДЕ РЫБОХОЗЯЙСТВЕННОГО НАЗНАЧЕНИЯ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ПОСЛЕ ПАРОФАЗНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИИ

Малинина Ю.¹, Каменцев М.Я., Тимофеева И.И., Москвин Л.Н., Якимова Н.М., Кучумова И.Д.

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, 198904, Санкт-Петербург, Петродворцовый район, Университетский проспект, д. 26

Разработана методика одновременного определения аммония и 7 летучих алкиламинов (метиламина, диметиламина, триметиламина, этиламина, пропиламина, изопропиламина и диэтиламина) в пробах питьевых вод и вод рыбохозяйственного назначения, в том числе с добавкой аммония и алкиламинов, методом капиллярного электрофореза после парофазной микроэкстракции.

Парофазную микроэкстракцию аналитов проводили в каплю 0,01 М H_3PO_4 объемом 5 мкл. В качестве фонового электролита для косвенного фотометрического детектирования выбран раствор, содержащий 2 мМ акридина, 20 мМ уксусной кислоты, 0,05% Tween 20. Ввод пробы – гидродинамический. Методика опробована на образцах питьевой воды и воды рыбохозяйственного назначения с добавками аммония и алкиламинов. Правильность результатов подтверждена способом введено–найдено. Разработанная методика обеспечивает диапазон определяемых концентраций от 0,003 до 20 мг/л. В качестве примера приведена электрофореграмма пробы питьевой воды с добавкой ионов аммония и алкиламинов после парофазной микроэкстракции.



Состав фонового электролита: 2 мМ акридина, 20 мМ уксусная кислота, 0,05% Tween 20. Ввод пробы: 30 мбар 10 с. 1 – аммоний; 2 – метиламин; 3 – диметиламин; 4 – триметиламин; 5 – этиламин; 6 – *n*-пропиламин; 7 – изопропиламин; 8 – диэтиламин.

Работа выполнена при поддержке РФФ грант № 16-13-10117.

ИНДИКАТОРНЫЕ БУМАГИ ДЛЯ ЭКСПРЕСС-ОПРЕДЕЛЕНИЯ АМОКСИЦИЛЛИНА

Маракаева А.В., Косырева И.В.

ФГБОУ ВО «СГУ имени Н. Г. Чернышевского»,
410012, Россия, г. Саратов, ул. Астраханская, 83, I корпус

К антибиотикам относят химиотерапевтические вещества, продуцируемые микроорганизмами, а также их производные и синтетические продукты, которые обладают способностью избирательно подавлять в организме возбудителей заболевания или задерживать развитие злокачественных новообразований. На сегодняшний день данный класс лекарственных препаратов является одним из наиболее распространенных в медицинской практике. При этом наиболее широко применяются антибиотики тетрациклинового, хинолонового и β -лактамного рядов.

Амоксициллин – антибиотик широкого спектра действия. Входит в перечень жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов для медицинского применения. Целью настоящей работы является создание тест-средств для экспресс-определения амоксициллина в фармацевтических формах и лекарственных препаратах.

В качестве тест-средств нами предложены целлюлозные индикаторные бумаги различной пористости с иммобилизованным нингидрином и п-диметиламинобензальдегидом (п-ДМАБ). При выборе оптимальных условий варьировали: концентрации реагентов, pH, температуру и время высушивания.

Получены цветовые шкалы для визуально-колориметрического и цветометрического определения содержания антибиотика. Цветометрическую обработку полученных тест-систем осуществляли с применением цифровых технологий, программы Adobe Photoshop CS5 и разработанной нами авторской онлайн-программы, позволяющей проводить расчеты с привлечением удаленного сервера в сети интернет и не требующей специализированного программного обеспечения. Определены значения цветовых параметров по цветовым моделям RGB, CMYK, HSB. Оптимальным каналом для системы нингидрин – амоксициллин был выбран канал G. Получена линейная зависимость интенсивности этого параметра от концентрации антибиотика: $y = 38,9 \cdot x + 30,6$; $r^2 = 0,99$ (НГОС= $5,0 \cdot 10^{-4}$ М, ДОС= $5,0 \cdot 10^{-4}$ М- $1,0 \cdot 10^{-1}$ М). Для системы п-ДМАБ – амоксициллин оптимальным каналом выбран S, зависимость интенсивности канала от концентрации имеет также линейный вид: $y = -14,7 \cdot x + 79,2$; $r^2 = 0,99$ (НГОС= $5,0 \cdot 10^{-4}$ М, ДОС= $5,0 \cdot 10^{-4}$ М- $1,0 \cdot 10^{-1}$ М).

Построены профили лепестковых диаграмм в координатах цветовых параметров R, G, B, C, M, Y, K. Количественную оценку осуществляли по линейным зависимостям параметров площадь (S), периметр (P) лепестковых диаграмм от концентрации (pC) антибиотика. Зависимость S – pC для системы нингидрин – амоксициллин имеет вид: $y = 12677 \cdot x + 7189,2$; $r^2 = 0,98$; зависимость P – pC: $y = 109,79 \cdot x + 364,28$; $r^2 = 0,99$. Зависимость S – pC для системы п-ДМАБ – амоксициллин: $y = 3287,5 \cdot x + 34325$; $r^2 = 0,94$.

На основании проведенных исследований разработана и апробирована простая, экспрессная методика определения антибиотика в двух лекарственных препаратах отечественных марок, выпускаемых в виде таблеток. Содержание амоксициллина, найденное с помощью разработанных тест-средств, соответствует заявленному производителями и находится в интервале 250 ± 25 мг.

НОВАЯ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКАЯ МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ Ni(II) В
СТОЧНЫХ ВОДАХ

Марданова В.И.¹, Тахирли Ш.А.², Гусейнов И.Ш.², Чырагов Ф.М.¹

¹ Бакинский Государственный Университет

email: ciraqov@mail.ru

² Ленкоранский Государственный Университет

β -дикетоны и их производные широко применяются для фотометрического и экстракционно-фотометрического определения ряда металлов. Поэтому синтез новых органических реагентов на основе β -дикетона и изучение их аналитических возможностей представляется аналитической задачей.

Реагент синтезирован по известной методике. Состав и строение синтезированных соединений установлено методами элементного анализа, ИК и ЯМР спектроскопии.

Реагент хорошо растворяется в этаноле и ацетоне.

Спектрофотометрическим методом изучено комплексообразование Ni^{2+} с синтезированным реагентом. Установлены оптимальные условия комплексообразования: pH = 6, $\lambda_{max} = 452$ нм. Изучено влияние третьих компонентов на комплексообразование. В качестве третьего компонента использовали фенонтролин. Изучены оптимальные условия комплексообразования: NiR-Фен pH = 5, $\lambda_{max} = 481$ нм. Наблюдается батохромный сдвиг. Установлен состав комплексов методами изомолярных серий и Старика-Барбанеля, состав комплексов Ni:R=1:2, Ni:R:Фен=1:2:2. Изучен интервал подчиняемости закону Бера 0,46-2,78 (NiR) и 0,11-2,32 (NiR-Фен) мкг/мл. Для расчета констант устойчивости комплексов использовали метод пересечения кривых.

Молярный коэффициент поглощения равен 8750 (NiR) и 12050 (NiR-Фен).

Влияние посторонних ионов и маскирующих веществ на комплексообразование никеля(II) показывает, что комплекс избирателен в присутствии третьего компонента. Ионы не мешают на комплексообразование. Эту методику можно применить для определения никеля(II) в сточных водах.

СПОСОБ ПРОБОПОДГОТОВКИ НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ ПОЧВ ДЛЯ
МОНИТОРИНГА СОСТОЯНИЯ ОБЪЕКТА

Марютина Т.А., Мусина Н.С.

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
119991, Россия, г. Москва, ул. Косыгина, 19

Организация мониторинга состояния почв в районах промышленных производств, нефтедобычи и нефтепереработки является актуальной задачей, особенно с учетом увеличения техногенного воздействия на окружающую среду в связи с утечками и авариями нефти и нефтепродуктов. Существующая методика определения концентрации содержания нефти и нефтепродуктов в почвах с применением ИК-спектроскопии, не позволяет однозначно судить о качественном составе обнаруженных углеводородов, поскольку на стадии пробоподготовки образец высушивается при этом теряя большую часть легких углеводородных компонентов.

Согласно методике ПНД Ф 16.1:2.2.22-98 для определения концентрации нефтепродуктов в почве образцы почв высушивают при комнатной температуре до воздушно-сухого состояния, при этом заведомо теряются легкие нефтепродукты (бензин, лигроин), а также индивидуальные соединения, входящие в состав нефтепродуктов, что сильно отражается на получаемых результатах. Особенно если речь идет о загрязнении легкими углеводородами.

В настоящей работе авторами апробирован новый способ пробоподготовки почв, загрязненных нефтепродуктами, позволяющий определить полное содержание углеводородов в анализируемом образце, включая легкие углеводородные компоненты, которые обычно теряются при высушивании образца согласно стандартной методике ПНД Ф 16.1:2.2.22-98. Разработанный способ пробоподготовки заключается в размещении анализируемого образца почвы, загрязненного нефтепродуктами, в сосуд определенной конструкции, в верхней части которой размещена колонка с адсорбентом. Образец почвы постепенно нагревается до 40-60 °С и выдерживается при данной температуре до полного высушивания. По завершению процесса колонка с адсорбентом и поглощенными легкими углеводородами нефтепродуктов промывается растворителем, и полученный раствор анализируется на ИК-спектрометре для количественного определения испарившейся части легких нефтепродуктов.

Предложенный метод особенно актуален для проведения мониторинга состояния почв. Способ пробоподготовки апробирован на модельных образцах почв, загрязненных бензиновой и дизельной фракциями. Исследовано влияние различных растворителей (хлороформ, н-гексан, четыреххлористый углерод, толуол) и типов сорбентов для оценки доли легких углеводородов в нефтезагрязненном образце. Подобраны оптимальные параметры проведения процесса извлечения легких фракций из почв и концентрирования их на сорбенте.

Предложенный способ ляжет в основу разработки оригинального метода контроля и количественного определения концентрации нефтепродуктов в загрязненных почвах.

СОРБЦИОННО-ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЗЭ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КРЕМНЕЗЕМА, ПОСЛОЙНО МОДИФИЦИРОВАННОГО ПОЛИГУАНИДИНОМ, ФЕРРОНОМ ИЛИ ТАЙРОНОМ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ И КЕРАМИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ

Метелица С.И., Буйко О.В., Дидух-Шадрин С.Л., Хилло Ю.Д.

Сибирский федеральный университет, 660041, Красноярск, пр-т Свободный, 79

Разработка доступных экспрессных методик определения индивидуальных редкоземельных элементов в их смеси является актуальной задачей. При соответствующем подборе лиганда ряд РЗЭ образуют люминесцирующие комплексы, что используется при их люминесцентном определении. Повышение селективности и чувствительности определения достигается за счет предварительного сорбционного концентрирования и последующего люминесцентного определения РЗЭ непосредственно в фазе сорбента. В данной работе в качестве сорбентов для концентрирования и определения Tb(III), Y(III) и Sc(III) предложен кремнезем, нековалентно послойно модифицированный полигексаметиленгуанидином и 1,2-диоксибензол-3,5-дисульфокислотой (тайрон, SiO₂-ПГМГ-Тайрон) или 7-йод-8-оксихинолин-5-сульфокислотой (феррон, SiO₂-ПГМГ-Феррон). Матрица сорбентов – кремнезем характеризуется отсутствием собственной окраски и люминесценции. Сорбент SiO₂-ПГМГ-Тайрон (C_{групп}=32 мкмоль/г) не имеет собственной окраски, а SiO₂-ПГМГ-Феррон (C_{групп} = 2,8 мкмоль/г) имеет слабую желтую окраску.

В процессе сорбции Tb(III) на поверхности сорбента SiO₂-ПГМГ-Тайрон образуются комплексы, люминесцирующего зеленым цветом ($\lambda_{\text{возб}} = 328$ нм и $\lambda_{\text{люм}} = 547$ нм), а при сорбции Y(III) или Sc(III) на поверхности сорбента SiO₂-ПГМГ-Феррон образуются комплексы люминесцирующие желто-зеленым цветом ($\lambda_{\text{возб}} = 338$ нм, $\lambda_{\text{люм}} = 490$ нм и $\lambda_{\text{возб}} = 340$ нм, $\lambda_{\text{люм}} = 500$ нм) соответственно для Y(III) или Sc(III).

Максимальная степень извлечения (99 %) Tb(III) сорбентом SiO₂-ПГМГ-Тайрон и максимальная интенсивность люминесценции поверхностного комплекса достигается в диапазоне pH 5,5-8,0. Сорбент SiO₂-ПГМГ-Феррон количественно извлекает Y(III) и образует поверхностные комплексы с максимальной интенсивностью люминесценции в диапазоне pH 5,0-8,0, а Sc(III) – pH 6,5-8,0.

Время установления сорбционного равновесия при извлечении Tb(III) сорбентом SiO₂-ПГМГ-Тайрон и достижение максимальной интенсивности люминесценции поверхностного комплекса составляет 5 мин. При использовании сорбента SiO₂-ПГМГ-Феррон время установления сорбционного равновесия при извлечении Y(III) и Sc(III) и достижение максимальной люминесценции не превышает 10 мин.

Методом сдвига равновесия определена стехиометрия поверхностных комплексов Tb(III), Y(III) и Sc(III) равная Me:L=1:3.

Проведенные исследования использованы при разработке методик сорбционно-люминесцентного определения Tb(III) с использованием сорбента SiO₂-ПГМГ-Тайрон и Y(III) с использованием сорбента SiO₂-ПГМГ-Феррон с пределами обнаружения 4 мкг/л и 2 мкг/л для Tb(III) и Y(III) соответственно. Линейность диапазона определяемых содержаний сохраняется в диапазоне 10-160 мкг/л для Tb(III) и 6-500 мкг/л для Y(III) при коэффициенте концентрирования равном 10.

Разработанные методики сорбционно-люминесцентного определения Y(III) и Tb(III) опробованы при анализе природных вод и Tb(III) в образце керамики. Правильность полученных результатов подтверждена методом «введено-найдено» и масс-спектрометрическим методом с индуктивно связанной плазмой.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-33-00105.

ЧЕРНОВИК

МОНИТОРИНГ ПОЧВЕННЫХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ
РАЗРАБОТАННЫХ МОДУЛЕЙ-СОРБЕРОВ ДЛЯ ПАССИВНОГО ПРОБООТБОРА И
ПОСЛЕДУЮЩИМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ АНАЛИЗОМ С
ТЕРМОДЕСОРБЦИЕЙ

Минаков Д.А., Захарова А.М., Гринштейн И.Л.

ООО «Аналит Продактс»,
199106, Санкт-Петербург, 26 линия В.О., д. 15, к. 2, лит. А, офис 9
email: 08dm@analit-spb.ru

Начиная с середины XIX века человечество перешло в индустриальную эпоху, которая характеризуется существенным воздействием на окружающую среду.

В случае загрязнения почвы распространение загрязняющих веществ может проходить в течение длительного времени после разлива или намеренного слива химикатов. Из почвы экотоксиканты попадают в грунтовые воды, водоемы и воздушную среду.

Для мониторинга загрязнения почв удобно использовать пассивный пробоотбор на сорбенты с последующей термодесорбцией и хромато-масс-спектрометрическим определением качественного и количественного состава. Такой подход позволяет оценить накопление токсикантов в течение длительного периода и дает возможность охватить значительную территорию. Данный способ имеет существенный недостаток. Незащищенные сорбенты подвержены влиянию загрязнений и влаги, что может приводить к их порче. Результаты, получаемые в этом случае, не могут считаться достоверными.

Нами была разработана конструкция модулей-сорберов для пассивного пробоотбора, позволяющая защитить сорбент от влаги и загрязнений. Модуль-сорбер представляет собой алюминиевый корпус. Внутри корпуса фиксируется трубка из мелкоячеистой сетки, заполненная сорбентом. Заглушка модуля-сорбера изготовлена из фторопласта с отверстиями для проникновения аналитов из почвы. В собранном состоянии заглушка обращена вниз, экотоксиканты способны свободно диффундировать в модуль-сорбер. В качестве сорбента использовался TenaxTA, как наиболее универсальный. Подготовка сорбента и его упаковка в сорбционную трубку проводится в лаборатории, затем в герметичном состоянии сорбционная трубка транспортируется к месту пробоотбора, где помещается в модуль-сорбер, который устанавливается в место пробоотбора. По окончании пробоотбора модуль возвращается в лабораторию для проведения анализа. Существенным плюсом данного решения является то, что верхняя часть изделия герметична и в случае затопления внутри образуется воздушный колокол, который препятствует попаданию влаги на сорбент. Производство модулей-сорберов налажено в России, что позволило снизить их стоимость по сравнению с импортными аналогами.

Эффективность разработанных модулей-сорберов оценивалась по веществам, характерным для нефтехимического загрязнения. В качестве объекта исследования были выбраны почвы густонаселенных районов города Санкт-Петербурга и ближайших пригородов. Маркерами загрязнения легкими нефтепродуктами и бытовыми растворителями являлись толуол и бензол, тяжелыми нефтепродуктами – тридекан, тетрадекан и пентадекан. Также проводилось качественная идентификация всех обнаруженных компонентов.

В работе использовали газовый хромато-масс-спектрометр ShimadzuGCMS-QP2020, библиотеки масс-спектров NIST 17 и термодесорбер MarkesUNITY-xr. Пределы обнаружения составили около 1 нг в пересчете на сорбционную трубку для различных компонентов.

СТОЙКИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ ЗАГРЯЗНИТЕЛИ В ЭКОСИСТЕМЕ БАССЕЙНА РЕКИ СЕЛЕНГИ

Морозов С.В.¹, Шурапова Г.С.²

¹ Новосибирский институт органической химии СО РАН,
630090, Россия, г. Новосибирск, проспект Академика Лаврентьева, д. 9

² Байкальский институт природопользования СО РАН,
670047, Россия, Республика Бурятия, г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, д. 6

В работе представлены результаты многолетних исследований биогеохимических закономерностей поступления, распределения и аккумуляции стойких органических загрязнителей (СОЗ) в бассейне р. Селенги на территории России и Монголии крупнейшей озерно-речной экосистемы Внутренней Азии.

Методом хромато-масс-спектрометрии с использованием детектирования по индивидуальным характеристичным ионам и по полному ионному току определено содержание СОЗ в поверхностных и подземных водах, донных осадках и биоиндикаторных организмах (двустворчатые моллюски *Colletopterum*, плотва *Rutilus*, щука *Esox lucius*, сом *Silurus glanic*) бассейна р. Селенги на территории России и Монголии.

Получены хроматографические профили (fingerprint), установлены детальные составы и современные уровни содержания СОЗ (хлорорганические пестициды - ХОП, полихлорированные бифенилы – ПХБ, полициклические ароматические углеводороды – ПАУ, а также фенолы – Ф и нефтяные углеводороды – НУ) в различных объектах окружающей среды.

Установлены характерные загрязняющие вещества для южной, центральной и северной частей оз. Байкал, коэффициенты биоконцентрирования ХОП, ПХБ и ПАУ, распределение легких и тяжелых ПАУ, изомеров полихлорированных бифенилов в воде, донных осадках и жире нерпы, характерные профили алифатических углеводородов, определяющих уровни антропогенного и природного загрязнения

Анализ изомерного состава ПХБ в донных отложениях оз. Байкал и бассейна р. Селенги показал, что преобладают тетра-, пента- и гексахлорбифенилы в соотношении, соответствующим технической смеси «Совол».

Исследованы процессы хемодинамики СОЗ в экосистеме бассейна р. Селенги и оз. Байкал. Установлено, что в российской части бассейна р. Селенги происходит «разгрузка» СОЗ, поступающих с монгольской стороны

Проведен анализ источников поступления СОЗ в экосистему бассейна р. Селенги (донные осадки и поверхностные воды) по характерным соотношениям маркерных соединений. Показано, что ПАУ поступают преимущественно за счет пиролитических процессов, связанных со сжиганием угля, нефтепродуктов и древесины. Поступление ХОП и ПХБ обусловлено глобальным переносом и локальными антропогенными источниками.

На примере печени рыб – биоиндикаторов установлен следующий порядок аккумуляции СОЗ: ПХБ > ХОП > ПАУ. Таким образом, ПХБ является доминантным загрязнителем печени рыб и, по-видимому, отражает устойчивое и интенсивное использование его в прошлом в бассейне р. Селенги.

Рассматриваемый подход позволяет выявлять критические экологические факторы, устанавливая пути их воздействия на население, проводить оценку риска и на этой основе управлять качеством окружающей среды в целях обеспечения здоровья населения и устойчивого развития регионов.

Все аналитические работы проведены в Испытательном аналитическом центре НИОХ СО РАН (аттестат аккредитации РОСС RU.0001.510483).

ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ВЗВЕШЕННЫХ ЧАСТИЦ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА В ЧЕРТЕ ГОРОДА МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Новиков А.И.¹, Гапоненков И.А.², Дрогобужская С.В.¹

¹ Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева – обособленное подразделение Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук» (ИХТРЭМС КНЦ РАН), 184209, г. Апатиты, Мурманская обл., мкр. Академгородок, д. 26а

² Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Мурманский государственный технический университет» (ФГБОУ ВО «МГТУ»),

183010, Россия, г. Мурманск, ул. Спортивная, 13

В результате активного развития промышленности постоянно возрастает антропогенная нагрузка на окружающую среду. Важно определить источник загрязнения и степень его воздействия на экосистему. На сегодняшний день проведено множество исследований в области определения уровня и источников данного воздействия.

Современные методы анализа с применением высокочувствительного оборудования дают возможность максимально точно определить те элементы, которые поступают в окружающую среду, и на основании полученных данных определить вероятный источник загрязнения.

Цель данной работы заключалась в определении вклада каменноугольной пыли в общее пылевое загрязнение города, т.е. провести исследования взвешенных частиц атмосферного воздуха и определить массовую долю содержащейся в них каменноугольной пыли. Было предложено провести элементный анализ пыли методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП МС) и сравнить её химический состав с составом каменного угля, отобранного с угольных площадок ТЭЦ в черте города. В процессе анализа были выбраны «реперные» элементы, по которым проводилось сравнение, и расчет массовой доли каменноугольной пыли от общей массы взвешенных частиц. Измерения проводили на приборе ELAN 9000 DRC-e (Perkin Elmer).

В результате, разработана и апробирована методика определения массовой доли каменноугольной пыли во взвешенных частицах атмосферного воздуха, которая включает несколько этапов: проведение прокачки атмосферного воздуха для получения взвешенных частиц на тefлоновом фильтре; определение массы уловленных частиц; определение массовой доли элементов.

Были проанализированы взвешенные частицы атмосферного воздуха, отобранные в нескольких точках города, а также образцы каменноугольной пыли с территории ТЭЦ, расположенных неподалеку от мест отбора проб, оценен элементный состав и определены содержания макро и микро-компонентов в отобранных пробах.

По результатам элементного анализа и с учетом выбранных «реперных» элементов, в исследуемых образцах определен процент содержания каменноугольной пыли от общей массы уловленной пыли, который, в среднем, составлял не более 17.5 % за период контроля.

Проведенные исследования позволяют составить более полную картину загрязнения атмосферного воздуха, определить источники и их вклад в общее загрязнение и определить пути снижения антропогенной нагрузки на окружающую среду.

АКТУАЛЬНОСТЬ МОНИТОРИНГА НИТРАТОВ В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ

Нурисламова Т.В., Мальцева О.А., Пермякова Т.С., Чинько Т.В.

Федеральное бюджетное учреждение науки «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения»,
614045, Россия, г. Пермь, ул. Монастырская, 82

Важной проблемой водохозяйственного комплекса России, отмеченной в водной стратегии Российской Федерации, является несоответствие качества питьевой воды гигиеническим нормативам. Наблюдается тенденция к увеличению содержания нитратов в водных объектах, используемых в качестве источников хозяйственно-питьевого водоснабжения.

По нормам Всемирной организации охраны здоровья для человека допустимая суточная норма нитратов составляет не более 50 мг. Учитывая способность нитратов накапливаться в организме, предельно допустимая концентрация в соответствии с ГН 2.1.5.1315-03 в воде централизованного водоснабжения не должна превышать 45 мг/л.

Опасность нитратов заключается в том, что при попадании в организм в результате эндогенного синтеза доказано образование канцерогенных N-нитрозоаминов.

По качеству питьевой воды Пермский край относится к территориям с повышенной химической нагрузкой на население. На отдельных территориях Пермского края в 15% проб питьевой воды зафиксированы превышения по нитратам до 5 ПДК.

Для оценки степени неблагоприятного воздействия N-нитрозоаминов и нитратов на здоровье населения в 2014-2017 гг. сотрудниками ФБУН «ФНЦ МПТ УРЗН» проведены комплексные химико-аналитические, биохимические и иммунологические исследования биологических сред детского населения, проживающего на территориях Пермского края.

Для системы медико-биологического мониторинга обоснованы региональные фоновые уровни в биологических средах, которые составили для нитратов в моче $29,95 \pm 2,135$ мг/дм³, для N-нитрозодиметиламина – $0,00025 \pm 0,00008$ мг/дм³ и для N-нитрозодиэтиламина – $0,00145 \pm 0,0008$ мг/дм³ в крови. Содержание N-нитрозоаминов в крови и нитратов в моче населения, проживающего на территории с повышенным содержанием нитратов, превышало фоновые уровни в крови по N-нитрозодиметилмину в 14,4 раза, по N-нитрозодиэтилмину – в 2,2 раза, по нитратам в моче – в 2,2 раза.

С целью установления повышенных концентраций на территории Пермского края проведены исследования по определению содержания нитратов в питьевой воде.

На основании результатов проведенных исследований следует рекомендовать жесткий контроль содержания нитратов в питьевой воде, поскольку превышение уровня ПДК (45 мг/дм³) ведет к увеличению концентрации канцерогенных N-нитрозоаминов в крови, что приводит к увеличению уровня фетальных белков в крови. Данное явление может рассматриваться в качестве сигнального показателя наличия процесса пролиферации при данном уровне нагрузки нитратов в питьевой воде.

Выполненные исследования подтверждают необходимость выполнения систематического контроля содержания нитратов в питьевой воде для предотвращения негативного воздействия и оценки риска здоровью населения.

ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ТИГЕЛЬНЫХ АТОМИЗАТОРОВ ТВЕРДЫХ ОБРАЗЦОВ В ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Орешкин В.Н.¹, Цизин Г.И.²

¹ Федеральный исследовательский центр «Пушкинский научный центр биологических исследований РАН», г. Пушкино

² Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова РАН

Развитие прямого атомно-абсорбционного (АА) и атомно-флуоресцентного (АФ) анализа твердых образцов неизменно связано с разработкой более совершенных графитовых электротермических атомизаторов (кювет, печей, тиглей, стержней, электродов и др.). Такое направление исследований оказалось весьма плодотворным для решения задач по определению микрокомпонентов в объектах окружающей среды и геолого-геохимических образцах, прежде всего, вследствие расширения функций атомизаторов. Например, анализировали матрицы-концентраты в графитовом атомизаторе-тигельной цилиндрической микроколонке после динамического концентрирования элементов из вод и растворов на ДЭТАТА-сорбенте.

Для определения ультрамалых количеств редких и рассеянных элементов (Ag, Bi, Cd, Hg, Pb, In, Tl) в объектах окружающей среды применяли графитовые атомизаторы твердых образцов и концентратов типа «тигель-ячейка», «тигель-цилиндр-ячейка», «тигель-ячейка-стержень» и др. Атомизаторы конструировали на базе известной модели тигля-испарителя из отдельных вертикально расположенных друг над другом блоков (тигли, цилиндры, ячейки, стержни, диафрагмы-фильтры) с независимым поперечным нагревом. Разработанные модели атомизаторов обеспечивают применение не только раздельной оптимизации нагрева зон испарения и атомизации и испарение аналитов в изотермическую аналитическую зону, но и других подходов для уменьшения неселективных помех и матричных влияний и улучшения метрологических характеристик АА определения. Наиболее эффективны варианты фракционного испарения твердых образцов (масса до 30-50 мг) и конденсации паров элементов в рабочем объеме атомизаторов с последующим анализом конденсатов. Для определения элементов в образцах с высоким содержанием органического вещества (почвы, донные отложения, концентраты и взвеси природных вод и др.) фракционное испарение осуществляли на стадиях низкотемпературного и высокотемпературного термического разложения компонентов. Одновременный анализ двух конденсатов или термомодифицированного образца и конденсата возможен в атомизаторе с двумя зонами испарения и общей изотермической аналитической зоной. Предложены варианты фракционного отделения/концентрирования, включающие дополнительное использование фильтрации паров элементов через пористые графитовые фильтры на стадии испарения твердого образца. Показана возможность и иного подхода: атомизации конденсата с фильтрацией паров в изотермической аналитической зоне. Пределы обнаружения элементов в твердых образцах с применением различных вариантов анализа с предварительной «чистой» (без реагентов-модификаторов) пробоподготовкой составили 0,001–0,005 ppm (Ag, Cd), 0,005–0,05 (Bi, In, Hg, Tl, Pb). Относительное стандартное отклонение на уровне значений в ~5 раз выше предела обычно не хуже 0,2. Для проверки правильности использовали различные способы, включая анализ международных геохимических стандартов состава. АА метод с тигельными атомизаторами использован в геоэкологических исследованиях микроэлементного состава объектов окружающей среды.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ СОДЕРЖАНИЙ МЕТАЛЛОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ
МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА В ПОЛНОМ ВНЕШНЕМ
ОТРАЖЕНИИ С ВОЛНОВОДОМ-РЕФЛЕКТОРОМ

Панчук В.В.^{1,2}, Гойденко А.А.¹, Кирсанов Д.О.¹, Семенов В.Г.^{1,2}

¹ Институт химии СПбГУ, 198504, Петергоф, Университетский пр., 26

² Институт аналитического приборостроения РАН,
198103, Россия, Санкт-Петербург, Рижский пр., 26

Рентгенофлуоресцентный анализ в условиях полного внешнего отражения (РФА ПВО) является быстро развивающимся методом анализа следовых количеств элементов. К основным преимуществам метода относят экспрессность, возможность одновременного определения большого числа элементов и относительно высокую чувствительность по сравнению с традиционными схемами рентгенофлуоресцентного анализа. Кроме того данный метод не требует сложной пробоподготовки и дорогостоящих расходных материалов. РФА ПВО к настоящему времени нашел широкое применение для элементного анализа в материаловедении, геологии, экологии, медицине и т.д. Тем не менее, существует круг аналитических задач, где чувствительность РФА-ПВО недостаточна. В первую очередь это касается задач экологической химии и медицины, требующих определения содержания элементов на уровне предельно допустимых концентраций (ПДК), значения которых для некоторых тяжелых металлов составляют доли мкг/л. Это ограничение метода, как правило, компенсируется применением различных подходов к концентрированию аналитов. Другим способом повышения чувствительности является инструментальное улучшение соотношения сигнал/шум путем увеличения интенсивности возбуждающего излучения и снижения доли регистрируемого рассеянного излучения. Применение планарных волноводов, которые представляют собой трехслойные системы, состоящие из отполированных твердых поверхностей с воздушным зазором между ними, позволяет увеличить плотность потока рентгеновских квантов без увеличения мощности источника излучения. Планарные волноводы в рентгеновской оптике, как правило, применяются для коллимации рентгеновского излучения и формирования потока возбуждающего излучения с малой угловой расходимостью, требующегося для реализации условий полного внешнего отражения. С другой стороны использование волновода в качестве рефлектора (подложки, на которую наносится образец в РФА ПВО) позволит с одной стороны увеличить интенсивность возбуждающего излучения в области образца и с другой стороны уменьшить долю рассеянного излучения. Это приведет к увеличению соотношения сигнал/шум и тем самым к снижению предела определения элементов. В докладе будет рассмотрено влияние основных параметров планарного волновода на соотношение сигнал/шум в РФА ПВО спектрах. Будут продемонстрированы результаты определения содержаний ряда элементов (V, Mn, Co, Cu, As, Mo, Ag, Sn, Pb, Bi) в водных средах на уровне ПДК и преимущества предложенного подхода по сравнению с традиционным РФА ПВО. Для кадмия и ртути будут приведены пределы обнаружения.

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ 18-19-00151.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗОТОПНОГО СОСТАВА
ПРИРОДНЫХ ВОД И АТМОСФЕРНЫХ ОСАДКОВ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ
ИССЛЕДОВАНИЯХ

Папина Т.С.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт водных и экологических проблем Сибирского отделения Российской
академии наук (ИВЭП СО РАН),
656038, Россия, г. Барнаул, ул. Молодежная, 1

В докладе будет представлен критический обзор существующих методов определения стабильных изотопов воды (^{18}O , ^2H), а также исторический экскурс становления и развития изотопных методов анализа (включая приборное оснащение) и их использование в современных и палео климатических и гидрологических исследованиях.

Соотношения стабильных изотопов кислорода (^{18}O) и водорода (^2H) в природных водах, ледниках и атмосферных осадках являются важными климатическими индикаторами и применяются для: разработки и верификации прогностических моделей циркуляции атмосферы, например, в рамках программы GCM IPCC (ESM5-wiso – гидрологические циклы; EMAS – тропосферно- стратосферные обменные процессы); расчетов водного баланса и оценки составляющих поверхностного водного стока; реконструкции палеоклимата; идентификации источников атмосферной влаги. На основе анализа проводимых в РФ водно-изотопных исследований в докладе будут представлены основные в этом направлении результаты, позволяющие:

- 1) идентифицировать источники атмосферной влаги в различных регионах страны;
- 2) оценить влияние климатических изменений на водный и углеродный циклы в зоне таяния вечной мерзлоты;
- 3) изучать палеоклимат и делать обоснованный прогноз региональных климатических изменений.

ЭКСПРЕСС-МОНИТОРИНГ СОДЕРЖАНИЯ ФАРМПРЕПАРАТОВ В СТОЧНЫХ
ВОДАХ ПРЕДПРИЯТИЙ

Паикова Е.Б., Новикова К.П.

ООО «БИОН»,

249031, Калужская область, г. Обнинск, Киевское шоссе, 109 км

Рост потребления фармацевтических препаратов в современном мире определяет необходимость контроля их содержания в объектах окружающей среды. Одной из наиболее актуальных задач является мониторинг наличия активных лекарственных компонентов в природных и питьевых водах. Также особое внимание уделяют контролю содержания следовых количеств фармацевтических препаратов в сточных водах на площадках предприятий-производителей активных фармацевтических субстанций (АФС).

Нами был предложен и отвалидирован экспрессный и чувствительный подход для одновременного многокомпонентного определения 20 различных АФС в сточных водах. Анализ проводили сразу же после отбора проб методом ВЭЖХ-МС в режиме мониторинга выделенных ионов, что позволило избежать длительной процедуры прекоцентрирования на стадии пробоподготовки. Разделение осуществляли на колонке Gemini-NXC18 с использованием в качестве подвижной фазы 20 мМ ацетата аммония (рН 4.0) и ацетонитрила в градиентном режиме. Использование одновременного детектирования в режиме положительных и отрицательных ионов с источником электрораспылительной ионизации позволило добиться определения всех аналитов с очень высокой селективностью в течение 15 минут.

Предлагаемый подход характеризуется высокой воспроизводимостью ($RSD < 5\%$), и чувствительностью (пределы обнаружения варьировались от 100.0 нг/л (для мельдония дигидрата) до 10.0 нг/л (Золедроновая кислота)).

Данная методика была успешно внедрена в практику отделом Обеспечения Качества фармацевтической компании Бион для рутинного контроля сточных вод согласно требованиям GMP.

ВОЗМОЖНОСТИ СПЕКТРОМЕТРА С МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМОЙ
«ГРАНД-СВЧ» ПРИ АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Пелипасов О.В., Путьмаков А.Н., Лабусов В.А.

Институт автоматизации и электротехники Сибирского отделения Российской академии наук (ИАиЭ СО РАН),

Россия, 630090, г. Новосибирск, Академгородок, пр. Коптюга, 1

email: pelipasov@gmail.com

В настоящее время для элементного анализа растворов широко используют методы атомно-абсорбционного анализа с электротермическим и (или) пламенным атомизаторами и атомно-эмиссионного спектрального анализа с аргоновой индуктивно связанной плазмой. Несмотря на широкую популярность этих методов анализа, у аналитических лабораторий, существует потребность в разработке и внедрении спектрометров с новыми источниками возбуждения, которые смогли бы стать дополнением или заменой к уже существующему парку приборов при условии повышения аналитических характеристик, надежности, легкости работы на новом оборудовании и снижения себестоимости анализа. Поскольку для создания микроволновой (2450 МГц – разрешенная для промышленного и бытового применения частота) плазмы (МП) используют азот, который современные генераторы азота позволяют получать из воздуха, метод атомно-эмиссионного спектрального анализа с азотной МП становится привлекательным для решения ряда аналитических задач.

Сотрудниками компании «ВМК-Оптоэлектроника» (Россия) создан спектрометр с микроволновой азотной плазмой атмосферного давления «оптимальной» для эффективного нагрева, испарения и возбуждения жидких проб формой плазмы (рис.1) Для получения и регистрации оптических спектров применен полихроматор «Гранд-2» с двумя гибридными сборками линеек фотодетекторов БЛПП-2000. Полихроматор позволяет одновременно регистрировать спектр в области 190-780 нм со временем интегрирования от 2 мс. Получены аналитические характеристики спектрометра «Гранд-СВЧ»: диапазон линейности градуировочного графика составляет 5 порядков (рис. 2) концентраций с использованием одной спектральной линии и с возможным расширением до 7 порядков с дополнительной линией меньшей интенсивности, что соответствует диапазону спектрометров ИСП и существенно превышает диапазоны пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (2-3 порядка) и существующих МП-АЭС (4 порядка); долговременная стабильность аналитического сигнала, измеренного в течение 6 часов без использования внутреннего стандарта, составляет не более 2 % ОСКО; полученные значения пределов обнаружения не уступают спектрометрам с микроволновой плазмой, пламенным атомно-абсорбционным спектрометрам и сравнимы с современными ИСП спектрометрами с радиальным обзором.



ИСП

Гранд-СВЧ

Рисунок 1. Фотографии аксиального и радиального обзора ИСП плазмы (слева) и созданной МП плазмы (справа)



Рисунок 2. Градуировочный график Co (345.35 нм) от 0,0058 до

КОНТРОЛЬ ТЯЖЁЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОВЕРХНОСТНЫХ ПРИРОДНЫХ ВОДАХ
ХАНТЫ-МАНСИЙСКОГО АВТОНОМНОГО ОКРУГА-ЮГРЫ
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Петрова Ю.Ю., Булатова Е.В.

Сургутский государственный университет, 628412, Россия, г. Сургут, пр. Ленина, 1

Ханты-Мансийский автономный округ-Югра (ХМАО-Югры) со второй половины прошлого столетия стал крупнейшим нефтегазодобывающим промышленным центром России. Кроме того, активная урбанизация этих территорий привела к загрязнению многочисленных водных ресурсов, в т.ч. и крупных рек, таких как Обь и Иртыш, уровнем многих тяжелых металлов в которых постоянно превышает предельно допустимые концентрации (ПДК). Особенно это отмечается для железа и марганца, являющихся типоморфными элементами таёжных ландшафтов Западной Сибири. Содержание железа в р. Обь значительно возросло в годы активного освоения нефтяных месторождений. В ряде районов, расположенных в северо-западной части ХМАО-Югры, отмечены высокие концентрации ртути, в Оби после впадения Иртыша повышено содержание меди.

В данной работе для оценки загрязнения тяжелыми металлами природных вод ХМАО-Югры было проведено спектрофотометрическое определение железа(III), марганца(II) и меди(II), а также изучено сорбционное концентрирование железа(III) в природных водах с использованием слоистых двойных гидроксидов. Методики спектрофотометрического определения железа(III) и меди(II) основаны на реакциях образования окрашенных комплексов с сульфосалициловой кислотой и диэтилдитиокарбаматом натрия, а марганца(II) – окисления персульфатом аммония. В качестве исследуемых объектов анализа были выбраны природные воды Сургутского района, удалённые от промышленных предприятий (зоны отдыха на берегу проток Кривая и Белоярская), и непосредственно на территории Фёдоровского нефтяного месторождения (промышленная зона, дожимная станция и нефтяной куст).

В пробах воды на территории нефтяного месторождения наблюдали превышение ПДК железа(III) более чем в 5 раз (на дожимной станции 1.53 ± 0.04 мг/л), марганца(II) – более чем в 4 раза (на кусте 0.42 ± 0.01 мг/л) и меди(II) – более чем в 1.5 раза (на дожимной станции 0.17 ± 0.01 мг/л). Вблизи промышленной зоны (проба воды из протоки Белоярская) также наблюдается превышение ПДК по железу(III) и марганцу(II). Практически во всех пробах, отобранных в зонах отдыха, ПДК по железу(III) и меди(II) превышено более чем в 1.5 раза: 0.50 ± 0.07 и 0.18 ± 0.01 мг/л соответственно. Такое явление можно объяснить как природным фактором, так и длительным техногенным загрязнением исследуемого района.

Исследование сорбционных свойств Mg,Al-слоистых двойных гидроксидов (Mg,Al-СДГ) проводили статическим методом в образцах наиболее загрязненной природной воды, взятой на территории нефтяного месторождения. Через 10 мин с начала сорбционного эксперимента концентрация железа(III) в исследуемом растворе уменьшается более чем в 3 раза, а сорбционное извлечение составляет 69%; уже через 1 ч концентрация снижается более чем в 5 раз, а степень извлечения приближается к 80% и, наконец, через сутки концентрация железа(III) уменьшается в 13 раз и достигает уровня в 1.5 раза ниже ПДК, а степень извлечения – 92%. Рассчитанная максимальная сорбционная емкость Mg,Al-СДГ в этом случае составила 4.84 мг/г железа(III).

Таким образом, спектрофотометрический контроль содержания тяжелых металлов (на примере железа, марганца и меди) может быть использован в качестве обобщенного показателя техногенного загрязнения природных вод, а Mg,Al-СДГ можно

отнести к перспективным сорбентам для сорбционного концентрирования с последующим определением железа(III) в загрязненных водах.

ЧЕРНОВИК

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МИКРОЭМУЛЬСИЙ ДЛЯ ЭКСТРАКЦИИ
ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ – МАРКЕРОВ
НЕФТЯНЫХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ

Петрук Е.С., Левкина В.В., Пирогов А.В., Шпигун О.А., Попик М.В.

Московский Государственный Университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, Ленинские горы, ГСП-1, 119991, Москва, Россия
email: ekaterina-petruk@yandex.ru

В современном мире вопросам экологической безопасности уделяется повышенное внимание. Любое предприятие, занимающееся добычей нефти, должно бережно относиться к окружающей среде. В качестве решения проблемы идентификации происхождения загрязнений в литературе предложен подход, основанный на использовании геохимических маркеров, в роли которых могут выступать отдельные компоненты нефти. Целью данного исследования являлось использование микроэмульсий для извлечения полициклических ароматических углеводородов из нефти с последующим спектрофлуориметрическим определением.

Метод флуоресцентной спектроскопии в варианте регистрации набора спектров возбуждения - испускания, так называемых контурных карт флуоресценции, позволяет качественно определять ПАУ в объектах окружающей среды. Двумерные спектры напоминают отпечатки пальцев, они индивидуальны для каждого соединения, их используют для быстрой идентификации органических соединений.

В работе проведен сравнительный анализ интенсивностей флуоресценции ПАУ, растворенных в различных микроэмульсиях (МЭ). Исследовано шесть микроэмульсионных систем (3 катионных и 3 анионных). Показано, что наибольшие значения интенсивностей флуоресценции ПАУ достигаются при использовании МЭ состава ЦТАБ/н-гептан/н-бутанол/вода в качестве экстрагента. Разрушение такой системы возможно путем добавления избытка сульфата натрия. За счет увеличения ионной силы МЭ расслаивается и образуются два слоя – водный и органический. ПАУ (потенциальные нефтяные маркеры) в силу своей высокой гидрофобности концентрируются в органическом слое, а малый объем фазы позволяет достичь высокой чувствительности метода. Коэффициенты концентрирования составляют 5-10. Приоритетным ПАУ соответствует область $\lambda_{возб}$ от 290 до 410 нм и $\lambda_{ис}$ от 380 до 460 нм. В этом диапазоне выделяются 6 наиболее интенсивных пиков.

Для снижения влияния мешающих компонентов в матрице при анализе нефти на содержание маркеров в лабораторных условиях применяли схему SARA-анализа с предварительным использованием колоночной жидкостной хроматографии. Показано, что в спектре мальтенов, растворенных в органическом слое МЭ, присутствует один широкий пик, при этом его координаты лежат в области флуоресценции ПАУ. При использовании классических растворителей (н-гексана, н-пентана, толуола, ацетонитрила, этанола и их смесей), интенсивность пика целевых компонентов уменьшается в 1,5-2 раза. Пределы обнаружения данных маркеров находятся в диапазоне от 10 до 50 мкг/кг.

Разработанный подход показал работоспособность для оценки степени экологического загрязнения различных территорий РФ.

ХРОМАТОМЕМБРАННОЕ ГЕНЕРИРОВАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ДЛЯ АНАЛИЗА АТМОСФЕРНОГО И ВЫДЫХАЕМОГО ВОЗДУХА

Петрунина А.Р., Родинков О.В.

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии,
198504, г. Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр. 26

Анализ атмосферного воздуха давно является важным для контроля органических и неорганических загрязнителей, так как их постоянное или даже временное присутствие в концентрациях, превышающих предельно допустимые, может нанести здоровью человека непоправимый вред. В последнее время развитие получил анализ выдыхаемого человеком воздуха с целью неинвазивной диагностики заболеваний или их мониторинга. Актуальной задачей при анализе атмосферного и выдыхаемого воздуха является создание стандартных образцов состава – стандартных газовых смесей (СГС) летучих органических соединений (ЛОС) адекватных анализируемым объектам. Распространенные методы генерирования СГС не могут обеспечить получения смесей, насыщенным водяным паром, что критично при анализе атмосферного и выдыхаемого воздуха.

Указанное ограничение снимается при хроматомембранном генерировании ЛОС. Данный метод основан на принципах хроматомембранной газовой экстракции, при осуществлении которой происходит массообмен целевыми компонентами между жидкой и газовой фазами в гидрофобной среде. На основании величины коэффициента распределения целевого компонента в системе жидкость-газ может быть подобран режим генерирования СГС: равновесного насыщения ($K > 100$), полного извлечения ($K < 10$) и режим частичного извлечения ($10 < K < 100$).

По результатам проведенных исследований [1] установлено, что хроматомембранная газовая экстракция позволяет генерировать насыщенные водяным паром СГС с заданной концентрацией выбранных ЛОС (таблица 1) на уровне ppm с относительной погрешностью не более 7%.

Таблица 1. Метрологические характеристики хроматомембранного генерирования СГС

Компонент	Диапазон концентраций C_G , ppm	Относительная погрешность, %	Диапазон расхода газовой фазы W_G , мл/мин
Этанол	25-100	6	10-100
Ацетон	85-400		
Дихлорметан	20-115	7	20-60
Хлороформ	15-80		

Библиографический список

1. Горбачева А. Р., Родинков О. В. Хроматомембранное генерирование стандартных газовых смесей летучих органических соединений на уровне ppm // Аналитика и контроль. 2018. Т. 22, № 1. С. 75-82. DOI: 10.15826/analitika.2018.22.1.002.

ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ПРИ АНАЛИЗЕ
ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И В МЕДИЦИНСКОЙ ХИМИИ

Пирогов А.В., Шигун О.А.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, 119911, Москва, ул. Ленинские горы, д. 1, стр. 3

В настоящее время различные варианты хроматографического анализа занимают ведущие позиции среди других методов как по объему выпускаемой аппаратуры (около 40000 хроматографов в год на сумму более 2 млрд. долл.), так и по числу публикаций (8-10 тыс. публикаций в год). Хроматография чрезвычайно востребована при анализе объектов окружающей среды, для контроля качества в пищевой промышленности, медицинской химии. Различные варианты хроматографии позволяют разделять различные смеси молекул (включая смеси всех типов изомеров); макромолекулы синтетических и биополимеров (включая вирусы и молекулы с массами до нескольких миллионов); ионы и устойчивые радикалы.

Совершенствование аналитических методов ведется постоянно, систематически и разнопланово. Не претендуя на освещение всех современных тенденций развития метода, авторы в докладе хотели бы отразить и проиллюстрировать на примерах следующие аспекты:

- а) возрастание роли тандемной масс-спектрометрии и масс-спектрометрии высокого разрешения;
- б) сочетание хроматографии с методами лазерной десорбции пробы;
- в) переход к ультраскоростной ВЭЖХ;
- г) развитие вариантов 2D-ВЭЖХ;
- д) применение 3D принтинга неподвижных фаз;
- е) использование наноструктурированных сред для улучшения аналитических характеристик метода.

Авторы благодарны фирме Agilent Technologies за предоставленное оборудование.

НОВОЕ НАПРАВЛЕНИЕ ЭКСПРЕССНОГО ЭКОЛОГИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Платонов Вл.И., Платонов И.А., Платонов Вал.И.

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева

443086, Россия, г. Самара, Московское ш., 34

email: pia@ssau.ru

В последнее время наблюдается значительный рост публикационной активности в области разработки и проектирования различных аналитических комплексов на базе беспилотных летательных аппаратов различной функциональной направленности. Одним из наиболее востребованных направлений в данной тематике является разработка аналитических комплексов на базе беспилотных летательных аппаратов для экологического мониторинга. Популярность данного направления обусловлена преимуществами подобных комплексов: возможность проведения анализа “на месте”, устранение влияния токсичных проб на оператора прибора, существенное расширение зон отбора проб. Существуют отечественные [1] и зарубежные [2,3] разработки в данной области. Однако, в конструкциях для определения токсичных веществ в воздухе, как правило, применяются газоанализаторы различных типов. Газоанализаторы не позволяют точно провести качественный и количественный анализ загрязнений атмосферы. Устранить данный недостаток позволит использование портативного газового хроматографа в составе беспилотного комплекса. Газовая хроматография является основным методом определения токсичных веществ в атмосфере, позволяющим с высокой чувствительностью определять самый широкий спектр веществ как органической, так и неорганической природы [4]. В работе представлен малый беспилотный летательный аппарат с газовым хроматографом на основе микрофлюидных систем [5] на борту, масса-габаритные характеристики, электропотребление и возможность беспроводной связи которого позволяют интегрировать его на беспилотный аналитический комплекс. Данный прибор позволит точно и экспрессно получать информацию о загрязнениях атмосферного воздуха. В отечественной и зарубежной литературе отсутствуют сведения о применении газовых хроматографов в качестве аналитических приборов на борту беспилотных летательных аппаратов.

Библиографический список

1. Danilov, A. S. The system of the ecological monitoring of environment which is based on the usage of UAV [Текст] / Ur. D. Smirnov, M. A. Pashkevich // Russian Journal of Ecology. – 2015. – V. 46. – N. 1. – P. 14–19.
2. Colomina, I. Unmanned aerial systems for photogrammetry and remote sensing: A review [Текст] / I. Colomina, P. Molina // ISPRS Journal of Photogrammetry and Remote Sensing. – 2014. – V. 92. – P. 79-97.
3. Kemp, A. The North West Ethylene Pipeline Information Management System [Текст] / A. Kemp, D. Addison, K. Ramshorst, D.R. Green // GIS Europe. – 1993. – V. 2. – I. 5. – P. 30-31.
4. Баскин, З.Л. Новый системный подход к решению задач промышленного эколого-аналитического контроля [Текст] / З.Л. Баскин // Журнал экологической химии. – 1996. – № 4. – С. 270-274.
5. Platonov, I.A. A gas chromatograph based on planar systems [Текст] / I.A. Platonov, V.I. Platonov, M.G. Gorjunov // Journal of Analytical Chemistry. – 2015. – V. 70. – N. 9. – P. 1158-1163.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1- И 2-НАФТИЛАМИНОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ

Погорельцев Э.В., Аликина Е.Н.

ФГБОУ ВО «Пермский государственный национальный исследовательский университет»,

614990, Россия, г. Пермь, ул. Букирева, д. 15

В объектах окружающей среды содержится большое количество органических соединений антропогенного характера, многие из которых имеют высокую канцерогенность и мутагенность, устойчивы к химическому и биологическому разложению и способны накапливаться в живых организмах. Одними из них являются ароматические амины, относящиеся к группе приоритетных загрязнителей окружающей среды, содержание которых в водах различных типов регламентировано ПДК.

1-Нафтиламин имеет важное значение в синтезе азокрасителей, служит исходным веществом в производстве аминафталинсульфокислот, 1-нафтола, некоторых гербицидов и пестицидов, используемых в сельском хозяйстве, например нафтама, в результате чего он накапливается в почвах, откуда попадает в воду. Кроме того, 1-нафтиламин содержится в выбросах автотранспорта и металлургических производств. Основными источниками появления и происхождения 2-нафтиламина в окружающей среде являются предприятия нефте- и углеперерабатывающей, коксохимической и металлургической промышленности. 2-Нафтиламин очень токсичен для людей и теплокровных животных, оказывает канцерогенное действие; при попадании в организм в дозах, превышающих предельно допустимые, вызывает рак мочевого пузыря.

Нарушение технологических процессов в химических производствах, недостаточная очистка сточных вод предприятий приводит к загрязнению этими веществами объектов окружающей среды. Поэтому, актуальным является совершенствование и оптимизация инструментальных методов определения ароматических аминов, которые позволяют минимизировать пробоподготовку, уменьшить время анализа, повышают точность определения, а также дают возможность автоматизации анализа.

Определение ароматических аминов проводили методом капиллярного электрофореза с использованием системы «Капель-105М» с УФ-детектором. В качестве рабочего электролита был выбран раствор ортофосфорной кислоты с pH 2,30. Это связано с тем, что рабочий электролит в случае определения аминов должен быть кислым (так как амины определяются в виде катионов, существующих только в кислых средах) и не должен обращать направление электроосмотического потока. Определены оптимальные условия определения (температура, напряжение, давление и время ввода пробы, концентрация рабочего электролита). В выбранных условиях при использовании кварцевого капилляра с внутренним диаметром 75 мкм, общей длиной 60 см, эффективной длиной 50 см, и 0,010 моль/дм³ раствора H₃PO₄ в качестве рабочего электролита наблюдается полное разделение пиков 1- и 2-нафтиламинов, что позволяет проводить их одновременное определение из одной пробы. Положение пиков на электрофореграмме доказано методом добавок. Построены градуировочные зависимости для определения данных соединений, определены метрологические характеристики (обработку результатов проводили при помощи программного пакета для анализа данных The R Foundation for Statistical Computing). Предложенный способ определения 1- и 2-нафтиламина был опробован при анализе модельных растворов смесей анализируемых веществ, а также реальных проб сточной воды.

ON-LINE МИКРОЭКСТРАКЦИОННОЕ ВЫДЕЛЕНИЕ СУЛЬФАНИЛАМИДОВ ИЗ ВОДНЫХ СРЕД ДЛЯ ИХ ПОСЛЕДУЮЩЕГО ВЭЖХ-УФ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Почивалов А.С., Вах К.С., Булатов А.В.

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт Химии,
198504, Санкт-Петербург, Петергоф, Университетский пр., 26

Сульфаниламиды находят широкое применение в медицине и ветеринарии для лечения различных бактериальных заболеваний, и как следствие попадают в окружающую среду со сточными водами. Присутствие сульфаниламидов в объектах окружающей среды приводит к появлению бактерий, резистентных к данным веществам, и возможному токсическому воздействию на различные организмы. Поэтому определение содержания сульфаниламидов в объектах окружающей среды является актуальной задачей.

Для выделения и концентрирования сульфаниламидов разработан новый микроэкстракционный метод, предполагающий массоперенос в экстрагенты с переключаемой гидрофильностью. При изменении кислотности водной фазы, содержащей экстрагент в гидрофильной форме, происходит образование гидрофобной формы экстрагента, массоперенос и разделение фаз. С целью поиска новых эффективных экстрагентов с переключаемой гидрофильностью изучены фосфорорганические кислоты, способные эффективно извлекать сульфаниламиды из водных сред. Для автоматизации пробоподготовки реализована схема микроэкстракции непосредственно в шприцевом насосе проточного анализатора. Оптимизированы условия on-line микроэкстракционного выделения сульфаниламидов для их последующего ВЭЖХ-УФ определения в водных средах.

Авторы выражают благодарность РФФИ за финансовую поддержку (проект №18-33-01176-мол_а).

НОВЫЙ СОРБЕНТ ДЛЯ ВЭЖХ НА ОСНОВЕ СОПОЛИМЕРА СТИРОЛА И ДИВИНИЛБЕНЗОЛА, МОДИФИЦИРОВАННОГО НАНОЧАСТИЦАМИ ЗОЛОТА

Просунцова Д.С., Ананьева И.А., Плодухин А.Ю., Татаурова О.Г., Шпигун О.А.

Московский Государственный Университет имени М.В.Ломоносова, Химический факультет, 119991, Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, строение 3

email: irishan@mail.ru

Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) широко применяется для анализа и контроля загрязнения объектов окружающей среды. Однако, постановка все более сложных задач требует поиска новых решений и развития метода. Одной из наиболее актуальных задач современной ВЭЖХ является разработка новых универсальных сорбентов, селективных к различным группам органических соединений.

В данной работе впервые был синтезирован сорбент для ВЭЖХ на основе полимерной матрицы, модифицированной наночастицами золота. Использование НЧЗ перспективно для получения новых сорбентов для ВЭЖХ, в первую очередь, благодаря большой площади функциональной поверхности и многовариантности его последующего модифицирования.

В качестве матриц использовали сополимер стирол-дивинилбензол (ССД), размер частиц 3.3 ± 0.2 мкм, степень сшивки 50%. Наночастицы золота размером 10 ± 2 нм синтезировали по методу Туркевича. На первом этапе синтеза проводили адсорбцию НЧЗ, стабилизированных цитрат-ионами на полимер. Золото на поверхности ССД количественно определяли методом атомно-эмиссионной спектроскопии. Содержание составило 0.09%. Далее цитрат-ионы заменяли на липоевую кислоту, к которой затем прививали БОК-лизин. В конце проводили снятие БОК-защиты. Каждая стадия модификации НЧЗ на полистироле подтверждалась методом ИК-спектроскопии.

Поверхность сорбента ССД-Аu-липоевая кислота-лизин изучали методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), диффузного отражения (ДО) и низкотемпературной адсорбции азота. Показано, что частицы сорбента имеют равномерное распределение по размеру. В спектрах ДО модифицированного ССД наблюдается характерный ярко выраженный максимум при 530-550 нм, обусловленный плазмонным резонансом НЧЗ. Метод низкотемпературной адсорбции азота использовали для измерения площади удельной поверхности, которая для ССД-Аu-липоевая кислота-лизин составила $557 \text{ м}^2/\text{г}$ в сравнении с $301 \text{ м}^2/\text{г}$ для немодифицированного ССД.

Методом ВЭЖХ исследовали свойства синтезированного сорбента, изучая хроматографическое поведение ароматических углеводородов. Удерживание исследованных соединений коррелирует с изменением гидрофобности: антрацен ($\log P=4.68$) > фенантрен ($\log P=4.68$) > бензол ($\log P=2.22$). С увеличением содержания ацетонитрила в подвижной фазе удерживание веществ уменьшалось, что также показывает существенный вклад гидрофобных взаимодействий в механизм удерживания аналитов. Фенантрен и антрацен различаются лишь формой соединения углеродных колец, однако эти вещества разделяются, что говорит о дополнительных стерических взаимодействиях неподвижной фазы с аналитами.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ №18-03-00742.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОМПЛЕКСНОГО СОЕДИНЕНИЯ, ОБРАЗОВАННОГО Ti(IV) С 4-(2',3',4'-ТРИГИДРОКСИФЕНИЛ)-2-НИТРО-1-СУЛЬФОАЗОБЕНЗОЛОМ В ПРИСУТСТВИИ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

Рагимова А.Дж., Назарова Р.З., Магеррамов А.М., Чырагов Ф.М.

Бакинский Государственный Университет,
AZ 1148, Азербайджан, Баку, ул. З. Халилова, 23
e-mail: ciraqov@mail.ru

Анализ литературных данных показывает что, большинство органических реагентов, применяемых для фотометрического определения титана, не давали результатов с высокими аналитическими характеристиками. Поэтому применение азосоединений, синтезированных на основе пирогаллола, для определения титана с практической точки зрения представляет актуальную проблему.

Данная работа посвящена спектрофотометрическому определению смешаннолигандного комплексного соединения, образованного титаном с 4-(2',3',4'-тригидроксифенил)-2-нитро-1-сульфоазобензолом в присутствии ЦПСI, ЦПBr. Изучена зависимость комплексообразования от pH. Было определено что, если в бинарных комплексах $pH_{\text{опт}} = 5$, то в смешаннолигандных комплексах $pH_{\text{опт}}$ смещается в более кислую среду $pH_{\text{опт}} = 4$. В бинарных комплексах оптимальная длина волны составляет $\lambda_{\text{макс}}=445$ нм, а в смешаннолигандных комплексах наблюдается гипсохромный сдвиг. Длина волны для Ti(IV)-R-ЦПСI 434 нм, Ti(IV)-R-ЦПBr 435 нм, Ti(IV)-R-ЦТМАBr 434 нм. Было изучено влияние поверхностно-активных вещества концентраций реагентов на комплексообразование. Максимальный выход комплексов Ti-R при оптимальном pH составляет $8 \cdot 10^{-5}$ М R, Ti-R- ЦПСI(ЦПBr) $8 \cdot 10^{-5}$ М, $4 \cdot 10^{-5}$ М ЦПСI (ЦПBr), Ti-R- ЦТМАBr $6 \cdot 10^{-5}$ М R, $4 \cdot 10^{-5}$ М ЦТМАBr.

Соотношение вступающих в реакцию компонентов в комплексе методами Изомолярных серий, Старика-Барбанеля, сдвига равновесия составляет 1:2, 1:2:2. Молярные коэффициенты поглощения исследуемых комплексов Ti-R-15000, Ti-R-ЦПСI 20500; Ti-R- ЦПBr-21700, Ti-R- ЦТМАBr 24200.

Был определен интервал подчиняемости закону Бера и получены нижеследующие результаты: Ti-R 0,10-3,10 мкг/мл, Ti-R-ЦПСI 0,10-1,54 мкг/мл, Ti-R-ЦПBr 0,096-1,15 мкг/мл, Ti-R-ЦТМАBr 0,10-1,34 мкг/мл.

Было определено влияние посторонних ионов и маскирующих веществ на комплексообразование. Разработанную спектрофотометрическую методику определения Ti(IV) можно применять в сложных объектах для определения этого металла.

МЕТОД ГАЗО-ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ В РЕКОНСТРУКЦИИ
СОСТАВА МИКРОБНОГО СООБЩЕСТВА ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ОЗЕРА
ГУСИНОЕ

Раднаева Л.Д., Пинтаева Е.Ц.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Байкальский институт природопользования Сибирского отделения Российской академии наук, 670047, Россия, Республика Бурятия, г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6

Впервые методом газо-хромато-масс-спектрометрии проведена реконструкция качественного и количественного состава микробных сообществ донных отложений озера Гусиное. Выявлено, что в микробных сообществах донных отложений озера преобладают преимущественно представители филогенетических групп Firmicutes, Proteobacteria и Actinobacteria, способные к активной деструкции трудноразлагаемых растительных остатков.

Состав сообщества микроорганизмов определяли по маркерам микроорганизмов с применением метода газовой хроматографии – масс-спектрометрии (ГХ-МС) на HP-5973 Agilent Technologies, США [1]. Наличие специфических веществ (липидных маркеров) в клеточных компонентах и микробных метаболитах микроорганизмов открывает возможность для направленного поиска и идентификации микроорганизмов в сообществах. К настоящему времени состав жирных кислот большинства микроорганизмов изучен, показана его воспроизводимость, оценена родо- и видоспецифичность [2]. Использование жирнокислотного профиля для решения подобного рода задач применяется в мировой практике [3,4]. Модификация метода Осиповым Г.А. позволяет по содержанию высших жирных кислот, оксикислот и альдегидов реконструировать качественный, а также количественный состав отдельных членов микробного сообщества [1,4,5].

В составе сообществ донных отложений озера Гусиное методом ГХ-МС выявлены бактерии, относящиеся к 36 родам и принадлежащие к шести филумам – Firmicutes, Proteobacteria, Actinobacteria, Bacteroidetes, Cyanobacteria и Acidobacteria. Если рассмотреть распределение микроорганизмов филогенетических групп по точкам отбора, то к филуму Proteobacteria относилось от 36,70% до 56,47% бактерий, к Firmicutes - от 18,38% до 54,95%, к Actinobacteria – от 7,02% до 16,67%, остальные (от 1,33% до 13,39%) приходились на Bacteroidetes, Cyanobacteria и Acidobacteria. Отмечено большее значение ОЧМ в донных осадках, отобранных в южной котловине озера. Увеличение ОЧМ в этих пробах обусловлено увеличением численности представителей филума Firmicutes - *Butyrivibrio*, *Clostridium* sp., *Heliobacterium*, филума Proteobacteria - *Methylomonas*, Actinobacteria (*Pseudonocardia*, *Rhodococcus*), и Actinobacteria (*Rhodococcus*).

Наряду с бактериями обнаружены сапротрофные грибы по маркеру линолевой кислоты и АМ-грибы - *Glomus etunicatum* по i20-жирной кислоте. В целом, выявленный по данным масс-спектрометрии микробных маркеров видовой (родовой) состав биоценоза, обитающего в донных отложениях озера Гусиное отражает специфику трофических взаимодействий различных физиологических групп бактерий, и скорее всего, определяется особенностями экосистемы озера и факторами среды.

Библиографический список

1. Осипов, Г.А., Способ определения родового (видового) состава ассоциации микроорганизмов/ Г.А Осипов // Патент на изобретение №2086642 от 10.08.1997. – 12 с.
2. Проблемы аналитической химии. Т. II :Химический анализ в медицинской диагностике / под ред. Г. К. Будникова. М.: Наука, 2010. – 504 с.

3. Bobbie, R.J. Characterization of bentic microbial community structure by high resolution gas chromatography of fatty acid methyl esters / R.J. Bobbie, D.C. White // Appl. Env. Microbiol. – 1980. – V.39. – P.1212-1222.
4. Осипов, Г.А. Изучение видового состава микробного сообщества заводняемого нефтяного пласта методом хромато-масс-спектрометрии / Г.А. Осипов, Т.Н. Назина, А.Е. Иванова // Микробиология. – 1994. – Т. 63. – Вып. 5. – С. 876 -882.
5. Турова, Е.С. Изучение структуры микробного сообщества, активного в биотрансформации минералов железа в каолине / Е.С. Турова, Г.А. Осипов // Микробиология. – 1996. – Т. 65. – № 5. – С. 682-689.

ЧЕРНОВИК

Г.Г.КОБЯК – ОСНОВАТЕЛЬ КАФЕДРЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ ПЕРМСКОГО УНИВЕРСИТЕТА, ПЕРВООТКРЫВАТЕЛЬ ЦЕЛЕБНЫХ СВОЙСТВ ВОДЫ КУРОРТА УСТЬ-КАЧКА

Рогожников С.И.

Пермский государственный национальный исследовательский университет
614990, г. Пермь, ул. Букирева, 15

Георгий Георгиевич Кобяк родился 26 июня 1901 г. в семье известного изобретателя, почетного гражданина Перми Г.И.Кобяка. Еще, будучи студентом, он начинает преподавать аналитическую химию на рабфаке, работать препаратором. После окончания университета в 1927 г. Г.Г.Кобяк занимает должность ассистента на кафедре фармацевтической химии, публикует свои первые работы.

После образования в 1929 г. в химического факультета Г.Г.Кобяк занимает должность ассистента по кафедре технологии жиров. С 21 июля 1932 г. ученый становится первым заведующим кафедрой аналитической химии Пермского университета. В начале 1930-х годов кафедра аналитической химии ПГУ выполняла разнообразные химические анализы по хоздоговорам с предприятиями и промышленными объединениями, активно участвовала в освоении природных богатств Урала. Важнейшим результатом научно-исследовательской работы на этом этапе стало открытие исключительно ценных в бальнеологическом отношении краснокамских минеральных и сероводородных вод.

В декабре 1934 г. в газете «Звезда» появилась статья Г.Г.Кобяка под названием «Килограмм чистой серы из 1 кубометра воды». В ней ученый писал: «Результаты исследований показывают исключительно большое содержание сероводорода в нефтяной воде Краснокамска... Большой интерес представляет собою вода в отношении ее применения для лечебных целей. Вода богата солями калия, магния и кальция, преимущественно в виде хлористых соединений, при небольшом сравнительно содержании сульфатов. Иод обнаружен в количестве от 4,0 до 5,2 мг на литр...»

В газете "Звезда" от 15 мая 1935 г. в статье «Еще о краснокамских водах» Г.Г.Кобяк констатировал: «весьма значительных запасов краснокамской воды может хватить на курорт с количеством более двух тысяч коек не на одну сотню лет». В 1934 г. И.В.Сталину была передана докладная записка, в которой говорилось о необходимости развернуть использование уникального источника в лечебных целях для создания курорта мирового значения. Начало славной истории курорта «Усть-Качка» начинается с лета 1935 г., когда разведочная скважина дала самоизливающуюся сероводородную минеральную воду.

Вторым важным направлением деятельности Г.Г.Кобяка было изучение пермских медистых песчаников. В 1951 г. ученый защитил кандидатскую диссертацию "Исследование химического и фазового состава пермских медистых песчаников и разработка способа промышленного извлечения из них меди". В 1953 г. за добросовестную, безупречную работу заведующий кафедрой аналитической химии ПГУ Г.Г.Кобяк был награжден орденом Ленина. В 1960-е годы ученый разрабатывает прибор для безбюреточного титрования, а также фотоэлектрический титратор, предлагает новый метод полумикроопределений без перенесения осадка на фильтр.

За долгий период своей организаторской и научной деятельности (35 лет) профессор Г.Г.Кобяк внес неоценимый вклад в развитие аналитической химии. Ученый всегда поддерживал на кафедре атмосферу взаимопонимания, дух творчества и поиска. Георгий Георгиевич был кристально честен, необычайно скромно, внимателен к сотрудникам, доступен и прост в общении.

Скончался Г.Г.Кобяк после продолжительной болезни 15 сентября 1983 г.

ЧЕРНОВИК

СПОСОБЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ОБНАРУЖЕНИЯ ПРОДУКТОВ ДЕСТРУКЦИИ
ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ И ДРУГИХ ТОКСИЧНЫХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДОМ
ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОМАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Родин И.А.¹, Байгильдиев Т.М.¹, Ставрианиди А.Н.¹, Браун А.В.², Рыбальченко И.В.²

¹ Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
119991, Россия, Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 3

² ФГБУ «27-й научный центр Министерства обороны РФ»,
105005, Россия, Москва, Бригадирский переулок, 13

Химическое оружие впервые было применено в ходе Первой Мировой Войны. В последующие годы оно использовалось неоднократно в локальных и международных конфликтах. Известные боевые отравляющие вещества (ОВ) можно разделить на несколько групп, наиболее опасная из которых – это нервно-паралитические ОВ. Название данной группы ОВ обусловлено их направленным воздействием на нервную систему живых организмов. Другая группа ОВ – кожно-нарывного действия – используется для причинения максимального числа ранений личному составу. Эти боевые отравляющие вещества воздействуют на слизистую оболочку глаз и легких, что приводит к образованию блистеров на открытых участках кожи, подверженных воздействию ОВ. К третьей группе ОВ относятся вещества, которые блокируют поступление кислорода в кровь и могут вызвать смерть от удушья. К четвертой группе ОВ относятся вещества, обладающие не смертельным физиологическим воздействием на живой организм и воздействующие на психику и/или вызывающие рвоту. Помимо этих групп соединений также существует большая группа возможных химических или биологических отравляющих веществ, включающая в себя биорегуляторы и токсины, такие как ботулотоксин, сакситоксин, абрин и рицин.

Задача определения ОВ и продуктов их трансформации важна при исследованиях в области оборонной промышленности, например, при разработках оборудования, которое используется для защиты от воздействия ОВ, обнаружения и дезактивации ОВ. При таких исследованиях требуется отбор проб газов, жидкостей и сложных матриц. Немаловажной является задача определения следовых количеств ОВ и продуктов их разложения в объектах окружающей среды при рекультивации площадок ликвидированных заводов, производивших ОВ, мест хранения ОВ, а также объектов по уничтожению ОВ.

В данном докладе представлен широкий спектр подходов, позволяющих всесторонне решить проблему установления факта применения нервно-паралитических и кожно-нарывных отравляющих веществ. Чувствительность разработанных ВЭЖХ-МС/МС подходов превосходила или была сопоставима с существующими наиболее чувствительными ГХ-МС/МС подходами и в большинстве случаев не требовала дериватизации, что сокращало время анализа и количество ложноотрицательных результатов. Предложенный комплекс подходов был разработан для надежного, селективного и чувствительного ВЭЖХ-МС/МС определения большинства известных метаболитов химического оружия на одном и том же оборудовании и прошел проверку правильности в рамках системы профессионального тестирования лабораторий Организации по запрещению химического оружия.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-33-20068 мол_а_вед.

ПОЛУЧЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ФЕНОЛА ПРИ АНАЛИЗЕ ВОЗДУХА

Родинков О.В., Альабуд М.

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии,
198504, г. Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр., 26

Ключевую роль в обеспечении экологической безопасности играет химический анализ атмосферного воздуха и воздуха жилых зданий. Среди всего многообразия загрязнителей воздуха выделяется группа наиболее опасных, мутагенных и канцерогенных веществ с крайне низкими предельно допустимыми концентрациями (ПДК). Именно к категории подобных веществ относится фенол и его производные. Согласно последним гигиеническим нормативам ГН 2.1.6.3492-17 максимально разовая ПДК фенола в атмосферном воздухе составляет $0,01 \text{ мг/м}^3$. По литературным данным более 10 млн. городских жителей России находятся в атмосфере с содержанием фенола выше ПДК. Очевидно, что решение актуальных проблем современной экоаналитической химии воздуха невозможно без создания стандартных газовых смесей (СГС), адекватных анализируемым объектам. Известные способы получения СГС фенола, необходимых, прежде всего, для проверки правильности разработанных методик анализа воздуха, ибо длительны и трудоемки, либо позволяют получать СГС с относительно высокими концентрациями целевого компонента.

Наиболее перспективным способом получения СГС с микроконцентрациями целевых компонентов является способ, основанный на равновесном распределении этих компонентов между конденсированной фазой и потоком газа-экстрагента [1]. Задавая концентрацию компонента в конденсированной фазе C_L , можно в широком диапазоне варьировать концентрации аналитов в потоке генерируемой СГС (C_G), исходя из условия межфазного равновесия:

$$C_G = C_L/K,$$

где K – коэффициент межфазного распределения целевого компонента, равный отношению его концентраций в конденсированной и газовой фазе при равновесии. В области микроконцентраций компонента этот коэффициент приобретает характер константы и не зависит от концентрации компонента. По мере пропускания потока газа-экстрагента через раствор целевого компонента в нелетучей жидкости, его концентрация будет меняться по уравнению:

$$C_G = C_G^0 \exp\left(-\frac{W_G t}{V_L K}\right) \quad (1)$$

где C_G^0 – концентрация целевого компонента в начальный момент времени $t = 0$; W_G – объемная скорость потока газа-экстрагента; V_L – объем раствора целевого компонента.

Дополнительные возможности, с точки зрения возможности уменьшения концентраций целевых компонентов, возникают за счет разбавления генерируемой газовой смеси потоком чистого (не содержащего целевых компонентов) газа-разбавителя.

Фенол и его производные относятся к категории малолетучих соединений, у которых K при комнатной температуре в случае полярных растворителей превышает 10^5 . В соответствии с выражением (1) подобные значения K обеспечивают получение нескольких литров СГС с практически постоянными концентрациями фенола при использовании 1 мл раствора. В докладе приведены схемы получения СГС, исходя из чистого фенола и его растворов в малолетучем этиленгликоле, включающие разбавление газовых потоков азотом высокой чистоты.

Библиографический список

1. *Витенберг А.Г.* Равновесная модель в описании процессов газовой экстракции и парофазного анализа // Журн. аналит. химии. 2003. Т.58. № 1. С. 6.

ЧЕРНОВИК

ИЗУЧЕНИЕ СЕЗОННОЙ ДИНАМИКИ НАХОЖДЕНИЯ КАДМИЯ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ

Роева Н.Н., Воронич С.С., Зайцева И.А., Новиков М.М., Хлопаев А.Г.
ФГБОУ ВО «Московский государственный университет пищевых производств»,
125080, Россия, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11

Кадмий – элемент чрезвычайно высокой токсичности. Антропогенный поток его поступления в поверхностные воды превалирует над естественным, и именно этот поток определяет интегральный показатель их загрязнения.

Учитывая специфические биогеохимические свойства кадмия, важным представляется наряду с изучением динамики накопления этого элемента в виде его химических форм в поверхностных водах, изучение динамики его накопления в донных отложениях, являющихся важной экологической составляющей водных экосистем.

Исследована адсорбция кадмия донными отложениями в зависимости от pH среды. Установлено, что с увеличением pH степень адсорбции возрастает и при достижении pH изопотенциальной точки ($pH \geq 7$) кадмий в виде свободных ионов сорбируется практически полностью.

Изучена динамика накопления кадмия в донных отложениях Клязьминского водохранилища. Оптимизированы условия пробоподготовки анализируемых образцов.

Обработка проб донных отложений осуществлялась посредством горячей дистиллированной воды, 2%-ного раствора соляной кислоты, азотной кислоты (конц.) и хлороформа.

Проведено определение валового содержания кадмия и его химических форм в донных отложениях в течение 2016-2018 гг. посредством атомно-абсорбционного анализа на спектрофотометре фирмы «Hitachi» модель 180-70. В качестве исходного раствора для атомно-абсорбционного определения кадмия использовался ГСОМ-16 с концентрацией 0,1 мг Cd/мл, а в качестве рабочих растворов – растворы с концентрациями кадмия 2,5; 5,0; 10,0 мг/мл. Чувствительность определения кадмия – 0,0001 мкг/мл. Воспроизводимость анализа оценивалась по вариации концентраций параллельных проб и составила для кадмия 15%.

Установлено, что концентрации кадмия в донных отложениях Клязьминского водохранилища не превышают фоновых значений, а минимальные концентрации были характерны для весенних периодов.

Определено, что в весенний период для кадмия характерны очень низкие коэффициенты извлечения водой, которые составляют не более 2-х % от общего содержания его в донных отложениях, независимо от сезона года в течение 3-х лет. Коэффициенты извлечения кадмия 2%-ным раствором соляной кислоты выше, особенно для проб, отобранных осенью.

Более высокие коэффициенты извлечения кадмия (до 90%) достигнуты при использовании хлороформа, который экстрагирует комплексные соединения кадмия с органическими соединениями.

Установлено, что кадмий в донных отложениях находится преимущественно в виде комплексных соединений с органическими веществами, обладающих достаточно высокой устойчивостью. На основе проведенных исследований отмечено преобладание в донных отложениях весной неорганических форм кадмия, а осенью – органических.

РАЗРАБОТКА ИОНОМЕТРИЧЕСКОГО ДАТЧИКА ДЛЯ КОНТРОЛЯ ИОННЫХ ФОРМ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ

Романенко С.В., Кагиров А.Г., Ларионова Е.В., Гераскевич А.В.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
634050, Россия, г. Томск, ул. Ленина, 30

Биогенные вещества, содержащиеся в сточных водах, при поступлении в поверхностные водоемы способны нанести ущерб экологической системе любого региона. В число подобных загрязнителей входит нитрат-ионы и ионы аммония, источниками которого являются сточные воды животноводческих ферм, хозяйственно-бытовые стоки, а также поверхностные стоки с полей. Для определения содержания ионных форм загрязняющих веществ, как правило, применяется относительно простой и доступный ионометрический метод, не требующий сложной пробоподготовки и дорогих средств измерения, а возможность быстрого получения результатов измерения обеспечивает его экспрессность. Существует несколько примеров успешного использования потенциометрического метода для дистанционного анализа водных объектов [1]. Дополнительно развитие модификаций электродов сравнения позволяет встраивать их в переносные потенциометрические анализаторы [2].

Цель данной работы заключается в разработке измерительного датчика для автоматизированного потенциометрического контроля содержания загрязняющих веществ в сточных водах на примере нитрат-ионов и ионов аммония. При реализации метода ионометрии в автоматическом режиме необходимо решить следующие задачи: разработать конструкцию ионометрического датчика, исследовать его стабильность и определить влияние мешающих факторов.

В работе предложена конструкция измерительного датчика для потенциометрического контроля содержания ионов аммония в проточных условиях. Особенность данной системы заключается в использовании ионоселективного электрода, опущенного в буферную систему с постоянным содержанием определяемого иона в растворе, в качестве электрода сравнения. В качестве буферной системы предлагается использовать смесь двух форм ионита.

Для проверки работоспособности предложенной системы были измерены градуировочные характеристики в фиксированном диапазоне концентраций ионов аммония. Установлено, что для предложенной системы ион-селективных электродов наблюдается линейность градуировочного графика в широком диапазоне концентраций. При изучении влияния температуры на величину потенциала показана удовлетворительная корреляция экспериментальных значений с рассчитанными теоретически. В работе изучена стабильность исследуемой системы при постоянной концентрации. Найдено время установления равновесия в исследуемой системе, которое необходимо использовать при построении калибровочных характеристик.

В работе показано, что предложенная система ион-селективных электродов с буферной системой может использоваться для автоматизации экологического контроля широкого круга загрязняющих веществ в большом диапазоне концентраций.

Библиографический список

1. Maria Cuartero. Environmental water analysis with membrane electrodes / Maria Cuartero, Eric Bakker // *Current Opinion in Electrochemistry*. – 2017. – № 3. – с. 97–105.
2. Claudio Zuliani. Opportunities and challenges of using ion-selective electrodes in environmental monitoring and wearable sensors / Claudio Zuliani, Dermot Diamond // *Electrochimica Acta*. – 2012. – № 84. – с. 29–34.

ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСИМЕРНОЙ ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ МОНОХРОМОФОРНЫХ
МОЛЕКУЛ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО
МЕТОДА АНАЛИЗА

Романовская Г.И., Королева М.В., Зуев Б.К.

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского
Российской академии наук, 119991, ГСП – 1, г. Москва, улица Косыгина, дом 19
email: Gromanovskaya@yandex.ru

Впервые (на примере ароматического углеводорода - пирена) предлагается использовать эксимерную флуоресценцию органических монохромных молекул (люминофоров) для люминесцентного определения следовых количеств различных аналитов (например, ионных поверхностно-активных веществ), вызывающих агрегацию предварительно синтезированных НЧ серебра различной морфологии. В качестве аналитического сигнала используется изменение свечения (усиление или ослабление) люминофора в присутствии данных наноструктур.

Проявление влияния поверхностного плазмонного резонанса агрегированных наночастиц серебра на молекулярную флуоресценцию молекул пирена ($\leq 10^{-8}$ М) исследовали в растворах анионных поверхностно-активных веществ (ПАВ): бромида цетилтриметиламмония (ЦТМАБ, $C \leq 10^{-3}$ М) и додецилсульфата натрия (ДДС, $C \leq 10^{-2}$ М). При концентрациях, близких значениям ККМ, эти ионные ПАВ вызывают агрегацию исходных синтезированных наночастиц ($C \leq 10^{-6}$ М) за счет изменения дзета-потенциала их поверхности, вызывая дестабилизацию коллоидной системы.

Установлено, что сферические наночастицы серебра, стабилизированные молекулами ЦТМАБ, полученные химическим способом синтеза [1], агрегировали в присутствии молекул ДДС. Анизотропные наночастицы, стабилизированные цитрат-ионами, полученные фотохимическим способом [2], агрегировали в присутствии молекул ЦТМАБ. Определены оптимальные условия степени агрегации НЧ серебра в присутствии используемых ПАВ.

В обоих случаях обнаружено усиление свечения молекул пирена в синей области спектра – между полосой, принадлежащей мономолекулярной полосе (380 – 400 нм) и полосой, принадлежащей нормальным низкоэнергетическим эксимерам (470 нм). Наблюдаемое явление можно объяснить возникновением нескольких типов новых высокоэнергетических эксимерных конфигураций с $\lambda_{\text{макс}} = 405, 430, 455$ нм. Усиление интенсивности свечения молекул пирена обусловлено их нахождением в усиленном (по сравнению с падающим полем) поле, создаваемом локальным поверхностным плазмонным резонансом агрегированных наночастиц серебра.

Полученные результаты могут быть использованы для разработки новых способов получения высокоэнергетических эксимерных конфигураций других монохромных молекул, например, ароматических углеводородов плоского строения, соединений с гетероатомами, некоторых координационных соединений с органическими лигандами. Использование их эксимерной флуоресценции, основанное на агрегации наночастиц серебра, может существенно снизить (до 10^{-8} М) пределы определения наночастиц серебра в водных средах. Следует отметить повышенный интерес к эксимерным системам для решения различных прикладных задач. В частности, на анализе эксимерной флуоресценции базируются методы исследований структуры полимеров, определения различных свойств биологических систем, создания эффективных устройств, концентрирующих излучение.

Библиографический список

1. Романовская Г.И., Оленин А.Ю., Васильева С.Ю., Крутяков А.Ю. // Докл. АН. 2008. Т. 422. № 3. С. 339.

ЧЕРНОВИК

ОПТИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ НА ОСНОВЕ НАНОМАТЕРИАЛОВ В АНАЛИЗЕ
ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Русанова Т.Ю.

Саратовский национальный исследовательский государственный университет
имени Н.Г. Чернышевского,
410012, Россия, г. Саратов, ул. Астраханская, 83
email: tatyana_rus@yandex.ru

В настоящее время в области анализа объектов окружающей среды особо актуальным является создание малогабаритных и недорогих сенсорных устройств для экспрессного определения химических соединений. Перспективным направлением в этой области является использование наноматериалов при формировании чувствительного слоя сенсора. К наноматериалам, наиболее часто используемым в оптических сенсорах, можно отнести: разнообразные наночастицы (люминесцирующие квантовые точки и углеродные наночастицы; наночастицы металлов, проявляющие эффект поверхностного плазмонного резонанса) и наноразмерные пленки (получаемые методами самоорганизации монослоев, золь-гель, Ленгмюра-Блоджетт, электроформования). Если наночастицы, как правило, обеспечивают возникновение интенсивного аналитического сигнала (флуоресценция, перенос энергии, ППР, гигантское КР-света), то наноразмерные пленки обеспечивают высокое отношение активной поверхности слоев к их общему объему, быструю диффузию аналита в объем пленки, малое время отклика сенсоров; малый расход аналитических реагентов [1].

В представленном докладе рассмотрены типы наноматериалов, применяемых в оптических сенсорах для анализа объектов окружающей среды; способы их получения и формирования сенсорного слоя; механизмы возникновения аналитического сигнала; метрологические характеристики разработанных сенсоров и их сравнение с таковыми при использовании традиционных аналитических реагентов; примеры применения оптических сенсоров на основе наноматериалов для анализа объектов окружающей среды.

Представлены примеры авторских разработок сенсоров с использованием наноматериалов [2-3]: оптические ГКР-сенсоры на основе наночастиц серебра, включенных в золь-гель материалы и пленки, получаемые методом электроформования, для детектирования пирена в водных средах; оптические сенсоры на основе золь-гель пленок для определения кислотности среды и некоторых металлов; колориметрические тест-системы на основе полимерных волокон для определения тяжелых металлов в природных и сточных водах.

Библиографический список

1. T.Yu. Rusanova. Nanofilms as Sensitive Layers of Chemical and Biochemical Sensors. In: Nanoanalytics. Nanoobjects and Nanotechnologies in Analytical Chemistry. Ed. by S.N. Shtykov. De Gruyter, 2018. 446 p. P. 107-130.
2. Markina N.E., Markin A.V., Zakharevich A.M., Gorin D.A., Rusanova T.Yu., Goryacheva I.Yu. Multifunctional silver nanoparticle-doped silica for solid-phase extraction and surface-enhanced Raman scattering detection // J. Nanopart. Res. 2016. Vol. 18. P. 353-361.
3. Pidenko P.S., Borzov V.M., Savenko O.A., Skaptsov A.A., Skibina Yu.S., Goryacheva I.Y., Rusanova T.Y. Modification of the internal surface of photonic crystal fibers with Ag and Au nanoparticles for application as sensor elements // Proceedings of SPIE. 2017. Vol. 10336; doi: 10.1117/12.2269326.

КОМПЛЕКСНЫЕ ОЦЕНКИ СОСТОЯНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ: ПОДХОДЫ РИСКОЛОГИИ

Савватеева О.А., Рунова (Бурова) Е.Ю.

Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
Московской области «Университет «Дубна»,
141980, г. Дубна Московской области, ул. Университетская, д. 19

Проблемы экологической безопасности различных видов человеческой деятельности, здоровья и всей жизнедеятельности человека крайне актуальны в последние годы. Одним из основополагающих блоков систем экологической безопасности является комплексная оценка состояния окружающей среды, поскольку именно такие оценки позволяют отслеживать изменения экологического состояния любой территории, регулировать и/или ограничивать антропогенное воздействие и т.д.

Город является экосистемой искусственного антропогенного происхождения, основными элементами которой являются объекты техноструктуры и обитающий в ней человек. В отличие от естественной экосистемы основным объектом внимания здесь выступает здоровье и качество жизни человека, что подтверждается экологической доктриной РФ 2002 г. За основной критерий безопасности искусственной системы принимается состояние окружающей среды, безопасное для здоровья человека и не снижающее качество его жизни, а значит, оценки должны выполняться не с точки зрения загрязнения каким-либо элементом и т.п., а в ракурсе реакции на такое загрязнение со стороны здоровья населения [2].

Комплексную суммарную величину загрязнения среды и негативного воздействия ее элементов на человека, при которой происходит непоправимое нарушение здоровья, определить точно невозможно. Однако существуют вероятностные подходы, наиболее приемлемыми и разработанными среди которых являются подходы рискологии. Экологический риск – это оценка на всех уровнях – от точечного до глобального – вероятности возникновения негативных изменений в окружающей среде, вызванных антропогенным или иным воздействием. Под экологическим риском также понимают вероятностную меру опасности причинения вреда окружающей среде в виде возможных потерь за определенное время. Отдельно рассматривается риск применительно к здоровью населения. То есть понятие является весьма многогранным и комплексным, а в рискологии можно выделить несколько основных направлений: оценка воздействия загрязняющих веществ, техногенных аварий и стихийных бедствий на человека и окружающую природную среду; оценка состояния здоровья человека и возможного числа жертв; оценка состояния биоты по интегральным показателям.

Цель данной работы состоит в изучении различного рода экологических рисков и апробации подходов риск-анализа для территории небольшого наукограда Дубна, расположенного на самом севере Московского региона. Дубну следует рассматривать как искусственную экосистему на пограничной территории с естественным биотопом.

Текущий уровень загрязнения химическими компонентами на территории города с точки зрения здоровья населения обуславливает превалирование неканцерогенной опасности над канцерогенными рисками. Самые низкие уровни риска выявлены в частных секторах города. Наибольший вклад в суммарный экологический риск для здоровья населения, а также экологический риск для граничных естественных биотопов вносит атмосферный воздух. Техногенный риск от существующих объектов техносферы характеризуется низким уровнем [1, 3].

Анализ экологических рисков для территории г. Дубна позволяет сделать вывод о достаточно благополучной ситуации в городе. Тем не менее, необходим регулярный экологический и медико-биологический мониторинг.

Библиографический список

1. Баскакова Е.А., Савватеева О.А. Анализ возможностей использования различных признаков сосны обыкновенной *Pinus Sylvestris* L. в биоиндикационных исследованиях городов. // В мире научных открытий, № 9.1(33), 2012 Проблемы науки и образования. – Красноярск: 2012. – С. 175-190.
2. Большеротов А.Л. Комплексная система оценки экологической безопасности. – М.: 2018. – 340 с.
3. Савватеева О.А., Макаров О.А. Оценка экологического риска для устойчивого функционирования городской территории. // Вестник МГГУ им. М.А. Шолохова «Социально-экологические технологии». – М.: 2015. № 1–2, 2015. – С. 55-63.

ЧЕРНОВИК

ОТКРЫТОЕ АППАРАТНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ В
АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Самохин А.С.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
химический факультет, Россия, 119991 Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 3
email: andrey.s.samokhin@gmail.com

Можно выделить три основные причины, мотивирующие исследователей к разработке открытого аппаратного обеспечения (open-source hardware): 1) создание уникального оборудования, не выпускаемого коммерчески; 2) создание открытых проектов известных устройств, оптимизированных для решения определенных задач; 3) существенно более низкая цена open-source оборудования (которая во многих случаях не превышает 10% от стоимости коммерчески доступного аналога). За последние несколько лет разработаны десятки проектов, начиная с лотков для пробирок и заканчивая самодельными колориметрами и автосамплерами. Такая высокая продуктивность в этой области стала возможна благодаря интенсивному развитию технологии 3D-печати и широкому распространению платформ Arduino и Raspberry Pi (облегчающих разработку электронных устройств). Многие проекты open-source устройств сопровождаются подробным описанием. Вместо строгих электронных схем, содержащих условные обозначения компонентов, часто используются наглядные рисунки (созданные, например, в программе Fritzing), что упрощает задачу воспроизведения проекта людьми, не разбирающимися в электронике.

За последний год нами разработан ряд устройств (например, магнитная мешалка, шприцевой насос) и воспроизведено несколько open-source проектов (например, перистальтический насос, лабораторный шейкер). В докладе будут представлены результаты тестирования этих устройств, и будет обсуждена целесообразность разработки открытого аппаратного обеспечения для решения задач аналитической химии.

ВЛИЯНИЕ ИНФОРМАЦИИ О МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЕ И ЭЛЕМЕНТНОМ СОСТАВЕ НА РЕЗУЛЬТАТЫ БИБЛИОТЕЧНОГО ПОИСКА

Самохин А.С., Ревельский И.А.

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
химический факультет, Россия, 119991 Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 3
email: andrey.s.samokhin@gmail.com

Метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии (ГХ/МС) широко используется при проведении анализов объектов окружающей среды. Ориентировочная идентификация компонентов пробы основана на использовании баз данных масс-спектров электронной ионизации (ЭИ). Результаты такой идентификации следует рассматривать как ориентировочные. Использование дополнительной информации (времени удерживания или молекулярной массы) в ряде случаев позволяет выбрать правильный кандидат из списка или сделать заключение об отсутствии масс-спектра исследуемого соединения в базе данных.

В настоящей работе рассмотрено, какое влияние на результаты библиотечного поиска оказывает знание молекулярной массы, набора элементов (входящих в состав молекулы) и брутто-формулы. В случае присутствия правильного ответа в базе данных использование информации о молекулярной массе или брутто-формуле незначительно снижает число неправильных идентификаций. С другой стороны, в случае отсутствия правильного ответа в базе данных использование информации о точном значении молекулярной массы (50 ppm) позволяет в 40% случаев предсказать отсутствие соединения в базе данных (без использования дополнительной информации эта вероятность составляет всего 23%).

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №16-33-60169 мол_a_дк.

МОНИТОРИНГ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В
АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ В РАЙОНЕ ОЗЕРА БАЙКАЛ

*Самсонов Д.П., Кочетков А.И., Пасынкова Е.М., Хомушку Г.М., Гусаров А.С.,
Пантюхина А.Г., Колесникова Н.И.*

ФГБУ «НПО «Тайфун», 249032, Обнинск, ул. Ленина 82
email: khomushku@yandex.ru

Стойкие органические загрязняющие вещества (СОЗ) представляют особую опасность для экосистемы Байкальской природной территории (БПТ). Присутствие СОЗ может быть обусловлено как наличием источников загрязнения в Иркутской промзоне, так и трансграничным переносом.

В настоящем сообщении представлены результаты исследований по оценке загрязнений БПТ, выполненных ФГБУ «НПО «Тайфун» в 2013-16 гг. Отбор проб проводился на станциях мониторинга СОЗ в п. Листвянка, Култук, Танхой, расположенных на линии преобладающих ветров, проходящих через промышленную зону Иркутской области (Ангарск, Усолье-Сибирское, Иркутск). Для отбора проб использованы установки Tisch TE1123, позволяющие проводить непрерывный отбор пробы воздуха в течение недели с концентрированием аналитов на аэрозольные фильтры и сорбенты. Объем еженедельной пробы составлял от 3 до 5 тысяч кубических метров. Используются эффективные стекловолокнистые аэрозольные фильтры TFAGF-41, позволяющие улавливать аэрозольные частицы размером более 0.3 мкм с эффективностью 99,97%.

В отобранных пробах проведен анализ таких СОЗ, как полихлорбифенилы (ПХБ), полибромированные дифениловые эфиры (ПХДЭ), хлорорганические пестициды (ХОП). Для анализа СОЗ применялись разработанные в ФГБУ «НПО «Тайфун» методики, основанные на использовании хромато-масс-спектрометрических методов анализа.

На станциях наблюдения БПТ суммарное содержание ПХБ в атмосферном воздухе изменялось в диапазоне от 7 до 900 пг/м³, что может быть связано с техногенной деятельностью и наличием локальных источников в зоне станций мониторинга. Характер изменений уровней концентраций ПХБ заметно отличается для различных станций. ПХБ, зафиксированные на трех станциях мониторинга, представлены в основном легколетучими три- и пентахлорированными конгенерами.

Поступление в атмосферу БПТ конгенов ПБДЭ происходит целиком за счет глобального атмосферного переноса. Суммарный уровень концентраций ПБДЭ находился в пределах 0.1-0.3 пг/м³.

Наличие пестицидов в атмосферном воздухе БПТ определяется в основном вторичным переносом из районов сельхозугодий. Зафиксировано сезонное увеличение потока α -ГХЦГ, связанное с проведением сельхозработ на территории Китая, где он до сих пор применяется. На станциях Танхой и Култук зафиксированы повышения концентраций ДДТ в летний период до 35 пг/м³. По соотношению суммы изомеров ДДТ к сумме изомеров ДДЕ+ДДД сделано предположение о времени поступления загрязнений. Зафиксированная суммарная концентрация конгенов токсафена в воздухе близка для всех станций мониторинга и находится в пределах 0.1-0.6 пг/м³.

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАЛЕНТНЫХ ФОРМ МЫШЬЯКА
В ВОДАХ

Сараева С.Ю.¹, Алешина Л.В.², Малахова Н.А.¹

¹ Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина,
г. Екатеринбург, ул. Мира, 19

² Уральский государственный экономический университет,
г. Екатеринбург, ул. 8 марта, 62

Мышьяк является токсичным микроэлементом 1-го класса опасности. Загрязнение мышьяком различных типов вод происходит вследствие сбросов загрязненных промышленных стоков, либо в результате эрозии и выщелачивания из полезных ископаемых и руд, содержащихся в изобилии в земной коре в ряде регионов мира. Для предотвращения потенциальных рисков как острого, так и хронического отравления миллионов людей мышьяком необходим контроль в водах содержания различных валентных форм этого металлоида, в десятки раз отличающихся по степени своей токсичности. Метод инверсионной вольтамперометрии (ИВА) позволяет определять различные степени окисления элементов на уровне ПДК и ниже.

Действующий в России ГОСТ Р 52180-2003 регламентирует определение общего содержания мышьяка в водах в форме As (III) методом ИВА на золото-пленочных электродах. При этом химическое восстановление As (V) до As (III) проводят сернокислым или солянокислым гидразином. Стадия длится от 0,5 до 2,5 часов и может приводить к значительным потерям мышьяка. Более предпочтительной на наш взгляд является обработка кислого раствора пробы ультрафиолетовым излучением (УФ) в присутствии пероксида водорода при температуре 90°C для полного разрушения мешающих определению органических веществ и количественного перевода всех форм As (III) в As (V). Методика определения валового содержания мышьяка в форме As (V) позволит исключить длительную процедуру перевода всех форм мышьяка в трехвалентную форму, сократить время анализа, повысить его точность, а также даст возможность для экспресс-определения As (V) без пробоподготовки в водах с малым содержанием органических веществ и в отсутствии As (III). Такой подход может быть востребован, поскольку преобладающей формой мышьяка в водах является As (V).

Исследования проводили на фоне 0,25 М раствора лимонной кислоты + 0,01 М раствора хлорида калия на толстопленочных графитсодержащих электродах (ТГЭ), изготовленных на кафедре аналитической химии ХТИ УрФУ. Поверхность ТГЭ модифицировали микропленкой золота путем электролиза раствора Au (III) концентрации 5 ммоль/л при потенциале 0,0 В в течение 50–100 с. Для электроконцентрирования As (V) на поверхности золотого электрода нами был выбран потенциал (-1,5) В, позволяющий получить лучшее отношение сигнал-помеха. При этом накопление As (V), в отличие от электронакопления As (III), не происходит при потенциалах положительнее (-0,5) В, что дает возможность определения валентных форм мышьяка. В оптимальных условиях при продолжительности концентрирования 120 с линейная зависимость аналитического сигнала от концентрации As (V) в растворе сохраняется в диапазоне 0,2–10 мкг/л. Предел обнаружения As (V) составляет 0,13 мкг/л. Градуировочный график (ГГ) описывается уравнением: $dI/dE = (0,01 \pm 0,06) + (3,75 \pm 0,01) \square C_{As(V)}$ ($R^2 = 0,9999$). При продолжительности концентрирования 10 с ГГ линейен в диапазоне 2–150 мкг/л. Мешающие определению катионы металлов удаляли на катионо-обменной смоле. Полнота окисления As (III) до As (V) с помощью УФ на модельных растворах и пробах шахтных, сточных и природных вод без добавок и с добавками As (III) и As (V) превышает 90 %.

Правильность полученных результатов анализа вод подтверждена методом «введено-найдено».

ЧЕРНОВИК

СОРБЦИЯ Hg(II), Cd(II), Pb(II) И As(III) АЛЮМОСИЛИКАТОМ И ЕЕ ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИЛОЖЕНИЕ ПРИ АНАЛИЗЕ ВОД РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ МЕТОДОМ ААС

Саунина И.В., Грибанов Е.Н., Оскотская Э.Р.

ФГБОУ ВО «Орловский государственный университет имени И.С. Тургенева»,
302026, Россия, г. Орёл, ул. Комсомольская, д. 95

Разработка новых более эффективных и экономически доступных методик определения тяжелых металлов в объектах окружающей среды остается актуальной. При решении поставленной проблемы широкое применение нашел метод атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС). Тем не менее, прямое ААС определение металлов на уровне следовых количеств в реальных объектах сопряжено со значительным снижением метрологических характеристик анализа из-за «влияния матрицы». Одним из способов нивелирования матричного эффекта является предварительное сорбционное выделение и концентрирование аналитов.

В настоящей работе исследована сорбция Hg(II), Cd(II), Pb(II) и As(III) природным алюмосиликатом Хотынецкого месторождения из водных растворов, предложен способ определения данных металлов в природных и сточных водах методом ААС после предварительного сорбционного концентрирования.

Контроль концентрации металлов в растворах осуществляли на спектрометре Квант-2А. Определение свинца и кадмия проводили в режиме прямой абсорбции с атомизацией в пламени (воздух/пропан – бутановая смесь), ртути (метод «холодного пара»), а мышьяка (метод «летучих гидридов») с использованием генератора ртутно-гидридного ГРГ-107 с атомизацией в кварцевой кювете. В качестве стандартов ионов металлов использовали соответствующие ГСО.

Нами систематически изучена сорбция Hg(II), Cd(II), Pb(II) и As(III) в статических условиях методом ограниченного объема при периодическом перемешивании. Установлено, что алюмосиликат сорбирует данные металлы в достаточно широком диапазоне рН, при этом максимальная степень извлечения достигается в нейтральной или близкой к нейтральной среде. Количественная сорбция (>95%) для Hg(II) наблюдается в интервале рН 7.0-8.0, для As(III) 6.3-7.5, для Cd(II) 7.4-8.5. Для Pb(II) степень сорбции составляет ~64% при рН 5.5-6.6. Время установления сорбционного равновесия для мышьяка, свинца и кадмия ~30-45 минут, для ртути 50-60 минут. Сорбционная емкость минерала составляет 0.06 ммоль/г для Hg(II), 0.31 ммоль/г для Cd(II), 0.52 ммоль/г для As(III) и 0.17 ммоль/г для Pb(II). Коэффициенты распределения достигают значений $n \cdot 10^3$ - $n \cdot 10^4$. Установлена возможность десорбции металлов с поверхности минерала 20 см³ 5 М водного раствора (NH₂)₂CO при незначительном нагревании до 40±1°С.

На основе полученных данных предложена и апробирована новая комбинированная методика определения Hg(II), Cd(II) и As(III) в природных и сточных водах, основанная на предварительном групповом сорбционном концентрировании элементов алюмосиликатом, их последующей десорбцией с поверхности минерала и атомно-абсорбционным определением. Правильность методики проверена методом «введено - найдено». Она характеризуется простотой исполнения, высокой чувствительностью, воспроизводимостью и точностью определения аналитов. Относительное стандартное отклонение не превышает 0.13.

Предлагаемая методика отличается экономической доступностью и возможностью замены импортных сорбционных материалов, может быть использована в практике лабораторий, осуществляющих мониторинг качества и безопасности объектов окружающей среды.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АВТОМАТИЗИРОВАННЫХ СИСТЕМ КОНТРОЛЯ ВОД ДЛЯ
МОНИТОРИНГА ТЕРРИТОРИАЛЬНОГО И ТРАНСГРАНИЧНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Семенова И.В., Грудзевич О.И., Дородонова Ю.А.

ФГБУ «Научно-производственное объединение «Тайфун»,
249038, Калужская обл., г. Обнинск, ул. Победы, д.4

В настоящее время в России значительное внимание уделяется развитию государственного мониторинга состояния окружающей среды, как необходимой составляющей реализации концепции устойчивого развития на территории Российской Федерации. Государственный мониторинг водных объектов является частью государственного экологического мониторинга (государственного мониторинга окружающей среды) и представляет собой систему наблюдений, оценки и прогноза изменений состояния водных объектов на территории субъектов РФ.

Автоматизированные системы мониторинга и автоматические посты для контроля экологического состояния объектов окружающей среды и, в частности, для водных объектов получили широкое распространение в зарубежных национальных системах мониторинга, в первую очередь для контроля трансграничного загрязнения воды рек.

Анализ мирового опыта использования автоматизированных систем контроля вод (АСКВ) показал, что преимущественно мониторинг ведется по 4-5 показателям, обязательными из которых являются: *температура, удельная электропроводность, растворенный кислород и водородный показатель*. Дополнительно в автоматическом режиме могут быть установлены датчики для измерения мутности, содержания органических веществ, нефтепродуктов, азота аммонийного и нитратного, а также еще не более двух – трех показателей. Данные о качестве воды доступны в Интернете в режиме реального времени. Данные, получаемые с автоматических станций, широко используются в системах раннего предупреждения, например, для обнаружения резких изменений в качестве воды, возможно в связи залповыми поступлениями загрязняющих веществ.

Нами накоплен более чем 5-летний опыт использования автоматизированных систем контроля вод как стационарного, так и мобильного типа (р. Мзымта, оз. Байкал, реки Протва, Жиздра, Днепр), который показал, что надежно реализованы измерения физических показателей качества воды – температура, рН, мутность, электропроводность, растворенный кислород. Датчики, контролирующие содержание в воде биогенных элементов и растворенного органического вещества (по ХПК) требуют регулярного обслуживания и калибровки, не реже 1 раза в две недели.

Результаты опытной эксплуатации передвижной АСКВ показали, что датчики хорошо реагируют на резкие кратковременные изменения состава воды рек (например, на р. Жиздра) и уровня ее загрязнения, обусловленные антропогенными воздействиями. Установлены суточные и сезонные изменения качества исследуемых рек. Получены статистически обеспеченные данные, характеризующие работу всех систем и датчиков передвижной АСКВ в реальных условиях.

Таким образом, автоматизированные системы контроля вод предназначены для оперативного измерения, сбора, обработки и передачи информации о состоянии воды контролируемого водного объекта по заданным параметрам; выявления резких кратковременных изменений в составе воды и уровня ее загрязнения, обусловленных антропогенными воздействиями или естественными причинами; установления суточных, сезонных и долговременных трендов качества воды.

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ РЯДА ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДСТВ

Слепченко Г.Б., Мезенцева О.Л.

ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30
email: Mezentseva.asp@gmail.com

Экология во многих местах соприкасается с медициной. Глобальной проблемой при сохранении экологической безопасности является фактор влияния фармацевтических отходов на окружающую среду. Технологические сбросы и утилизация продукции фармацевтических предприятий приводит к увеличению загрязнения воздуха, воды и почвы полупродуктами синтеза и лекарственными веществами, а, следовательно, к избыточному их поступлению в организм растений, животных и человека, что приводит к нарушению функционирования, заболеваниям и гибели.

Среди используемых физико-химических методов анализа метод инверсионной вольтамперометрии (ИВ) широко применяется в анализе экологических объектов, поскольку содержание определяемых веществ в сточных водах фармацевтических производств очень мало, и классические химические и физико-химические методы здесь не применимы из-за чувствительности. Основными условиями реализации метода являются наличие наряду с современными средствами измерения, наличие стандартизованных или аттестованных методик выполнения измерений (МВИ). Особенно это касается анализа экологических объектов. ИВ-метод обладает несомненными преимуществами: стоимостью и автоматизацией выполнения измерения, а также при получении результатов анализа.

Нами предложен алгоритм методик вольтамперометрического определения ряда лекарственных препаратов в сточных водах фармацевтических производств. Разработаны условия вольтамперометрического определения галонала и галодифа, которые являются перспективными противосудорожными средствами.

Исследованы возможности получения аналитических сигналов электровосстановления и электроокисления лекарственных препаратов на стеклоуглеродном и золото-графитовом электродах. Применение модифицированных золотом графитовых электродов в режиме «*in situ*» позволило улучшить метрологические характеристики для галодифа (получение воспроизводимых результатов и повышение чувствительности). Для определяемых веществ, впервые установлены рабочие параметры их вольтамперометрического определения. Диапазоны линейности градуировочных графиков $6,2 \cdot 10^{-8}$ – $9,5 \cdot 10^{-5}$ моль/л (галонал) и $2,0 \cdot 10^{-6}$ – $3,5 \cdot 10^{-3}$ моль/л (галодиф), пределы обнаружения (ПО) составляют $2,0 \cdot 10^{-8}$ – $3,0 \cdot 10^{-7}$ моль/л соответственно. Используя результаты исследований по изучению влияния различных процессов гидролиза и высаливания на деструкцию органической матрицы, решена вторая, не менее важная задача, по разработке оригинального способа пробоподготовки с последующим вольтамперометрическим определением. Предварительная подготовка проб по сравнению с другими методами существенно уменьшена во времени из-за возможности проведения вольтамперометрических измерений в эффективно установленных условиях проведения электродного процесса в мутных и окрашенных средах.

Разработанные методики вольтамперометрического определения галонала и галодифа на уровне микроконцентраций оценены по критерию правильности методик количественного химического анализа на модельных растворах, приближенных к составу сточных вод фармпредприятий.

ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ
КАК ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕХНОГЕННЫХ
МИНЕРАЛЬНЫХ ОБРАЗОВАНИЙ

Слуковский З.И.¹, Даувальтер В.А.², Прокопович П.Ф.¹

¹ Институт геологии Карельского научного центра РАН,

185910, Россия, Республика Карелия, г. Петрозаводск, ул. Пушкинская, 11

² Институт проблем промышленной экологии Севера Кольского научного центра РАН,
184209, Россия, Мурманская обл., г. Апатиты, ул. Академгородок, д. 14а

Анализ минеральных фаз загрязняющих веществ является важной составляющей современных геоэкологических исследований территорий, подверженных сильному антропогенному влиянию. Одной из подобных локаций является район г. Мончегорска Мурманской области. Непосредственная близость комбината «Североникель», являющегося мощной производственной площадкой ОАО «Кольская ГМК», определила соединения меди и никеля как приоритетный тип загрязнителей обозначенного района [Даувальтер, 2012]. При этом в ряде случаев концентрации тяжелых металлов (ТМ) в воде, почвенном покрове и донных отложениях (ДО) водных объектов на порядки превышают фоновые значения и допустимые нормативы.

Ранние работы по исследованию минералогии снеговых выпадений вблизи г. Мончегорска показали присутствие техногенных частиц, представленных продуктами отдельных этапов металлургического процесса: дробления, обжига и плавления [Gregurek et al., 1998, 1999]. В данном исследовании проведено детальное изучение морфологии поверхности и элементного состава антропогенных минеральных образований в ДО двух малых озер (Нормальное и Комсомольское), расположенных в черте города. В качестве базового аналитического метода выступила сканирующая электронная микроскопия (Tescan VEGA II LSH) дополненная энергодисперсионным микроанализом (Oxford Instruments INCA Energy 350).

Результаты оригинальной работы показали, что обнаруженные техногенные частицы образуют ультрамикрорегерогенные фракции размером (10 ÷ 75) мкм, представленные соединениями Ni, Fe, S, Cu, Co, Pb, Tl. Элементное картирование поверхности обнаруженных образований позволило надежно установить их неоднородный и зачастую нестехиометрический химический состав. Так, например, было установлено, что значительная часть исследуемых гранул представляет собой основу из сульфида меди (I) и обладает ярко выраженной оксидной кромкой с повышенным, относительно основного объема, содержанием примесей никеля (≤ 40 wt.% против ~ 2 wt.% в основном объеме) и железа (≤ 11 wt.% против ~ 3 wt.%), формирующих, по всей видимости, фазы переменного состава (рис. 1).

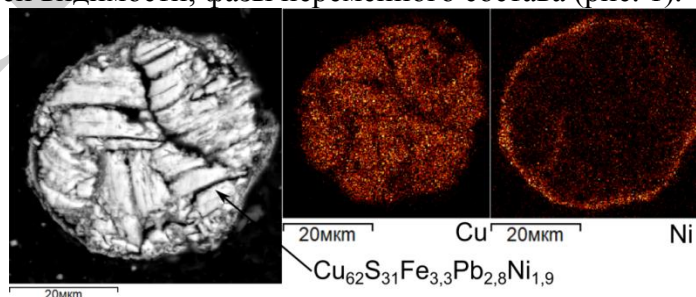


Рисунок 1. Техногенная частица из донных отложений оз. Нормального, г. Мончегорск, ее состав и распределение Cu и Ni по поверхности

Присутствие следов тяжелых металлов с общим содержанием до 5 wt.%, обнаруженное в результате энергодисперсионного анализа распределения химических

элементов по площади микрочастиц, также, вероятно, связано с результатами деятельности металлургического комбината.

Исследование выполнено при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-05-00897 «а»)

ЧЕРНОВИК

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСТРОЙСТВА, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В ХИМИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ.
НОВЫЕ ПОДХОДЫ К МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ ПОВЕРКЕ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ И
АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ

Смирнов В.Н., Тананыкин Н.И.

Федеральное государственное унитарное предприятие Научно-технический центр радиационно-химической безопасности и гигиены Федерального медико-биологического агентства, 123182, г. Москва, ул. Щукинская, 40

Технические устройства, применяемые для химического анализа веществ и материалов, например такие, как спектрофотометры, самые разнообразные виды хроматографов и многие др., исторически относят к средствам измерений, что приводит к большим трудностям при метрологической аттестации разрабатываемых методик анализа.

В работе проведен анализ нормативных документов, на основании которых технические устройства относят к средствам измерений. В соответствии с Приказом Минпромторга России от 27.04.2009 г. № 323 [1] установлены критерии отнесения технических устройств к средствам измерений:

- техническое средство, представляющее собой механическое, электрическое, оптическое, электронное или работающее на каком-либо ином принципе (принципах), техническое устройство (аппарат, прибор, механизм или техническая система), предназначенное для выполнения измерений;

- измерения, которые выполняются рассматриваемыми техническими средствами, характеризуются или могут быть характеризованы показателями точности измерений.

Рассматриваемые авторами технические устройства относят к измерительному преобразователю с нормированными метрологическими характеристиками. В соответствии с ГОСТ 8.009-84 [2] метрологические характеристики – это технические характеристики, оказывающие влияние на результаты и погрешность измерения. Все средства измерений подвергаются метрологической поверке в соответствии с методикой поверки. Так в методике поверки, например, газового хроматографа в соответствии с ГОСТ 8484-2013 [3] проводят определение уровня флуктуационных шумов, определение нулевого сигнала, определение дрейфа нулевого сигнала и предела детектирования. Эти параметры не влияют на результат и погрешность измерений. Данное техническое устройство не следует относить к средству измерений.

В результате анализа нормативных документов по отнесению технических устройств к средствам измерений авторы пришли к выводу, что абсолютное большинство технических устройств, применяемых в химическом анализе, не относится к средствам измерений. Погрешность результата измерений при использовании таких технических устройств будет складываться из погрешности отбора пробы, погрешности подготовки пробы к проведению инструментального анализа, погрешности применяемых стандартов. В случае признания, что подобные технические устройства не являются средствами измерений, процедура метрологической аттестации разрабатываемых методик измерений может значительно упроститься. Необходимо более ответственно относиться к принятию решений об отнесении технических устройств к средствам измерений.

Библиографический список

1 Приказ Минпромторга РФ от 27.04.2009 N 323 «Об утверждении Порядка отнесения технических средств к средствам измерений»

2 ГОСТ 8.009-84 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений. М.: Стандартинформ, 2006. 26 с.

3 ГОСТ 8.485-2013 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Хроматографы аналитические газовые лабораторные. Методика поверки. М.: Стандартинформ, 2015. 16 с.

ЧЕРНОВИК

МЕТОДИКА АНАЛИЗА МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ
МЕРКАПТАНОВ В ВОЗДУШНОЙ СРЕДЕ

Станьковский Л., Дорогочинская В.А

UNT-Stankovsky, Польша; Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский государственный университет нефти и газа (национальный исследовательский университет) имени И.М. Губкина»,
119991, г. Москва, Ленинский проспект, дом 65, корпус 1

Токсичность низкомолекулярных меркаптанов широко известна: так, наиболее токсичный из них метантиол CH_4S относится к 4 классу опасности и его ПДК равна $0,006 \text{ мг/м}^3$. Более тяжелые меркаптаны – этантиол $\text{C}_2\text{H}_6\text{S}$, пропан-1-тиол $\text{C}_3\text{H}_8\text{S}$ и 1-бутантиол относятся к 3 классу опасности и их ПДК в воздухе составляют соответственно $5 \cdot 10^{-5}$; $1,5 \cdot 10^{-4}$ и $4 \cdot 10^{-4} \text{ мг/м}^3$. Они обладают резким неприятным запахом при низком пороге запаха. Источником таких загрязнений являются процессы добычи и переработки нефти и газа и других горючих ископаемых, а также переработка отходов, например, токсичных отработанных масел.

Определение следовых количеств меркаптанов в воздушной среде в присутствии таких мешающих соединений, как углеводороды и их производные, и в особенности сероводород, представляет собой чрезвычайно сложную техническую и аналитическую задачу. Для большинства используемых в настоящее время методов необходимо отбирать большие пробы воздуха, что весьма неудобно для оперативного анализа

Авторами разработана комплексная методика анализа низких концентраций меркаптанов, состоящая из ряда стадий.

Вследствие чрезвычайно высокой летучести и окисляемости низших меркаптанов отбор проб воздуха проводили при низких температурах с помощью специальных охлаждаемых до низких температур пробоотборников. Была изучена возможность концентрирования полярных соединений адсорбцией на различных пористых и низкопористых адсорбентах, в том числе активированных различными химически активными соединениями. Адсорбцию проводили в хроматографической колонке. В результате были выбраны наиболее эффективные для этой цели адсорбенты.

Далее были подобраны оптимальные режимы термодесорбции: скорость газоносителя – азота и температура. Определение меркаптанов осуществляли с помощью газовой хроматографии с пламенно-фотометрическим детектором и хемилюминисцентным детектором. Были выявлены преимущества хемилюминисцентного детектора, в частности, высокий предел обнаружения меркаптанов. Применение газовой хроматографии с детекторами разной природы позволяет с высокой эффективностью разделять многокомпонентную смесь, в том числе отдельно определять сероводород и другие легкие меркаптаны, надежно идентифицировать компоненты.

Созданы предпосылки для создания автоматизированной системы непрерывного контроля содержания меркаптанов в воздухе на основе разработанной методики.

Особый интерес такая методика представляет в связи с Проектом постановления Главного государственного санитарного врача Российской Федерации «О внесении изменений в гигиенические нормативы ГН 2.1.6.3492-17 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе городских и сельских поселений» и ГН 2.1.6.2309-07 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест». В этих предложениях рассматриваются ограничения не по сумме меркаптанов, а по их соотношению, что требует определения концентрации индивидуальных меркаптанов.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕЛЕНА (IV) В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ

Тимофеева И.И., Москвин Л.Н., Булатов А.В.

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии,
198504, Россия, Санкт-Петербург, Университетский пр., 26
i.i.timofeeva@spbu.ru

Определение селена в природных и сточных водах является важной задачей аналитической химии. Учитывая современную тенденцию к автоматизации и миниатюризации химического анализа, а также ориентированность на «зеленую химию», в докладе будут представлены автоматизированные методики определения селена в водных объектах, включающие различные методы микроэкстракции, и предложен новый автоматизированный метод, предполагающий парофазную микроэкстракцию селена, переведенного в летучую форму, с последующим его определением методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией (ААС-ЭТА). В качестве сорбента для выделения и концентрирования летучего аналита из газовой фазы впервые предложено и обосновано применение ферромагнитных наночастиц. Разработанная схема пробоподготовки предполагает перевод селена (IV) в его летучую форму – селеноводород при инъекции раствора боргидрида натрия с помощью перистальтического насоса в подкисленный раствор пробы, с последующим пропусканием образующейся газовой фазы через колонку, в которой магнитные железосодержащие наночастицы удерживались с помощью внешнего магнита. В колонке происходило газо-адсорбционное выделение селеноводорода на ферромагнитных наночастицах. Элюирование аналита в водную фазу в ультразвуком поле и отделение элюата от частиц во внешнем магнитном поле обеспечивало получение раствора для последующего его анализа методом ААС-ЭТА. Наличие магнитных свойств у изученного сорбента исключает необходимость стадии центрифугирования, а, значит, открывает возможность для полной автоматизации предложенной схемы парофазной микроэкстракции на принципах проточных методов, что и было показано на примере ААС определения селена в природных водах. Разработанная автоматизированная схема выделения селена в комбинации с чувствительным инструментальным методом определения позволила обеспечить предел обнаружения селена (IV) (3σ) 0,3 мкг/л. Кроме того, однократное использование экологически безопасного и доступного сорбента исключает возможность перекрестного загрязнения проб.

Авторы выражают благодарность Российскому научному фонду (Грант № 16-13-10117) и Российскому фонду фундаментальных исследований (Грант № 31 16-33-60126) за финансовую поддержку проводимых исследований.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1,1-ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ
ВЭЖХ-УФ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ДЕРИВАТИЗАЦИЕЙ НЕЗАМЕЩЕННЫМИ
АРОМАТИЧЕСКИМИ АЛЬДЕГИДАМИ

Тимченко Ю.В., Смоленков А.Д., Болотник Т.А., Пирогов А.В., Шнигун О.А.

Московский Государственный Университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, Ленинские горы, ГСП-1, 119991, Москва, Россия
email: yury_tim@mail.ru

Гидразины с каждым годом все больше используются в различных сферах хозяйственной деятельности человека, при этом из-за их высокой токсичности установлены низкие гигиенические нормативы в объектах окружающей среды. Так, для гидразина ПДК в питьевой воде составляет 0,01 мг/л, а для несимметричного диметилгидразина (НДМГ) 0,02 мг/л. Для решения задачи их определения, как правило, используют селективные хроматографические методы (ГХ, ВЭЖХ). Однако требуемый уровень определения достигается при использовании концентрирования в процессе трудоемкой пробоподготовки. Поскольку прямое определение гидразинов затруднено, наиболее часто прибегают к их предварительной дериватизации с образованием гидразонов, при этом известно, что от применяемого карбонилсодержащего реагента зависят практически все характеристики методики. Кроме того, в настоящее время отсутствуют принципы выбора реагентов для дериватизации гидразинов с целью достижения максимальной чувствительности. Такие исследования позволят более эффективно разрабатывать методики определения гидразинов.

В работе для увеличения удерживания НДМГ в условиях ОФ ВЭЖХ, а также чувствительности спектрофотометрического детектирования применяли дериватизацию. В качестве дериватирующих агентов впервые использовали коммерчески легкодоступные незамещенные ароматические альдегиды (2-нафталинальдегид, 2-пиридинальдегид и 2-хинолинальдегид), применение которых позволило проводить реакцию дериватизации напрямую в водных объектах, что упрощает стадию пробоподготовки и положительно сказывается на экспрессности анализа. Исследовано влияние условий реакции (рН среды, концентрация реагента, температура и время реакции) на выход ароматических диметилгидразонов в водных средах. Проведено сравнение и изучено влияние наличия гетероатома, а также размера конденсированной системы на выход дериватов и метрологические характеристики последующего ВЭЖХ-УФ определения. Полученные данные расширяют область теоретических знаний по дизайну определяемой формы аналитов с заданными свойствами.

Пределы обнаружения НДМГ в водных образцах составили 1-2,5 мкг/л. Наилучшие результаты продемонстрировал 2-нафталинальдегид, обеспечивающий нижнюю границу определения 2,5 мкг/л, что позволяет проводить определение на уровне ПДК. Разработанные способы определения были успешно применены в анализе реальных образцов воды, содержащих НДМГ.

ВЛИЯНИЕ СПОСОБА МИНЕРАЛИЗАЦИИ БИОСУБСТРАТОВ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ МЕТОДОМ

Торопов Л.И., Фотина И.В.

Пермский государственный национальный исследовательский университет?
614990, Россия, г. Пермь, ул. Букирева, 15

Содержание химических элементов в различных органах и тканях может коррелировать с их уровнем в объектах окружающей среды и различными заболеваниями человека. Один из легкодоступных для исследования биосубстратов – волосы головы человека. Изучение их микроэлементного состава в последнее время широко применяется в экологических, гигиенических и клинических исследованиях. Повышенное содержание тяжелых металлов (ТМ) в волосах является свидетельством значительной антропогенной нагрузки на природную среду. С помощью диагностики волос возможно своевременное определение отклонений от нормального функционирования организма. Стадия подготовки образцов к проведению анализа тем или иным методом имеет первостепенное значение.

В сообщении рассмотрены два способа разложения биосубстратов до устойчивых аналитических форм, используемых для последующего атомно-эмиссионного определения. Объект исследования: мужчины от 20 до 45 лет с неокрашенными волосами. Пробы волос подвергали деструкции методами «сухой» (термической) и «мокрой» (кислотной) минерализации. Предварительно пробы обезжиривали ацетоном, промывали дистиллированной водой и высушивали на воздухе.

«Сухую» минерализацию осуществляли следующим образом. Около 1,0 г (точная навеска) подготовленной пробы волос помещали в кварцевую чашку и озоляли в закрытой асбестовой тканью воздушной бане (во избежание воспламенения) в течение 30 минут. Затем ставили в муфельную печь с температурой 500°C и выдерживали до полного озоления (~ 30 мин. – зола серо-белого цвета). После охлаждения пробу растворяли в смеси кислот $\text{HNO}_3:\text{HCl}$ (2:6) и переносили количественно в мерную колбу вместимостью 25 мл. Для проведения «мокрой» минерализации 1 г обезжиренной пробы волос растворяли в 12 мл «царской водки» при нагревании на плитке с последующим упариванием до 8–6 мл. Раствор переносили количественно в мерную колбу вместимостью 25 мл.

Таким образом, в результате проведения обоих методов были получены растворы с одинаковой аналитической формой определяемых элементов, пригодной для спектрального анализа. Содержание ТМ определяли атомно-эмиссионным методом на спектрографе ДФС-458С с фотоэлектрической приставкой ФЭП-454 (НПО «Сетал», г. Казань). Количественный расчет проводили по программе «Спектр». Контролировалось содержание 13 элементов: Cd, Pb, As, Sb, Ni, Mo, Cr, V, Ti, Cu, Al, Mn, Zn.

Как показали результаты исследования, кислотная минерализация более предпочтительна при определении содержания ТМ в волосах атомно-эмиссионным методом. Установлено, что содержание мышьяка, кадмия, свинца, хрома, марганца и алюминия, найденное с использованием «мокрого» способа пробоподготовки в несколько раз превышает их концентрацию, найденную «сухим» методом. Очевидно, это связано с улетучиванием указанных элементов в виде хлоридов, иодидов и фторидов при термической обработке проб, поскольку волосы содержат (относительно металлов) значительное количество этих элементов [1].

Библиографический список

1. Скальный, А.В. Химические элементы в физиологии и экологии человека. М. : Мир, 2004. – 216 с.

ОСОБЕННОСТИ СОСТАВА ПРИМЕСЕЙ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ
ХАНТЫ-МАНСКИЙСКОГО АВТОНОМНОГО ОКРУГА

Туров Ю.П., Гузьяева М.Ю.

БУ ВО Сургутский государственный университет,
628412, Россия, Тюменская область, ХМАО – Югра, г. Сургут, пр. Ленина, д. 1

В докладе приведены и обсуждаются результаты исследования органических и неорганических примесей в поверхностных, подземных и питьевых водах территорий ХМАО-Югры с нефтегазовыми месторождениями. Показано, что присутствие в недрах территории локальных скоплений углеводородов - нефтяных и газовых месторождений – даже в отсутствие аварийных загрязнений природных комплексов – оказывает большое влияние на состав природных вод.

В исследованных образцах методами хлороформной экстракции и хроматомаксиметрии идентифицированы и определены содержания более чем 300 представителей насыщенных и ароматических углеводородов, органических кислот, фенолов и др. Во всех образцах отмечено повышенное содержание гуминовых веществ. По содержанию неорганических примесей основная часть проб относится к ультрапресным водам с содержанием сухого остатка не более 0.2 г/л.

Состав органических примесей в подземных и поверхностных водах характеризуется преобладанием высокомолекулярных углеводородов с максимумами молекулярно-массовых распределений в области 350-400 и простирающимися до 560 а.е.м. В отсутствие локальных аварийных разливов нефти относительные содержания легких углеводородов в водах пренебрежимо малы, и составляют не более 1-5 % от содержания высокомолекулярных. Несмотря на то, что относительные содержания легких углеводородов во всех исследованных нами образцах сырой нефти региона находятся в диапазоне от 15 до 75 % отн. и их более высокую растворимость в воде.

По полученным данным о групповом, гомологическом и изомерном составе органических примесей в водах установлено, что основная часть органики в пресных водах Куртамышского водоносного комплекса Западно-Сибирского артезианского бассейна является результатом протекания неравновесных процессов и химических реакций в системе «вода – вмещающие породы» с учетом участия в них органических компонентов системы [1, 2]. Наблюдаемая картина хорошо согласуется с выводами U.S. Geological Survey о том, что не более 5 % органических примесей в подземные воды проникает в результате проливов нефти или ее просачивания непосредственно из добывающих скважин из-за нарушений их технического обустройства или эксплуатации.

Методами РФА установлено нарушение условно безопасного соотношения содержания кальция и стронция – во всех исследованных пробах отмечено повышенное относительное содержание стронция. Нарушение баланса этих элементов в природных и питьевых водах приводит к появлению эндемических заболеваний людей и животных: при уменьшении отношения Ca/Sr ниже 160-100 на соответствующих территориях отмечаются эндемические заболевания (так называемая Кашина-Бека или уровская болезнь). В большинстве исследованных проб воды отношение Ca/Sr < 40.

Следует отметить, что в процессах водоподготовки при получении питьевых вод содержание основных органических примесей снижается не более чем в 1,5 раза, однако превышения нормативов ПДК ни по одному из веществ не обнаружено.

Библиографический список

1. Шварцев С.Л. и др. Геологическая эволюция и самоорганизация системы водопорода. Новосибирск: Изд. СО РАН, 2005. 244 с.

2. Абукова Л.А., Абрамова О.П. Влияние поровых вод тонкодисперсных отложений на экологическое состояние гидросферы в условиях нефтегазового техногенеза // Водные ресурсы, 2016, том 43, № 4, с. 431–441.

ЧЕРНОВИК

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИСТОЧНИКОВ НЕФТЯНЫХ РАЗЛИВОВ ПО СОСТАВУ
ВЫВЕТРЕННЫХ ОБРАЗЦОВ НЕФТЯНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ

Туров Ю.П., Гузняева М.Ю., Лазарев Д.А.

БУ ВО Сургутский государственный университет

628412, Россия, Тюменская область, ХМАО – Югра, г. Сургут, пр. Ленина, д. 1

Идентификация источников нефтяного загрязнения природной среды является важной не только юридической (для компенсации ущербов и штрафных санкций), но и технической задачей – для оптимизации реабилитационных мероприятий. Решение ее осложнено физико-химической лабильностью нефтяной системы, способной к существенным превращениям и изменениям состава под воздействием природно-климатических факторов. Теоретическая возможность практического решения задачи идентификации источников поступления нефтяных компонентов в природную среду даже через несколько лет после инцидента может быть продемонстрирована результатами исследования последствий аварии танкера Exxon Valdes в акватории залива Принца Альберта.

Однако реализация таких исследований сопровождается необходимостью решения дополнительных задач оценки погрешностей, чувствительности методик и других параметров с учетом конкретных климатических условий деградации нефтяного разлива и имеющихся инструментальных и методических ресурсов.

В данной работе приводятся результаты и продемонстрирована возможность идентификации источника реального нефтяного разлива по углеводородному составу выветренного (разложившегося под действием природных факторов) почвенного загрязнения двухгодичной давности в природно-климатических условиях Ханты-Мансийского округа.

Для решения этой задачи было проведено исследование вариаций состава извлекаемой нефти из различных скважин и проведена оценка суммарной погрешности результатов анализов, включающая вклады всех этапов анализа – пробоотбор, пробоподготовку, химические измерения и обработку результатов. Были подобраны оптимальные режимы работы аппаратуры и разработаны специальные программы обработки данных для разделения перекрывающихся не полностью разрешенных пиков в хроматомасс-спектрометрии, а также выбраны наиболее информативные характеристики состава для различения, дифференцирования источников нефти. Были также проведены модельные лабораторные эксперименты по анализу изменений состава деградирующей нефти под действием природных факторов. Моделирование включало имитацию теплового, светового, атмосферно-воздушного и микробиологического факторов.

В результате было установлено, что по групповому, гомологическому и изомерному составу углеводородов можно надежно идентифицировать образец нефти по принадлежности к конкретной нефтедобывающей скважине. Суммарные погрешности определения характеристик состава не превышали 4% отн. Наиболее информативными характеристиками являются соотношения содержаний изомеров насыщенных и ароматических углеводородов, а также алкилфенантронов и дибензотиофенов.

Таким образом была показана возможность надежной идентификации источников нефтяного загрязнения по результатам анализа выветренных остатков – одной из актуальных задач природоохранных служб.

ИССЛЕДОВАНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕЛКОДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ $PM_{2,5}$ И PM_{10} В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Уланова Т.С., Волкова М.В., Крылов А.А., Антипова М.В.

Федеральное бюджетное учреждение науки «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения»,
614045, Россия, г. Пермь, ул. Монастырская, 82

Загрязняющие вещества в атмосферном воздухе являются одним из преобладающих факторов риска для здоровья человека. Многочисленными исследованиями доказана прямая зависимость между загрязнением атмосферного воздуха и респираторными заболеваниями, а также смертностью [1].

Большой вклад в загрязнение атмосферного воздуха вносят взвешенные частицы, в особенности их мелкодисперсные фракции, возникающие в результате природных процессов (пожары, пылевые бури и т.д.), деятельности промышленных производств и автотранспортного комплекса (продукты сгорания топлива, износ шин, дорожного полотна). Малый размер мелкодисперсных частиц обуславливает их долгое присутствие в атмосфере и перенос на большие расстояния. Вместе с тем, они могут адсорбировать вредные вещества, тем самым повышая свою токсичность. Наибольшую угрозу представляют частицы размерами менее 10 мкм, поскольку являются респираторными, могут проникать глубоко в лёгкие, вызывая заболевания или обостряя уже имеющиеся [2]. В Российской Федерации установлены нормативы содержания в атмосферном воздухе для частиц двух фракций: максимальная разовая концентрация 0,16 мг/м³ для частиц 2,5 мкм ($PM_{2,5}$) и 0,3 мг/м³ для частиц размером 10 мкм (PM_{10}); среднесуточная 0,035 мг/м³ для $PM_{2,5}$ и 0,06 мг/м³ для PM_{10} ; среднегодовая 0,025 мг/м³ для $PM_{2,5}$ и 0,04 мг/м³ для PM_{10} . Таким образом, оценка уровня содержания мелкодисперсной пыли в атмосферном воздухе становится актуальной современной задачей.

Исследования атмосферного воздуха на территории Перми и Пермского края проводились в теплый период года (май-сентябрь) с 2014 по 2017 гг. Были проведены исследования на относительно чистых территориях, в поселках, в городе на границах санитарно-защитных зон промышленных предприятий, вблизи оживлённых автомобильных дорог, на территориях жилой застройки. Исследования массовой концентрации мелкодисперсных частиц в атмосферном воздухе выполняли лазерным анализатором аэрозоля DustTrak 8533 (США) и анализатором размера частиц Microtrac S3500 (США), форма частиц оценивалась с помощью фотооптического модуля Microtrac SIA (США).

За период проведения измерений превышений максимально разовых концентраций мелкодисперсных частиц не обнаружено. Превышения среднесуточных концентраций мелкодисперсных частиц зафиксировано в теплый и сухой период года в момент лесных пожаров на соседней территории. Вблизи автомобильных дорог концентрация мелкодисперсных частиц значительно превышает концентрации, зафиксированные на территории жилой застройки вдали от автодорог и на границе санитарно-защитных зон предприятий. По полученным данным частицы атмосферного воздуха не являются сферическими, большинство частиц имеют неправильную форму, что обуславливает их продолжительное присутствие в атмосфере.

Библиографический список

1. Cheng M., Chui H., Yang C. The effect of coarse particles on daily mortality: a case – crossover study in a subtropical city, Taipei, Taiwan // International Journal of Environmental Research and Public Health. 2016. № 13. 12 с.

2. Голохваст К.С. Атмосферные взвеси и экология человека (обзор литературы) / К.С. Голохваст, П.Ф. Кику, Н.К. Христофорова // Экология человека. 2012. Вып.10. С. 5-10.

ЧЕРНОВИК

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛАТОВ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ВЭЖХ-МС

Уланова Т.С., Карнажицкая Т.Д.

Федеральное бюджетное учреждение науки «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, г. Пермь, ул. Монастырская, 82

Начиная с середины прошлого столетия фталаты интенсивно применяются в качестве пластификаторов в производстве полимерных материалов бытового, медицинского, промышленного назначения. В настоящее время фталаты считаются одними из самых распространенных загрязнителей окружающей среды среди органических соединений [1].

Отдельные представители фталатов являются эндокринными дизрапторами, проявляют мутагенный и эмбриотоксический эффекты, ди(2-этилгексил)фталат относится к группе условных канцерогенов. При хроническом ингаляционном воздействии фталатов повышается уровень заболеваемости ринитами и экземой среди населения, что связано с высокими уровнями содержания бутилбензилфталата в домашней пыли. В последние годы появляются сообщения о связи между воздействием фталатов, обнаруженных в домашней пыли, с астмой и аллергиями у детей и взрослых [2].

Для аналитического контроля содержания фталатов в атмосферном воздухе применяются в основном газохроматографические методики, которые не обеспечивают контроля всех регламентированных фталатов, а также необходимой чувствительности определения ряда фталатов на уровне гигиенических нормативов.

В работе представлены результаты исследований по определению 8 фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, дибутилфталата, бензилбутилфталата, 2-(диэтилгексил)фталата, ди-н-октилфталата, диизодecilфталата, дидодецилфталата) в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с масс-спектрометрией (ВЭЖХ-МС) на жидкостном хроматографе Agilent Technologies. В ходе исследований проведена оптимизация параметров работы масс-спектрометрического детектора с тройным квадруполом 6460 для анализа фталатов, отработаны условия эффективного разделения фталатов методом ВЭЖХ на колонке ZORBAX SB C₁₈ длиной 50 мм и внутренним диаметром 3,0 мм с размером частиц 1,8 мкм в градиентном режиме элюирования смесью ацетонитрила и воды, подобраны условия отбора проб воздуха на фильтры из кварцевого микроволокна и извлечения аналитов экстракцией ацетонитрилом, степень экстракции в среднем составляет 89 %. Диапазон измеряемых концентраций фталатов в атмосферном воздухе от 0,0002 до 0,3 мг/м³, погрешность определения менее 31 %.

Сравнительный анализ атмосферного воздуха (n=6) и воздуха помещений дошкольных и школьных учреждений (n=50) методом ВЭЖХ-МС показал присутствие фталатов в атмосфере в единичных пробах и в 42-53 % проб в воздухе обследованных помещений.

Библиографический список

1. *Майстренко В.Н., Ключев Н.А.* Эколого-аналитический мониторинг стойких органических загрязнителей / *В.Н. Майстренко, Н.А. Ключев* М. – БИНОМ. Лаборатория знаний, 2004. – 323 с.
2. *Bornehag C.* The Association between Asthma and Allergic Symptoms in Children and Phthalates in House Dust: A Nested Case–Control Study / *C. Bornehag, J. Sundell, C. Weschler, T. Sigsgaard, B. Lundgren, M. Hasselgren, L. Hägerhed-Engman* // *Environ. Health. Perspect.* 2004. - 112 (14): p. 1393–1397.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Уланова Т.С., Недошитова А.В., Волкова М.В.

Федеральное бюджетное учреждение науки «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения»,
614045, Россия, г. Пермь, ул. Монастырская, 82

Одной из основных проблем гигиены окружающей среды в настоящее время является качество атмосферного воздуха, связанное с высокой степенью риска для здоровья населения. Значительный вклад в загрязнение окружающей среды вносят металлургические комбинаты, предприятия энергетики, а также военно-промышленные комплексы. Приоритетными компонентами выбросов этих предприятий являются соединения металлов, в том числе, соединения алюминия. Токсичность алюминия связана с его антагонизмом по отношению к кальцию и магнию, а также способностью легко образовывать соединения с белками и накапливаться в почках, костной и нервной тканях, вызывая деформацию опорно-двигательного аппарата, снижение когнитивной функции, поражение иммунной системы.

Для алюминия законодательством РФ установлены следующие гигиенические нормативы: среднесуточная ПДК – 0,01 мг/м³. Референтное значение при хроническом ингаляционном воздействии (RfC_{хр}) – 0,005 мг/м³.

Для оценки воздействия соединений алюминия на окружающую среду и здоровье населения необходимо располагать современными, высокочувствительными методами контроля содержания этого элемента. По аналитическим возможностям (селективность, предел обнаружения, уровень точности) наиболее современным и перспективным методом определения и идентификации элементов в различных объектах является масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Метод позволяет определять из одной пробы несколько элементов одновременно на уровне референтных и следовых концентраций. Высокая чувствительность метода позволяет сократить время отбора пробы и определять содержание металлов в среднесуточных и разовых пробах атмосферного воздуха.

Для определения алюминия в атмосферном воздухе в зоне влияния предприятий, содержащих в своих выбросах алюминий (вольфрамово-молибденовый комбинат, предприятие по производству алюминия, ракетно-космическая деятельность), были использованы разработанные нами методические указания (МУК 4.1.3481-17), основанные на определении 19 элементов, в том числе алюминия, методом ИСП-МС. Были отобраны разовые или среднесуточные пробы атмосферного воздуха на аналитические фильтры. В качестве сравнения были выбраны территории, расположенные вдали от производств вне зоны влияния. Определение содержания химических элементов проводили с использованием масс-спектрометра с индуктивно связанной аргоновой плазмой Agilent 7500cx (Agilent Technologies, USA).

При исследовании атмосферного воздуха в зоне влияния предприятия по производству алюминия были установлены 8 случаев превышения ПДК_{с.с.} (кратность превышения 1,1 – 2,7), 14 случаев превышения RfC_{хр} (кратность 1,1-1,6) по содержанию алюминия в первой обследуемой точке (n=50) и 4 случая превышения ПДК_{с.с.} (кратность превышения 1,2 – 1,8), 8 случаев превышения RfC_{хр} (кратность 1,1-1,8) по содержанию алюминия во второй обследуемой точке (n=50). По результатам анализа проб атмосферного воздуха в зоне влияния вольфрамово-молибденового комбината не обнаружено превышений ПДК_{с.с.} и RfC по алюминию. В зоне влияния ракетно-космической деятельности зафиксированное содержание алюминия в атмосферном воздухе было значительно ниже, чем установленное референтное значение при хроническом ингаляционном воздействии (RfC).

ПРИМЕНЕНИЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ПРОЦЕССОВ ТРАНСФОРМАЦИИ 1,1-ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА И ХАРАКТЕРИСТИКИ ОБРАЗУЮЩИХСЯ ПРОДУКТОВ

Ульяновский Н.В., Косяков Д.С., Пиковской И.И.

Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова, 163002, Россия, г. Архангельск, ул. Набережная Северной Двины, 17

1,1-диметилгидразин (несимметричный диметилгидразин, НДМГ) – один из наиболее широко применяемых в ряде стран (РФ, КНР, ЕС и др.) типов ракетного топлива. Помимо токсичности, данное соединение характеризуется высокой реакционной способностью. При попадании в объекты окружающей среды НДМГ способен давать широкий круг продуктов трансформации, зачастую более токсичных. Для устранения негативных последствий, вызванных проливом ракетного топлива в ходе эксплуатации ракетной техники и в аварийных ситуациях, в основном применяются методы, основанные на применении сильных окислителей. Тем не менее, эффективность того или иного реагента оценивалась на предположении о простой схеме превращения 1,1-диметилгидразина с образованием ограниченного круга известных продуктов трансформации: N-нитрозодиметиламин, 1-метил-1H-1,2,4-триазол, диметилгидразид муравьиной кислоты и другие. На основании данных по изменению концентраций НДМГ и некоторых продуктов и были предложены те или иные способы детоксикации. В тоже время известно, что превращения гидразинов носят радикальный характер, а, следовательно, потенциальное количество возможных образующихся продуктов не ограничено. Их характеристика должна опираться на высокоэффективные методы нецелевого скрининга большого количества низкомолекулярных азотсодержащих соединений. Наиболее перспективным из таких методов является масс-спектрометрия высокого разрешения на основе орбитальной ионной ловушки в сочетании с мягкой электрораспылительной ионизацией.

С использованием данного метода показано, что при взаимодействии несимметричного диметилгидразина с различными окислителями, в сочетании с катализаторами и без, образуется крайне сложный круг продуктов трансформации, насчитывающий от нескольких десятков до нескольких сотен соединений, большая часть которых ранее не была описана в литературе, при этом наибольшая интенсивность в масс-спектрах приходится на продукты, относящиеся к CHN-классу. Применение хемометрических подходов (метод анализа главных компонент) для обработки и сравнения массивов масс-спектрометрических данных позволяет охарактеризовать различия в образующихся продуктах при использовании различных окислителей, выявить промежуточные и финальные продукты и т.д. Так, например, большинство исследованных реагентов на основе пероксида водорода характеризуются схожим компонентным составом и различаются лишь скоростью протекания взаимодействий.

Работа выполнена в Центре коллективного пользования научным оборудованием «Арктика» Северного (Арктического) федерального университета имени М.В. Ломоносова при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (Грант №18-29-06018-мк) и гранта Президента Российской Федерации МК-4734.2018.3.

МЕТОДЫ АНАЛИЗА ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ ИНЖЕНЕРНО-ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИЗЫСКАНИЙ

Ушакова Е.С.¹, Пузик А.Ю.²

¹ Естественнаучный институт ПГНИУ,
614990, Россия, г. Пермь, ул. Генкеля, 4

² Пермский государственный национальный исследовательский университет,
614990, Россия, г. Пермь, ул. Букирева, 15

Инженерно-экологические изыскания выполняют для оценки современного состояния и прогноза возможных изменений окружающей среды под влиянием техногенной нагрузки для экологического обоснования строительства и иной хозяйственной деятельности.

При выполнении прикладных работ во многих технических заданиях прописано наличие у изыскателя собственной аккредитованной лаборатории, а иногда непосредственно метод выполнения анализа. Большинство изыскательских работ заключается на основании тендерных процедур. В этом случае исполнители с учетом экономии денежных средств вынуждены выбирать лаборатории с наиболее привлекательным прейскурантом цен. Для соблюдения регламентных сроков доставки проб в лабораторию и выполнения обязательств технического задания исполнитель изысканий вынужден производить поиск лабораторий непосредственно в регионе проведения работ. На современном этапе исследователи для получения достоверных результатов придерживаются использования аккредитованных лабораторий, которые после тщательной проверки экспертами Росаккредитации являются технически компетентными испытательными центрами для проведения лабораторных исследований. Система Росаккредитации позволяет в онлайн режиме получить необходимую информацию об интересующей лаборатории (статус аттестата, область аккредитации и т.д.).

В настоящее время в Пермском государственном национальном исследовательском университете (ПГНИУ) находятся 3 аккредитованные лаборатории, выполняющих исследования средообразующих компонентов оценка, которых необходима в практике инженерно-экологических изысканий: сектор наноминералогии, лаборатория гидрохимического анализа и научно-исследовательская лаборатория геологии техногенных процессов Естественнаучного института. В частности, сектор наноминералогии (<http://snm.perm.ru/>) является лабораторией мирового уровня и обладает уникальной базой современного аналитического оборудования, обслуживаемого высококвалифицированным персоналом. Согласно области аккредитации, лаборатория обладает расширенным перечнем показателей для определения горных пород, рудного и нерудного сырья, продуктов их переработки. Возможность лаборатории в экологическом аспекте позволяет оценить микроэлементный состав природных вод, почв, грунтов, донных отложений и т.д.

Лаборатория гидрохимического анализа выполняет химические анализы питьевых, природных, сточных вод, почв, грунтов, донных отложений и солей по 120 и более показателям согласно области аккредитации. Испытательная лаборатория обеспечена необходимым современным оборудованием, позволяющим выполнить анализы с высокой точностью, с применением системы капиллярного электрофореза, масс-спектрометра с индуктивно-связанной плазмой, ИК-Фурье спектрометра, ВЭЖХ, ионного и газового хроматографов, лазерного анализатора изотопного состава воды (<http://www.psu.ru/fakultety/geologicheskij-fakultet/laboratorii/laboratoriya-gidrokhimicheskogo-analiza>).

Таким образом, ПГНИУ является современным исследовательским центром, отвечающим статусу национально-исследовательского университета, дополняющим рынок аналитических услуг для реализации прикладных и научных направлений в Пермском крае и за его пределами.

ЧЕРНОВИК

НАНОЧАСТИЦЫ ПЫЛИ И ПЕПЛА КАК АККУМУЛЯТОР И НОСИТЕЛЬ
ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ: ПРОБЛЕМЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И
КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

Федотов П.С.

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
119991, Россия, Москва, ул. Косыгина, д. 19

Развитие nanoиндустрии приводит к выбросу наночастиц (НЧ) в окружающую среду. Тем не менее, около 90% атмосферных аэрозольных наночастиц на сегодняшний день, как считают, происходят из природных источников. Например, при одном извержении вулкана может быть выброшено до 30 миллионов тонн пепла. НЧ вулканического пепла достигают верхней тропосферы и стратосферы и могут «путешествовать» по миру в течение многих лет, влияя на здоровье человека, окружающую среду и даже климат. Сведений о поведении, подвижности и токсичности НЧ в окружающей среде недостаточно. Основная причина связана с проблемами выделения НЧ из образцов окружающей среды для дальнейшего исследования и количественного анализа. НЧ в сложных полидисперсных образцах, таких как пыль, вулканический пепел или почва, могут составлять лишь тысячные доли от общей массы образца. Несмотря на разнообразие методов разделения частиц, каждый из них имеет свои преимущества и ограничения, и только сочетание различных методов разделения, исследования и анализа частиц позволяет получить максимально полную информацию об исследуемом образце.

В настоящей работе предложена методология разделения, исследования и количественного элементного анализа НЧ окружающей среды. Для выделения НЧ использована комбинация седиментационного проточного фракционирования в поперечном поле во вращающейся спиральной колонне и мембранной фильтрации. Размер и морфология НЧ охарактеризованы с использованием статического рассеяния света и сканирующей электронной микроскопии. Содержание макро- и микроэлементов в исходном образце и полученных фракциях определяли атомно-эмиссионной и масс-спектрометрией с индуктивно связанной плазмой.

На примере пеплов вулканов из разных регионов мира (Камчатка, Россия и Чили) показано, что концентрации токсичных металлов и металлоидов (Ni, Cu, As, Se, Ag, Cd, Sn, Te, Hg, Tl, Pb, Bi) в НЧ вулканического пепла значительно выше их валовых содержаний. Фактор обогащения (отношение массовой концентрации элемента во фракции НЧ к его валовому содержанию) токсичных и потенциально токсичных элементов (Ni, Cu, As, Se, Ag, Cd, Sn, Te, Hg, Tl, Pb, Bi) находятся в диапазоне от 10 до 500. Такие элементы, как As, Se, Te, Hg и Bi имеют наивысший фактор обогащения (на уровне сотен). Концентрирование элементов, вероятно, вызвано их поглощением наночастицами из вулканических газов.

Предложенная методология использована и при исследовании городской пыли. Показано, что валовое содержание большинства элементов в образцах пыли г. Москвы сопоставимо с кларковыми значениями для городских почв. При этом во фракции НЧ выявлены аномально высокие содержания ряда элементов (Cu, Zn, Ag, Cd, Sn, Sb, Hg, Pb, Tl, Bi) – фактор обогащения относительно валового содержания колеблется в пределах от 10 до 450.

Полученные результаты имеют большое значение для биогеохимии и экоаналитики, они важны при оценке потенциального риска НЧ пепла и пыли для здоровья человека, учитывая проникающую способность НЧ в организм человека и их подвижность в окружающей среде.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 17-03-00207).

ПРИМЕНЕНИЕ ВРЕМЯПРОЛЕТНОГО МАСС-СПЕКТРОМЕТРА ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ В АНАЛИЗЕ ПОЛИБРОМИРОВАННЫХ БИФЕНИЛОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ, ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ И БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ

Финаков Г.Г., Белинская Е.А., Зыкова Г.В.

Федеральное государственное унитарное предприятие Научно-технический центр радиационно-химической безопасности и гигиены Федерального медико-биологического агентства, 123182 г. Москва, ул. Щукинская, 40

Гексабромбифенилы (ГкББ) – вещества антропогенного происхождения и применяются, в основном, в качестве антипиренов – ингибиторов горения и распространения пламени. ГкББ являются высокотоксичными соединениями, представляют опасность для человека и биоты, включены в приложение А перечня стойких органических загрязнителей (СОЗ) Стокгольмской международной конвенции о запрещении СОЗ. Задача контроля гексабромбифенилов является актуальной, поскольку Российская Федерация ратифицировала Стокгольмскую конвенцию. Для проведения гигиенического и экологического мониторинга необходимо обеспечить аналитические лаборатории современным методом обнаружения, идентификации и количественного определения ГкББ в объектах окружающей среды, пищевых продуктах и в биологических пробах.

При разработке методики определения ГкББ в качестве метода инструментального анализа была выбрана газовая хроматомасс-спектрометрия с применением магнитно-секторного масс-спектрометра высокого разрешения. В режиме регистрации выбранных ионов при развертке ускоряющего напряжения магнитно-секторный масс-спектрометр до сих пор остается наиболее чувствительным и селективным детектором для анализа СОЗ в различных матрицах.

Для обеспечения надежности и контроля качества анализа ГкББ используются стандартные образцы, в том числе изотопно-меченые.

При составлении программы сбора данных магнитно-секторного масс-спектрометра высокого разрешения в режиме регистрации выбранных ионов требуется задавать точные массы характеристичных ионов с точностью до 1-2 ppm. Точные массы характеристичных ионов нативных гексабромбифенилов были найдены в литературе, однако, точные массы для изотопно-меченого стандарта-имитатора 2,2',4,4', 5,5'-гексаББ-153 найти в литературе не удалось.

Проблема определения точных масс характеристичных ионов изотопно-меченого стандарта ГкББ была успешно решена при помощи времяпролетного масс-спектрометра высокого разрешения Leco Pegasus HRT. Полный масс-спектр был зарегистрирован в режиме высокого разрешения (25000 на половине высоты пика) с высокой точностью определения масс на уровне 1 ppm. Были выбраны две точные массы характеристичных ионов, которые в дальнейшем были заданы в программе сбора данных магнитно-секторного масс-спектрометра высокого разрешения для детектирования изотопно-меченого стандарта ГкББ-153 в режиме регистрации выбранных ионов при развертке ускоряющего напряжения.

Разработанная программа селективного детектирования характеристических ионов ГкББ с ионизацией пробы электронным ударом магнитно-секторным масс-спектрометром высокого разрешения была использована авторами при разработке методик измерений полибромированных бифенилов в пробах питьевой воды, природных, сточных вод и атмосферных осадков; в пробах почвы, донных отложений, грунтов, илов, в твердых пробах промышленных отходов; в пробах растительного происхождения; в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны; в пищевых продуктах и в биологических средах с пределом определения не хуже ppm.

ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКАЯ МУЛЬТИСЕНСОРНАЯ СИСТЕМА ДЛЯ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПРИРОДНОЙ ВОДЫ В РЕЖИМЕ
РЕАЛЬНОГО ВРЕМЕНИ

Хайдукова М.М., Кирсанов Д.О., Лegin Е.А., Панчук В.В., Лegin А.В.

Институт химии СПбГУ, 198504, Петергоф, Университетский пр., 26

Химический состав природной воды определяется влиянием ряда факторов, в том числе климатом местности, выщелачиванием химическим и биологическим, составом залегающих горных пород, антропогенными воздействиями. Вариативность во влиянии факторов может в значительной степени изменять химический и элементный состав воды в водоемах. Анализ элементного состава природных вод необходимо проводить как по макрокомпонентам (Na, K, Ca, Mg) так и по элементам (Zn, Fe, Co, и т.д.), содержание которых в сотни и тысячи раз меньше. За один анализ такой разброс концентраций позволяют количественно оценивать только высокотехнологичные приборы, такие как атомно-эмиссионные спектрометры с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС). Наряду с большим перечнем достоинств таких анализаторов, существуют некоторые недостатки: необходимость размещения анализатора в специально подготовленной лаборатории; стоимость каждого анализа с учетом цены прибора, значительного расхода инертного газа и привлечения высококвалифицированного персонала; невозможность анализа в режиме реального времени. Перечисленные недостатки не позволяют реализовать непрерывный мониторинг элементного состава природных вод. Такого рода наблюдения повысят уровень экологической безопасности водоемов, позволят усовершенствовать менеджмент качества воды и предоставят возможность компетентным органам своевременно реагировать на повышение содержания каких-либо элементов в водоемах. В свою очередь потенциометрические мультисенсорные системы могут быть рассмотрены в качестве прибора для мониторинга состава природных вод. Такие системы просты в эксплуатации, доступны с экономической точки зрения, не требуют пробоподготовки и даже пробоотбора, т.к. могут быть помещены напрямую в водоем. Показано, что такие системы могут быть использованы для оценки различных параметров, например, токсичность воды [1], содержание азота в очищенных сточных водах [2] и переходных металлов в модельных грунтовых водах [3].

В данной работе изучали возможность применения мультисенсорной системы для мониторинга элементного состава природных вод. Образцы воды отбирали из реки и переносили в измерительную ячейку объемом 4 литра, где при помощи насоса создавали эффект потока. В ячейку помещали массив из 19 сенсоров, отклик которых регистрировали каждые 10 секунд. Аликвоты образцов воды анализировали при помощи ИСП-АЭС. На основании данных от мультисенсорной системы и результатов референтного анализа строили многомерные регрессионные модели, связывающие отклик массива сенсоров с содержанием макро и микроэлементов (Na, K, Mg, Ca, Mn, Fe, Cu, Co, Al, Zn) в воде. В докладе будут представлены результаты моделирования и оценка возможностей предлагаемого подхода в контексте комплексного онлайн мониторинга элементного состава природной воды.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект №17-73-10284).

Библиографический список

1. Zadorozhnaya O., Kirsanov D., Buzhinsky I. et al., Sens. Actuators B Chem. 2015, 207, pp. 1069-1075.
2. Belikova V., Panchuk V., Legin E. et al., Sens. Actuators: B Chem. 2019, 282, 854-860.
3. Rudnitskaya A., Ehlert A., Legin A. et al., Talanta 2001, 55, 425-431.

ИОНОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОНОЭТАНОЛАМИНА В
СБРОСНЫХ ВОДАХ АТОМНЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

Харитонова Е.Ю., Гурский В.С.

ФГУП НИТИ им. П.Александрова,

188540, Ленинградская область, г. Сосновый Бор, Копорское шоссе, д. 72

Перевод отечественных АЭС с ВВЭР на водно-химический режим второго контура с применением в качестве корректирующей добавки моноэтаноламина вызвал необходимость его контроля в сбросных водах – продуктах переработки технологических отходов растворов моноэтаноламина. В соответствии с нормами для водоемов рыбохозяйственного назначения допустимое содержание МЭА в таких водах не более 10 мкг/л.

Особенность разработанной методики ионохроматографического анализа – использование отечественной аналитической колонки на основе сверхсшитого полистирола С1Р1. Колонка отличается малым временем выхода МЭА при сохранении высокого разрешения целевого пика с пиком ионов аммония. Использование метансульфоновой кислоты в качестве элюента в сочетании с петлей большого объема и подавления фоновой проводимости элюента позволило разработать методику определения МЭА с пределом определения 5 мкг/л на фоне высокого (до 100 мг/л) содержания ионов натрия и аммония. Разработанная методика успешно использовалась при оптимизации технологии переработки сбросных вод Ленинградской АЭС, содержащих моноэтаноламин.

ПРИМЕНЕНИЕ ОТХОДОВ ХИМИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ В КАЧЕСТВЕ
СОРБЕНТОВ ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ РЕЗОРЦИНА ИЗ СТОЧНЫХ ВОД

Харитонов Л.А.¹, Лисицкая Р.П.¹, Мокшина Н.Я.¹, Пугачева И.Н.²

¹ ВУНЦ ВВС «Военно-воздушная академия им. проф. Н. Е. Жуковского
и Ю. А. Гагарина», 394064, Воронеж, ул. Старых Большевиков, 54а
email: moksnad@mail.ru

² Воронежский государственный университет инженерных технологий,
394000, Россия, г. Воронеж, пр. Революции, 19

Совершенствование аналитических методов определения загрязнителей в объектах окружающей среды и разработка способов их выделения – актуальная аналитическая проблема. Резорцин относится к «биологически жестким соединениям» и содержится в сточных водах предприятий пищевой и химической промышленности. Точное определение резорцина на уровне предельно-допустимых концентраций в очищенных сточных водах включает предварительное концентрирование. В настоящее время широко применяются сорбенты, полученные на базе отходов различных химических производств, например, модифицированная техническая целлюлоза.

Разработан способ концентрирования и выделения резорцина из водных сред модифицированной технической целлюлозой, полученной из отходов химических предприятий. Для получения порошкообразного сорбента (модифицированной целлюлозы) хлопковое волокно измельчали и обрабатывали раствором серной кислоты. Полученную массу тщательно перемешивали и высушивали в сушильном шкафу, затем измельчали до мелкодисперсного состояния. Анализ элементного состава частиц показал присутствие связанных сульфатных групп в модифицированной целлюлозе, а также подтвердил, что она содержит в своем составе остатки серной кислоты, что повышает эффективность извлечения фенольных соединений.

В ходе определения фракционного состава порошкообразной целлюлозы установлены средневзвешенный размер частиц ($\approx 0,57$ мкм) и расчетная удельная поверхность при плотности целлюлозы $\rho=1,5$ г/см³ (70 см²/г).

Для определения сорбционной эффективности модифицированной целлюлозы в водный раствор резорцина вводили мелкодисперсный порошок, встряхивали на вибросмесителе до установления межфазного равновесия. После расслаивания фаз отбирали равновесный водный раствор, содержание резорцина в котором устанавливали фотометрически по реакции с диазотированной сульфаниловой кислотой (КФК-2МП, $\lambda=400$ нм).

Эффективность сорбции резорцина оценивали по коэффициенту распределения и степени извлечения (R , %). Степень извлечения резорцина вычисляли по формуле

$$R = (A - A_p) \cdot 100 / A,$$

где A и A_p – оптические плотности исходного и равновесного растворов соответственно.

Коэффициент сорбционного концентрирования (r_c) двухатомного фенола (при условии практически полного извлечения, $R=94-96$ %), найденный из соотношения масс водной и сорбционной фаз, находится в пределах 130-135.

Результаты испытаний показали, что модифицированная целлюлоза эффективно извлекает резорцин из водных растворов и может быть рекомендована для концентрирования его при контроле очищенных сточных вод, сбрасываемых в водоёмы, а также в технологических схемах очистки.

СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ТЕТРАЦИКЛИНОВ НА
МОДИФИЦИРОВАННЫХ ФЕРРОМАГНИТНЫХ НАНОЧАСТИЦАХ ДЛЯ ИХ
ПОСЛЕДУЮЩЕГО ВЭЖХ-МС/МС ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Черкашина К.Д., Почивалов А.С., Осмоловская О.М., Вах К.С., Булатов А.В.

СПбГУ, Институт химии, кафедра аналитической химии,
Санкт-Петербург, Университетский пр. 26

В настоящее время повышенное внимание уделяется изучению загрязнения окружающей среды остаточными количествами антибиотиков. Тетрациклины широко применяют в медицине и в животноводстве [1]. В свою очередь это обуславливает их попадание в объекты окружающей среды вместе со сточными водами. Загрязнение антибиотиками приводит к нарушению биоценозов водоемов и почв, а также стимулирует развитие резистентных микроорганизмов [2]. Таким образом, определение содержания тетрациклинов в объектах окружающей среды является важной аналитической задачей.

Для выделения и концентрирования тетрациклинов из водных сред разработан новый метод, предполагающий их сорбцию на ферромагнитных наночастицах, модифицированных поверхностно-активными веществами (ПАВ). Установлено, что при диспергировании в водной фазе ферромагнитных наночастицах, модифицированных цетилтриметил аммонием бромидом, происходит эффективное извлечение целевых аналитов. Оптимизированы условия сорбционного выделения тетрациклинов на модифицированных ферромагнитных наночастицах для последующего их определения методом ВЭЖХ МС/МС.

Авторы выражают благодарность за поддержку данной работы РФФИ (грант – 18-33-01176 мол_а).

Библиографический список

1. Chopra I., Roberts M. Tetracycline antibiotics: mode of action, applications, molecular biology, and epidemiology of bacterial resistance //Microbiology and molecular biology reviews. – 2001. – Т. 65. – №. 2. – С. 232-260.
2. Chang, X., Meyer, M. T., Liu, X., Zhao, Q., Chen, H., Chen, J. A., Shu, W. Determination of antibiotics in sewage from hospitals, nursery and slaughter house, wastewater treatment plant and source water in Chongqing region of Three Gorge Reservoir in China //Environmental pollution. – 2010. – Т. 158. – №. 5. – С. 1444-1450.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА В ПОЧВАХ С НОВЫМ ОКИСЛИТЕЛЬНЫМ РЕАГЕНТОМ

Черных К.С., Лоханина С.Ю., Трубачева Л.В.

ФГБОУ ВО «УдГУ», 426034, УР, г. Ижевск, ул. Университетская, 1

По результатам агрохимических лабораторий полученных при контроле качества почв, оценивают обеспеченность почвы биогенными элементами, микроэлементами, или потребность в гипсовании и известковании. Важно определение элементов состава почв, как в валовой форме, так и в формах доступных растениям. Марганец – один из микроэлементов, усиливающих избирательное поглощение ионов из питательных растворов, повышающих устойчивость растений к неблагоприятным факторам внешней среды [1]. Неразрушающие методы контроля применяются для оценки его валового содержания, фотометрические – концентраций подвижного и обменного Mn после его извлечения различными экстрагирующими растворами.

Определение содержания указанных форм проводят в соответствии с методиками измерений (МИ) [2, 3], которые в качестве реагента для фотометрического определения предусматривают применение формальдоксима, взаимодействующего с Mn^{2+} в щелочной среде, образуя красно-коричневый комплекс ($\lambda_{max} = 455$ нм, $\epsilon_{max} = 1,12 \cdot 10^4$). Выполнение анализа предусматривает добавление растворов аммиака с высокими концентрациями ($\omega(NH_3) \approx 1,9$ % [2], 20 см³ – 0,6 % [3]). Диапазоны определений по методикам [2, 3] находятся в пределах от 10 до 132 млн⁻¹.

В качестве аналитического сигнала для фотометрического определения марганца (II) в водах различных типов используют светопоглощение MnO_4^- -ионов ($\lambda_{max} = 528$ нм и $\epsilon_{max} = 2,2 \cdot 10^3$), получаемых при окислении ионов Mn (II) в кислой среде с помощью сильных окислителей, одним из которых может выступать KIO_4 .

Целью работы является исследование возможности применения периодат-ионов в качестве окислителя при определении марганца в почвах. Сначала разработаны алгоритмы фотометрических определений подвижного и обменного марганца в почвах с предварительным его окислением периодатом калия в кислой среде в диапазоне действия методик [2, 3]. Построены градуировочные характеристики для разработанных алгоритмов и в соответствии с аттестованными методиками. С целью возможного расширения диапазона определяемых концентраций подвижного и обменного марганца в почвах в присутствии периодат-ионов по сравнению с диапазоном, регламентированным нормативными документами на МИ [2, 3], получены значения оптических плотностей растворов с $C(Mn^{2+}) = 1$ млн⁻¹. Далее проведены расчеты с использованием экспериментальной зависимости $s_A = f(A)$. Установлена возможность определения концентраций < 10 млн⁻¹.

Выполнено исследование образцов почв различных типов. Полученные результаты воспроизводимы со значениями, установленными по аттестованным методикам измерений [2, 3].

Библиографический список

1. Мартынова, М.В. Формы нахождения марганца, их содержание и трансформация в пресноводных отложениях (аналитический обзор)/М.В. Мартынова// Экологическая химия. 2012. 21(1). С. 38 – 52.
2. ГОСТ Р 50685 Почвы. Определение подвижных соединений марганца по методу Крупского и Александровой в модификации ЦИНАО. - М.: Изд-во стандартов, 1994. 10 с.
3. ГОСТ 26486 Почвы. Определение обменного марганца методами ЦИНАО. – М.: Изд-во стандартов, 1985. 7 с.

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРЫ LECO PEGASUS: ОДНОВРЕМЕННЫЙ ОБЗОРНЫЙ И ЦЕЛЕВОЙ АНАЛИЗ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

Шайдуллина Г.М.

Представительство LECO Corporation,

1-й Автозаводский проезд, д. 4, корп. 1, Москва, Россия, email: sg@leco.ru

Развитие аналитического приборостроения расширяет диапазон контролируемых показателей в экологических исследованиях. Помимо обнаружения целевых аналитов, содержание которых в объектах окружающей среды уже нормируется и должно контролироваться, важно иметь возможность одновременно без дополнительных затрат проводить и общий обзорный анализ всех потенциально опасных загрязняющих веществ, поскольку в результате технического прогресса и естественных процессов загрязнение окружающей среды значительно изменяет свой химический состав. Как известно, наиболее информативным методом анализа потенциально опасных органических веществ в различных объектах окружающей среды является хромато-масс-спектрометрия, а инновации, реализованные в приборах LECO Pegasus, открывают пользователям совершенно новые уникальные возможности.

Внедрение концепции многоотражательного планарного времяпролетного масс-анализатора в системах LECO Pegasus позволило одновременно получить высокое разрешение (50000 FWHM), высокую точность измерения масс (лучше 1 ppm) и скорость сбора данных до 200 спектров в секунду в широком диапазоне масс от 5 до 15000 а.е.м. При этом неискаженность отношений интенсивностей изотопных пиков дает дополнительную информацию для более надежной идентификации неизвестных компонентов в пробе. Снижение шума в ионных хроматограммах при использовании точных значений массы обеспечивает низкие пределы обнаружения аналитов, а также позволяет упростить стадии концентрирования методик пробоподготовки.

Газовая хроматография в двумерном варианте при сочетании неподвижных фаз с различной селективностью позволяет достичь наилучшего разрешения хроматографических пиков в пространстве, поэтому становится возможным обнаружить компоненты, которые при одномерной хроматографии коэлюируются или скрыты матрицей. При этом сокращается время интерпретации результатов анализа благодаря визуализации структурных, изомерных и гомологических закономерностей. Благодаря уникальной системе модуляции в приборах серии LECO Pegasus удается эффективно реализовать сочетание двумерной газовой хроматографии с времяпролетным масс-спектрометрическим детектированием и получать больше информации для одновременного целевого и обзорного анализа.

Уникальное программное обеспечение ChromaTOF со встроенными процедурами автоматического нахождения пиков, выделения чистых спектров и библиотечного поиска масс-спектров существенно ускоряет процесс интерпретации результатов. Функции, позволяющие одновременно обрабатывать целые серии файлов с автоматическим построением калибровочных кривых, существенно сокращает время для целевого количественного анализа. При этом не теряется информация об остальных компонентах пробы, поскольку регистрация данных в процессе анализа ведется в полном диапазоне масс с огромной скоростью по запатентованному алгоритму.

Благодаря этим преимуществам систем LECO Pegasus позволяют в экологических исследованиях получить исчерпывающую информацию о присутствии потенциально опасных загрязняющих органических веществ в объектах окружающей среды.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ
ПРОМЫШЛЕННОГО РАЙОНА Г.НОВОСИБИРСКА ВБЛИЗИ ОЛОВОКОМБИНАТА

Шацкая С.С.¹, Красовская А.Ю.², Удальцов Е.А.²

¹ Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН,
630128, Россия, г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, 18, email: lana46@ngs.ru

² Новосибирский государственный технический университет,
630073, Россия, г. Новосибирск, пр. Карла Маркса, 20, email: anya777.96@mail.ru

К основным источникам загрязнения окружающей среды относятся предприятия цветной металлургии, приоритетными загрязнителями которых выступают тяжелые металлы (ТМ). Поэтому вблизи данных предприятий необходимо проводить постоянный аналитический контроль состояния природных объектов.

Целью настоящего исследования является оценка техногенного загрязнения почв тяжелыми металлами в промышленном районе вблизи Новосибирского оловянного комбината (НОК).

В работах [1] и [2] поднималась проблема загрязнения почв ТМ в данном районе. Тогда определялось валовое содержание элементов, характеризующее общую загрязненность почв. Отличие нашей работы в том, что мы определили металлы в подвижной форме, представляющей наибольшую опасность, так как именно они доступны для растений и поступают через пищевые цепи в организм человека, оказывая на него токсическое и канцерогенное действие.

В сентябре 2018 года в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01-83 и ГОСТ 17.4.4.02-84 были отобраны пробы почвенного грунта на расстоянии 0,45 - 2,3 км относительно стометровой дымовой трубы оловокомбината в 10 точках, расположенных к северо-востоку от промышленной площадки с учетом юго-западного направления розы ветров.

Для определения ТМ в почве были проведены многоэлементный анализ методом ИСП–МС на масс-спектрометре Agilent 7500a и количественный анализ методом ААС с пламенной атомизацией на приборе AA280FS в соответствии с методикой ПНДФ 16.2.22.371-2011. Данные обоих методов согласуются между собой и дополняют друг друга.

В результате химического анализа в почвенном покрове вблизи НОК определен высокий уровень загрязнения следующими тяжелыми металлами: Cu, Ni, Cr, Pb, Zn и As. Максимальное превышение предельно-допустимых концентраций (ПДК) Cu, Pb, Zn и As зафиксировано на расстоянии до 1 км от оловокомбината. Загрязнение почв этими металлами снижается по мере удаления от предприятия, но прослеживается даже на расстоянии 2-х км в районе парка «Бугринская роща».

По данным исследования видно, что содержание некоторых ТМ значительно превышает ПДК, и загрязнение почвы остается насущной проблемой данного промышленного района г. Новосибирска.

Библиографический список

1. Артамонова С.Ю., Рапута В.Ф., Колмогоров Ю.П. Техногенное загрязнение почв и растительного покрова в районе оловокомбината (г. Новосибирск) //Интерэкспо Гео-Сибирь. 2005. – Т. 5. С. 106-110.
2. Коковкин В.В., Рапута В.Ф., Шуваева О.В. Мониторинг загрязнения тяжелыми металлами снежного покрова в окрестностях Новосибирского оловокомбината // Труды Междунар. конгр. "Интерэкспо "ГЕО-Сибирь-2013". Новосибирск: СГГА, 2013. - Т. 2. С. 36-41.

ПРИМЕНЕНИЕ ОБОБЩЕННОГО ПОКАЗАТЕЛЯ АОХ ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ ХЛОРООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДНЫХ ЭКОСИСТЕМАХ

Швецова Н.В., Вельямидова А.В., Вахрамеева Е.А.

ФГБУН Федеральный исследовательский центр комплексного изучения Арктики
им. акад. Н.П. Лаверова РАН,
163061, Россия, г. Архангельск, наб. Северной Двины, 23, email: bataox@yandex.ru

АОХ (adsorbable organic halogens) является обобщенным показателем, отражающим суммарное содержание органически связанных галогенов, преимущественно хлорорганических соединений (ХОС), выделенных адсорбцией на активированном угле. Многие из этих соединений липофильны, устойчивы к деградации, обладают высокой биологической активностью, многоплановым долгосрочным токсичным воздействием и потенциально опасны для окружающей среды и здоровья человека. Известно, что около 60% химических соединений, контролируемых Агентством по защите окружающей среды США (USEPA), а также стойкие органические загрязнители из перечня Стокгольмской конвенции о СОЗ, относятся к составляющим АОХ [1]. В мировой практике, начиная с конца 70-х годов прошлого столетия, показатель АОХ широко используется для контроля и регулирования ХОС, отличающихся по молекулярным массам и физико-химическим свойствам, в различных техногенных и природных средах (сточных, питьевых и природных водах, иловых осадках, донных отложениях и пр.) [2, 3]. Большой интерес обобщенный показатель представляет для оценки уровней содержания ХОС и выявления источников загрязнения пресноводных экосистем.

В данной работе представлены результаты мониторинговых исследований (2012–2017 гг.) озера Нижнее, расположенного на юге Архангельской области, в непосредственной близости от районного центра. По морфологическим признакам озеро относится к малым, мелководным (площадь 0,6 км²; средняя глубина 3–4 м); с обилием воздушно-водной растительности. Озеро находится под влиянием хозяйственно-бытовой деятельности населения жилого поселка и загрязненной территории лесозавода, применявшего в прошлом хлорфенольный биоцид.

Пробы озерной воды отбирались на выбранных станциях послойно с помощью пластикового горизонтального батометра. Методика измерений массовых концентраций АОХ в пробах включает адсорбцию ХОС на активированном угле с последующим высокотемпературным сжиганием в токе кислорода и количественным определением образовавшихся хлорид-ионов методом микрокулометрического титрования на анализаторе MultiX 2500 (МИ № 88-16365-008-2014).

АОХ в озерной воде определен в количестве 12–88 мкг/дм³ при отсутствии закономерностей в распределении по горизонтам. Для сравнения уровни содержания АОХ в водах озер Архангельской области, удаленных от источников загрязнения, не превышали 25 мкг/дм³. В целом, полученные результаты были сопоставимы с концентрациями АОХ (5–78 мкг/дм³ при наибольших значениях, достигающих 100–120 мкг/дм³) в поверхностных пресных водоемах европейских стран с различным уровнем антропогенной нагрузки. Скорее всего, присутствие и количественное содержание хлорорганических соединений, оцениваемое по показателю АОХ, в воде озера Нижнее обусловлено активным протеканием естественных энзиматических и биохимических процессов в условиях озерной экосистемы, хотя нельзя не учитывать и вклад антропогенной составляющей.

Библиографический список

1. Xie Y. et al. / Chemosphere, 2016. V. 155. P. 217–224.
2. McKinnon L. / BC Ministry of Environment, Lands and Parks, Canada, 1992. 83 p.

АНАЛИЗ ПОСТУПЛЕНИЯ И РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПОЛИХЛОРИРОВАННЫХ
БИФЕНИЛОВ В БАССЕЙНЕ ОЗЕРА БАЙКАЛ

Ширапова Г.С.¹, Морозов С.В.²

¹ Байкальский институт природопользования СО РАН,
670047, Россия, Республика Бурятия, г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, д. 6

² Новосибирский институт органической химии СО РАН,
630090, Россия, г. Новосибирск, проспект Академика Лаврентьева, д. 9

Проведено исследование содержания, распределения и профилей полихлорированных бифенилов (ПХБ) в поверхностной воде и донных отложениях в бассейне озера Байкал в центральной и буферной экологических зонах Байкальской природной территории.

Для анализа полученных экстрактов был использован метод хромато-масс-спектрометрии (газовый хроматограф AgilentTechnologies (АТ) 6890N с масс-селективным детектором АТ 5975N и автосамплером АТ 7683В) в режиме детектирования по индивидуальным характеристичным ионам определяемых соединений.

Анализ проводили на капиллярной кварцевой колонке длиной 30 м, диаметром 0,25 мм, толщина пленки неподвижной жидкой фазы HP-5MS (сополимер 5% дифенил- и 95% диметилсилоксана) составляла 0,25 мкм. Температура инжектора и интерфейса масс-спектрометрического детектора составляла 280°C, температура источника ионов 230°C, температура квадруполя 150°C. Через колонку пропускался поток гелия со скоростью 1 мл/мин. Начальная температура колонки составляла 50°C и поддерживалась 2 мин, далее температура повышалась со скоростью 10°C/мин до 280°C, при этой температуре колонка выдерживалась в течении 20 минут.

Для высокочувствительного количественного анализа и идентификации ПХБ анализ проводился в режиме детектирования индивидуальных характеристичных (режим SIM) ионов, распределенных по временным зонам в соответствии с временами выхода компонентов.

В результате получены детальные высокоинформативные хроматографические профили ПХБ, которые позволили выявить основные источники поступления их в исследуемые экосистемы. Количественное определение содержания полихлорированных бифенилов проведено с использованием стандартного образца ГСО 7821-2000 и внутреннего стандарта - 4,4'-дибромбифенила.

Проведено сопоставление с соответствующими данными для других водных экосистем планеты. Установлен современный уровень содержания ПХБ в бассейне озера Байкал на территории Бурятии. Полученные данные позволили провести анализ источников поступления ПХБ в исследованные зоны Байкальской природной территории. Установлено, что наибольшее содержание ПХБ в поверхностной воде и донных осадках характерно для проб, отобранных в буферной экологической зоне (р. Селенга и оз. Гусиное) вблизи основных источников загрязняющих веществ (г. Улан-Удэ, пос. Селенгинск, Гусиноозерская ГРЭС).

ПРИМЕНЕНИЕ ФОСФОРСОДЕРЖАЩЕГО ПОЛИМЕРА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
КАДМИЯ В ВОДЕ И ПИЩЕВЫХ ОБРАЗЦАХ МЕТОДОМ АТОМНО-
АДСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Эфендиева Н.А., Азизов А.А., Буният-заде И.А., Алосманов Р.М.
Бакинский Государственный Университет, Химический факультет
AZ 1148, Азербайджан, г. Баку, ул. З. Халилова, 23

Кадмий занимает шестую строчку в списке самых токсичных загрязнителей и выделяется в окружающую среду в результате промышленной деятельности и производства продуктов питания. Загрязнение воды, почвы и растений кадмием является серьезной проблемой из-за воздействия на окружающую среду даже при очень низких концентрациях. Кадмий, оказывая вредное воздействие на растения, накапливается в пищевой цепи, пагубно отражаясь на здоровье человека, что подтверждает растущее число исследований. Длительное потребление питьевой воды, содержащей Cd в количестве более 3.0 мкг/л, может оказывать вредное воздействие, в целом, на организм человека. По данным Американского агентства по охране окружающей среды, Cd классифицируется как канцероген для человека даже при низком уровне воздействия на окружающую среду [1]. В сложившихся обстоятельствах, значительно возрастает потребность в определении Cd в следовых количествах, что представляет собой весьма непростую задачу при низкой концентрации последнего. Поэтому, необходимы быстрые и более чувствительные инструментальные методы, а также стадия концентрирования перед анализом атомной адсорбционной спектрометрии.

В настоящем исследовании фосфорсодержащий полимер (ФСП) использовался для твердофазной экстракции ионов кадмия из образцов воды и пищи, с последующим анализом методом пламенной атомно-адсорбционной спектрометрии. ФСП был синтезирован реакцией окислительного хлорфосфорилирования бутадие-н-стирольного каучука при помощи PCl_3 в присутствии кислорода в соответствии с известной методикой [2]. Ионов кадмия взаимодействовали с 8-гидрохинолином (оксином) и адсорбировали на ФСП. Стадию десорбции проводили при помощи разбавленной HNO_3 . Несколько аналитических факторов, влияющих на эффективность адсорбции и обогащения, включая pH, концентрацию лиганда, концентрацию элюента и объем, скорость потока и количество образца, были оптимизированы для получения хорошей селективности и высокого выхода при экстракции. Был также проведен эксперимент по адсорбции для определения адсорбционной способности сорбента. Разработанный метод отличается хорошей линейностью с высоким коэффициентом корреляции $R^2 = 0.998$. Метод характеризуется низким пределом обнаружения - 0.41 мкг/л и высоким коэффициентом концентрирования - 40, которые были обнаружены при оптимальных экспериментальных условиях. Относительное стандартное отклонение составляет 1.08% при концентрации кадмия 25 мкг/л. Для проверки точности предлагаемого метода, сертифицированные эталонные материалы - обогащенная озерная вода и листья шпината - были проанализированы с его помощью, а также проверены стандартным методом добавления. Полученные результаты показали хорошее согласование с сертифицированными значениями, и была достигнута достаточно высокая степень извлечения кадмия (98.1-99.8%). Предложенный метод удобен, оперативен и может успешно применяться для концентрирования и определения кадмия в образцах воды и пищи.

Библиографический список

1. World Health Organization, Guidelines for Drinking-water Quality, V.1 Recommendations, 3rd edition, Geneva, 2008.
2. Р.М.Алосманов, А.А.Азизов, А.М.Магеррамов, Журнал общей химии, 2011, 81, 1129-1131.

ЧЕРНОВИК

РАЗРАБОТКА НОВОЙ МЕТОДИКИ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ Fe (III) ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ ЕГО ИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Эюбова Э.Дж., Нагиев Х.Дж., Чырагов Ф.М.
Бакинский Государственный Университет
AZ 1148, Азербайджан, г. Баку, ул. 3. Халилова, 23
email: esmira024@yahoo.com

Синтезирован новый хелатообразующий сорбент на основе 2-амино-4-нитро-6-сульфо кислоты [3]. Синтез сорбентов проводился по известной методике [1] в присутствии формалина в качестве сшивающего агента. Равновесные концентрации ионов железа (III) в жидкой фазе измеряли с использованием известного реагента 2,2' - ([1,1'-бифенил] -4,4'-диилбис (диазен-2,1-диил) бис (бензол-1,3,5-триол) (R) (рис. 1).

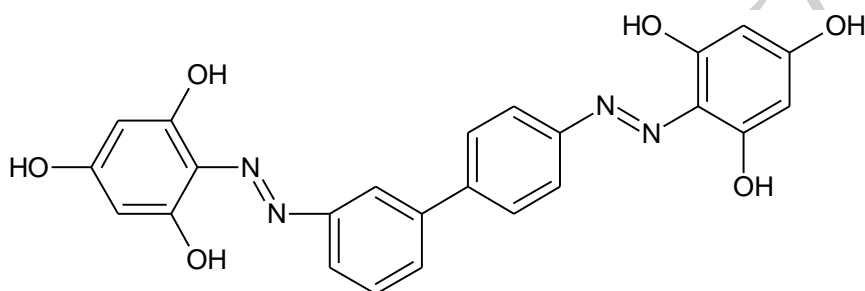


Рисунок 1. Молекулярная структура реагента

Полученные сорбенты были использованы для извлечения ионов железа (III). В ходе исследования изучалось влияние различных параметров на сорбционную емкость синтезированных сорбентов по отношению к иону железа (III). В частности, влияние pH, время, необходимое для установления полного сорбционного равновесия, ионной силы, начальной концентрации ионов металлов [2]. В ходе эксперимента также было установлено влияние различных минеральных кислот, в основном 0,5 М растворов HCl, H₂SO₄, HNO₃ и CH₃COOH, на процесс десорбции. Исследования показали, что 0,5 М раствор HNO₃ обладает лучшей десорбирующей способностью по отношению к ионам железа (III). Результаты текущей работы приведены в таблице 1 ниже.

Таблица 1. Влияние различных параметров на сорбцию ионов Fe (III).

Сорбент	pH _{опт}	Время, мин.	Ионная сила μ, моль/л	Максимальная сорбционная емкость, мг/г	Оптимальный элюент
2-амино-4-нитро-6-сульфо кислота	5	120	0,2	373.33	0,5 М HNO ₃

Данная работа была выполнена при поддержке внутриуниверситетского гранта Бакинского Государственного Университета "50 + 50".

РАЗРАБОТКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЙ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ САМАРИЯ В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ

Ярмамедова С.Е., Гусейнов Ф.Э., Алиев И.А., Чырагов Ф.М.

Бакинский Государственный Университет

AZ 1148, Азербайджан, Баку, ул. З.Халилова, 23

email: samira_yarmemmedova@mail.ru

Из литературы известно, что для фотометрического определения редкоземельных элементов используются органические реагенты, относящиеся к различным классам органических соединений. А также известно, что азосоединения являются ионными реагентами для определения РЗЭ.

В настоящей работе мы изучали комплексообразование самария (III) с 2,2,3,4-тетрагидрокси-3-сульфо-5-нитробензолом в присутствии поверхностно-активных веществ как цетилпиридинхлорид (ЦПСл), цетилпиридинбромид (ЦПВr) и бромид цетилтриметиламмония (ЦТМАВr).

Изучение зависимости комплексообразования от кислотности среды показало, что максимальный выход комплекса SmR наблюдается при $pH_{opt} \approx 6$ λ_{max} -437 nm, а реагент при $pH_{opt} \approx 6$ λ_{max} -347 nm. В присутствии третьих компонентов оптимальные условия комплексообразования в кислой среде pH 6 (Sm-R-ЦПСл, Sm-R-ЦПВr), pH 4 (Sm-R-ЦТМАВr). Окраска реагента и комплексов зависит от pH среды. Поэтому спектры поглощения комплексообразования изучали на фоне контрольного опыта R-ЦПСл, R-ЦПВr и R-ЦТМАВr. Под влиянием третьих компонентов во всех образующихся смешаннолигандных комплексах наблюдается батохромный эффект.

При оптимальных условиях изучено влияние температуры и времени на образование бинарного и разнолигандных комплексов. Установлено, что исследуемый комплекс стабилен во времени и устойчив при 130 °С (бинарный комплекс) и 100 °С (разнолигандный комплекс).

Установлено оптимальные концентрации реагента и третьих компонентов в составе бинарного и разнолигандного комплекса.

Разными физико-химическими методами анализа установлены соотношения образующихся комплексов. Изучено влияние посторонних ионов и маскирующих веществ на комплексообразование самария.

Основные аналитические характеристики комплексов даны в таблице.

комплекс	pH_{opt}	λ_{max}	$\epsilon \times 10^{-3}$	Соотношение компонентов	Интервал линейного градуировочного графика
Sm-R	6	437	$6,75 \pm 0,01$	1:1	0,60-6,00
Sm-R-ЦПСл	5	483	$9,80 \pm 0,02$	1:1	0,70-14,0
Sm-R-ЦПВr	5	490	$10,2 \pm 0,01$	1:1	0,56-7,00
Sm-R-ЦТМАВr	4	486	$11,6 \pm 0,03$	1:1	0,56-7,00

Изучено влияние посторонних ионов и маскирующих веществ на комплексообразование самария. Установлено, что разработанные методики можно применять для определения самария в природных объектах.

СОДЕРЖАНИЕ

HEALTH AND ENVIRONMENTAL EFFECTS OF AIR POLLUTION Gadirova E.M., Mammadova A.T.....	1
ECOLOGICAL MONITORING OF CRUDE OIL SAMPLE TAKEN FROM OIL ROCKS Gadirova E.M., Sharifova N. Sh.	2
SORPTION REMOVAL OF SILVER(I) IONS USING CHELATING POLYMERIC ADSORBENT MODIFIED WITH M-AMINOPHENOL Maharramov A.M. ¹ , Afandieva N.T. ¹ , Mammadov P.R. ¹ , Huseynova N.S. ² , Chiragov F.M. ¹ .	3
NEW SPECTROPHOTOMETRIC METHOD FOR THE DETERMINATION OF SILVER(I) USING 2,2'-DI(2,3,4-TRIHIDROKSIFENILAZO)BIFENIL IN DRINK WATER SAMPLES Mammadov P.R., Maharramov A.M., Chiragov F.M.	4
SIMPLE DIRECT SPECTROPHOTOMETRIC METHOD FOR THE DETERMINATION OF SILVER (I) USING 2,2'-DI(2,3,4-TRIHIDROKSIFENILAZO)BIFENIL Mammadov P.R., Maharramov A.M., Chiragov F.M., Afandieva N.T., Qulieva A.R.....	5
ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ЖЕЛЕЗА В ФРУКТАХ, ПОСЛЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ХЕЛАТООБРАЗУЮЩИМ СОРБЕНТОМ, СОДЕРЖАЩИМ ФРАГМЕНТЫ п-СУЛЬФОАНИЛИНА Абиева А.Ю., Нагиев Х.Д., Чырагов Ф.М., Гюллярли У.А., Маммадова М.Ф.....	6
СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАЛЛАДИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХИМИЧЕСКИХ МОДИФИЦИРОВАННЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ СОРБЕНТОВ Абилова У.М. ¹ , Гашимова Е.Н. ² , Чырагов Ф.М. ¹	7
ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА(III) В ЯБЛОКЕ Айвазова А.В., Мугалова Г.Р., Чырагов Ф.М.	8
ПРОЦЕДУРА ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЙ ИДЕНТИФИКАЦИИ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОЗДУШНОЙ СРЕДЕ ПРИ ЛАНДШАФТНЫХ ПОЖАРАХ Алексеев А.Н., Елфимова Т.А., Вокина В.А.	9
КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ Се(III) ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ ЕГО ИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ Алиева А.Ф., Гусейнов Ф.Э., Эюбова Э.Дж., Шамилов Н.Т., Чырагов Ф.М.	10
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА С ПОЛНЫМ ВНЕШНИМ ОТРАЖЕНИЕМ ДЛЯ МОНИТОРИНГА ВОД МАЛЫХ РЕК МОСКВЫ Алов Н.В., Шаранов П.Ю., Данилов Д.В.	11
РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ТОРФЯНЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ДЛЯ ПАЛЕОКЛИМАТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ Амосова А.А. ¹ , Чубаров В.М. ¹ , Пашкова Г.В. ²	12
ФТАЛАТЫ – ОРГАНИЧЕСКИЕ ПОЛЛЮТАНТЫ ИЛИ ПРИРОДНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ? Бабенко Т.А., Захарова Ю.Р., Шишлянников С.М., Горшков А.Г.	14
КРИТИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ТВЕРДОФАЗНЫХ РЕАГЕНТОВ НА ОСНОВЕ ХРОМОТРОПОВОЙ КИСЛОТЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТОВ Байкова О.И. ¹ , Марченко Д.Ю. ² , Петренко Д.Б. ¹	16
НЕПРЕРЫВНЫЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ВОЗДУХА РАБОЧИХ ЗОН Баскин З.Л. ¹ , Лаптев А.Л. ² , Логинов В.А. ² , Потапов С.В. ²	17
НЕПРЕРЫВНЫЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ СОСТАВА, РАСХОДА И КОЛИЧЕСТВА ВЫБРОСНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ГАЗОВ Баскин З.Л. ¹ , Лаптев А.Л. ² , Логинов В.А. ² , Потапов С.В. ²	18
СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТОРИЯ(IV)	

Бахманова Ф.Н., Гаджиева С.Р., Чырагов Ф.М.	20
РОЛЬ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ В ОЦЕНКЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	
Белов С.В.	21
СОЗДАНИЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ ДЛЯ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ	
Белова Т.И., Трубачева Л.В., Лоханина С.Ю., Трубачев А.В.	22
ИССЛЕДОВАНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАДМИЯ В ФОСФАТНОЙ ПОРОДЕ, ИСПОЛЪЗУЕМОЙ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА УДОБРЕНИЙ	
Биннатова Н.М.	24
СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЙ МАЛОГАБАРИТНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ БЕРИЛЛИЯ	
Блашенко М. ¹ , Самсонова Н.С. ¹ , Антонов А.С. ¹ , Громов И.А. ¹ , Дьяченко А.А. ² , Галль Л.Н. ² , Семенов А.А. ³ , Лизунов А.В. ³ , Беляева О.А. ⁴ , Галль Н.Р. ¹	26
ОБЕСПЕЧЕНИЕ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ СОСТАВА ВОЗДУШНЫХ СРЕД	
Богачева А.М., Пономарева О.Б.	28
ЭКОЛОГО-АНАЛИТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ АРКТИЧЕСКИХ СРЕД	
Боголицын К.Г., Дружинина А.С., Паршина А.Э., Овчинников Д.В.	29
ЭКСПРЕСС-ОБНАРУЖЕНИЕ ПАРОВ БЕНЗИНОВ И ТОКСИЧНЫХ НЕПОЛЯРНЫХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ С ПОМОЩЬЮ ФОТОННО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СЕНСОРОВ	
Большаков Е.С. ¹ , Иванов А.В. ^{1, 2} , Золотов Ю.А. ^{1, 2} , Козлов А.А. ³ , Аксёнов А.С. ³ , Киселёва И.Н. ²	31
КОНТРОЛЬ АТМОСФЕРНЫХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ БИОСФЕРЫ ТЯЖЕЛЫМИ МЕТАЛЛАМИ ПО МХОВЫМ РАСТЕНИЯМ	
Бухаринова Е.С., Торопов Л.И.	32
ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМИД-ИОНОВ, КАК ФАКТОРА ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД, МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА НА ПРИМЕРЕ РЕКИ УЛАХАН-ВАВА	
Бушеева Г.А., Маркова Ю.Л.	34
ЭКСПРЕССНЫЙ МУЛЬТИАНАЛИЗ ПЕСТИЦИДОВ ДЛЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА	
Бызова Н.А., Урусов А.Е., Жердев А.В., Дзантиев Б.Б.	35
ВАРИАНТ ГОМОГЕННОГО КОНКУРЕНТНОГО ПОЛЯРИЗАЦИОННОГО ФЛУОРЕСЦЕНТНОГО ИММУНОАНАЛИЗА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ПОЧВ, РАСТИТЕЛЬНОГО МАТЕРИАЛА МИКОТОКСИНАМИ	
Варламова Р.М. ¹ , Медянцева Э.П. ¹ , Хайбуллина А.И. ¹ , Кириллова Е.А. ¹ , Еремин С.А. ²	36
ВОЗМОЖНОСТИ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ ТИРОЗИНАЗНЫХ БИОСЕНСОРОВ, ПОЛЯРИЗАЦИОННО – ФЛУОРЕСЦЕНТНОГО И ПРОТОЧНО-ИНЪЕКЦИОННОГО АНАЛИЗОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ВОД ЛЕКАРСТВЕННЫМИ ПРЕПАРАТАМИ	
Варламова Р.М. ¹ , Медянцева Э.П. ¹ , Явишева А.А. ¹ , Еремин С.А. ²	38
МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ОЦЕНКИ КОЛЕБАНИЙ МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ПОДЗЕМНЫХ ВОД	
Васюков А.Е. ¹ , Лобойченко В.М. ²	39
ПРОТОЧНЫЕ ХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ СКРИНИНГ-МЕТОДЫ ДЛЯ АНАЛИЗА ВОДНЫХ СРЕД	
Вах К.С., Булатов А.В., Москвин Л.Н.	40

АЛГОРИТМЫ ОТБОРА ОДНОТИПНЫХ ВЕЩЕСТВ, СОВМЕСТНО ОПРЕДЕЛЯЕМЫХ В ВИДЕ ИНТЕГРАЛЬНЫХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ В ХОДЕ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА	
Вершинин В.И.	41
ТЕКУЩИЙ КОНТРОЛЬ ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД (Р. ИРТЫШ) С ПОМОЩЬЮ НОВОГО КОМБИНАТОРНОГО ИНДЕКСА	
Власова И.В., Клишева Г.И., Вершинин В.И.	43
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В МИДИЯХ ДЛЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ ОЦЕНКИ СОСТОЯНИЯ ВОДНЫХ ЭКОСИСТЕМ	
Волженин А.В. ¹ , Скиба Т.В. ¹ , Петрова Н.И. ¹ , Цыганкова А.Р. ^{1, 2} , Медведев Н.С. ¹ , Кукарин В.Ф. ¹ , Сапрыкин А.И. ^{1,2}	45
О НЕОБХОДИМОСТИ БИОЛОГИЧЕСКИ ОБОСНОВАННОЙ ДЕФИНИЦИИ ТИПОВ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ПРИРОДНЫХ ВОД ДЛЯ РАЗВИТИЯ ЭКОАНАЛИТИКИ	
Воронцов А.М., Никанорова М.Н.	46
РАЗВИТИЕ БИОЛОГИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ЭКОАНАЛИТИКИ	
Воронцов А.М., Никанорова М.Н.	48
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФАТОВ В ПРОБАХ АРТЕЗИАНСКОЙ ВОДЫ АБШЕРОНСКОГО ПОЛУОСТРОВА	
Гаджиева С.Р., Алиева Т.И., Аминбеков А.Ф., Гусейнова Г.Б.	50
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИОНОВ В ПРОБАХ АРТЕЗИАНСКОЙ ВОДЫ ОКРЕСНОСТЕЙ БАКУ	
Гаджиева С.Р. Алиева Т.И., Байрамов Г.И., Аминбеков А.Ф., Гусейнова Г.Б.	51
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПРОБАХ АРТЕЗИАНСКОЙ ВОДЫ АБШЕРОНСКОГО ПОЛУОСТРОВА	
Гаджиева С.Р. Алиева Т.И., Гусейнова Г.Б., Шахназарова Н.М.	52
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ И РАДИОАКТИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ГРЯЗЕВОМ ВУЛКАНЕ АЛЯТ	
Гаджиева С.Р., Алиева Т.И., Шахназарова Н.М.	53
ВЛИЯНИЕ ПЕСТИЦИДОВ НА ЗЕМЕЛЬНЫЕ РЕСУРСЫ АЗЕРБАЙДЖАНА	
Гаджиева С. Р., Кадырова Э.М., Елчиева Э.А.	54
НОВЫЙ СОРБЕНТ ДЛЯ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ НА ОСНОВЕ СИЛИКАГЕЛЯ, МОДИФИЦИРОВАННОГО НАНОЧАСТИЦАМИ ЗОЛОТА, СТАБИЛИЗИРОВАННЫХ ВАНКОМИЦИНОМ	
Голубова А.Д., Москалева Т.А., Шаповалова Е.Н., Ананьева И.А., Татаурова О.Г., Шпигун О.А.	55
КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ И ВЭЖХ-МС ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ГИДРОФИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СОРБЕНТА HYPERCARB	
Гончарова Е.Н., Статкус М.А., Цизин Г.И.	56
СИСТЕМА МОНИТОРИНГА СОЗ В ВОДНОЙ ЭКОСИСТЕМЕ БАЙКАЛА – ВЕЯНИЕ ВРЕМЕНИ ИЛИ НАСУЩНАЯ НЕОБХОДИМОСТЬ?	
Горшков А.Г.	57
МАГНИТНЫЕ КОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	
Гражулене С.С., Золотарёва Н.И., Шилкина Н.Н., Редькин А.Н., Митина А.А.	59
СИСТЕМА АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ ПРОБОПОДГОТОВКИ ДЛЯ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА БЕРИЛЛИЯ В ВОЗДУХЕ РАБОЧИХ ПОМЕЩЕНИЙ И САНИТАРНО-ОХРАННОЙ ЗОНЫ	

Громов И.А. ¹ , Дьяченко А.А. ² , Семенов А.А. ³ , Лизунов А.В. ³ , Беляева О.А. ⁴ , Галль Н.Р. ¹	60
ПРИМЕНЕНИЕ МАГНИТНОГО СОРБЕНТА НА ОСНОВЕ СВЕРХСШИТОГО ПОЛИСТИРОЛА В СОЧЕТАНИИ С ВЭЖХ ДЛЯ МОНИТОРИНГА ЗАГРЯЗНЕНИЯ ХЛОРФЕНОЛАМИ АКВАТОРИИ ВОРОНЕЖСКОГО ВОДОХРАНИЛИЩА	
А.С. Губин, П.Т. Суханов, А.А. Кушнир, В.А. Коноплева, Д.В. Яровая.....	62
ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСТРАКЦИИ ВИСМУТА (III) В РАССЛАИВАЮЩЕЙСЯ СИСТЕМЕ АНТИПИРИН – БЕНЗОЙНАЯ КИСЛОТА – ВОДА ДЛЯ ЕГО ПОСЛЕДУЮЩЕГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ	
Дегтев М.И., Алексеева А.А., Нешатаева А.И.	63
О РАЗВИТИИ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ В г. ПЕРМИ И ПЕРМСКОМ КРАЕ	
Дегтев М.И. ¹ , Вихарева Е.В. ²	64
СПОСОБ СЕЛЕКТИВНОГО И КОЛИЧЕСТВЕННОГО ВЫДЕЛЕНИЯ ИОНОВ Sc ³⁺ ИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	
Дегтев М.И., Юминова А.А., Мельников П.В.	66
ВЛИЯНИЕ УРОВНЯ ЧИСТОТЫ РЕАКТИВОВ ДЛЯ РАЗЛОЖЕНИЯ ПРОБ, НА РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ (ВОД, ПОЧВ, ГОРНЫХ ПОРОД) АТОМНО-СПЕКТРАЛЬНЫМИ МЕТОДАМИ АНАЛИЗА.	
Делятинчук Н.Н., Иванова А.Г., Горбачева А.С., Кузин А.И., Гринштейн И.Л., Минаков Д.А.	67
БИОАНАЛИЗ ТОКСИКАНТОВ НА ОСНОВЕ ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННЫХ НАНОЧАСТИЦ	
Дзантиев Б.Б.	68
МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЗЭ В ПОЧВАХ ШПИЦБЕРГЕНА	
Дрогобужская С.В. ¹ , Новиков А.И. ¹ , Кашулина Г.М. ²	69
ОЦЕНКА ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ ТОКСИЧНЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ В ИМПАКТНОЙ ЗОНЕ МЕДНО-НИКЕЛЕВОГО КОМБИНАТА С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ	
Дрогобужская С.В., Новиков А.И., Кременецкая И.П., Слуковская М.В.	70
РАСПРЕДЕЛЕНИЕ И ОПИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА РАСТВОРЕННОГО ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА АРКТИЧЕСКИХ МОРЕЙ РОССИИ В СЕНТЯБРЕ 2015 и 2017 ГГ.	
Дроздова А.Н.	71
СОЧЕТАНИЕ МЕТОДА ЭРИАД С КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ РАСТВОРА В РЕЖИМЕ ON-LINE	
Дьяченко А.А. ¹ , Галль Л.Н. ¹ , Галль Н.Р. ²	72
СОЗДАНИЕ ИММУНОХИМИЧЕСКИХ ТЕСТ-СИСТЕМ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНТИБИОТИКОВ	
Еремин С.А. ¹ , Шанин И.А. ¹ , Козлова М.А. ² , Кострикина Е.С. ³ , Лебедин Ю.С. ³	73
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБОБЩЕННЫХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОДЗЕМНЫХ ВОД ЮГА ТЮМЕНСКОЙ ОБЛАСТИ	
Ермакова Н.А., Фахрутдинова Л.К., Тагирова А.Н.	74
ВОЗМОЖНОСТИ И ПЕРСПЕКТИВЫ ИММУНОСЕНСОРИКИ ДЛЯ ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	
Ермолаева Т.Н., Фарафонова О.В., Карасева Н.А.	75
ОЦЕНКА ПОВЕДЕНИЯ И МИГРАЦИИ НАНОЧАСТИЦ В ПОЧВАХ	
Ермолин М.С.	76

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОДУКТОВ ТРАНСФОРМАЦИИ НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА В ПОЧВЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В СОЧЕТАНИИ С ВАКУУМНОЙ ПАРОФАЗНОЙ ТВЕРДОФАЗНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИЕЙ	
Жакупбекова А.А., Байматова Н.Х., Кенесов Б.Н.	77
ОСОБЕННОСТИ СОВМЕСТНОГО ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДОВ АТОМНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ ПРИРОДНЫХ ВОД, ГРУНТОВ И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ	
Жмаева Е.В., Орлов С.В., Шнейдер Б.В.	78
ИЗУЧЕНИЕ МИГРАЦИИ РТУТИ АНАЛИТИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ	
Журкова И.С.	79
СОРБЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ПАРОВОЙ РТУТИ ИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АМАЛГАМАТОРОВ	
Зайцев Д.А., Роева Н.Н., Воронич С.С., Гребенкин Н.Н., Воронич Н.С.	80
МОНИТОРИНГ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ РОССИЙСКОЙ АРКТИКИ (2015-2017 г.)	
Запевалов М.А., Самсонов Д.П., Кочетков А.И., Пасынкова Е.М., Богачева Е.Г.	81
ПРОБООТБОР И АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПЛЕНКАХ НА ПОВЕРХНОСТИ ПРИРОДНЫХ ВОД	
Зуев Б.К. ^{1,2} , Грибова Е.Д. ¹ , Полотнянко Н.А. ¹ , Фадейкина И.Н. ¹	82
МЕТОД ГХ-МС/МС КАК СПОСОБ КОНТРОЛЯ ПАУ В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ НА СЛЕДОВОМ УРОВНЕ КОНЦЕНТРАЦИЙ	
Изосимова О.Н., Горшков А.Г.	83
ТВЕРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ИОНОВ СВИНЦА (II) И КАДМИЯ (II) НА УГЛЕРОДНО-МАГНИТНОМ МАТЕРИАЛЕ ДЛЯ ИХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ	
Иманова Дж.Р., Азизов А.А., Алосманов Р.М.	85
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИД- И СУЛЬФАТ-ИОНОВ В ВОДЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА	
Каменцев М.Я., Москвин Л.Н., Якимова Н.М.	86
НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ОРГАНИЧЕСКИХ АМИНОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ С OFF-LINE И ON-LINE КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ	
Каменцев М.Я., Москвин Л.Н., Якимова Н.М., Малинина Ю.	87
СВЕРХСЩИТЫЕ МЕМБРАННЫЕ ПОЛИМЕРЫ – ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ ОБРАЩЕННОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	
Канатъева А.Ю., Алентьев Д.А., Королев А.А., Ширяева В.Е., Попова Т.П., Курганов А.А.	88
МИНИ-ПО ДЛЯ РАСШИФРОВКИ ХРОМАТОГРАММ, ПОЛУЧЕННЫХ В РЕЖИМЕ Мультиплексной хроматографии	
Канатъева А.Ю. ¹ , Губко М.В. ² , Милосердов О.А. ² , Курганов А.А. ¹	89
ПОЛИ (ОЛИГОЭТИЛЕНДИААКРИЛАТЫ) В КАЧЕСТВЕ СТАЦИОНАРНЫХ ФАЗ ДЛЯ КАПИЛЛЯРНОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	
Канатъева А.Ю., Ширяева В.Е., Королев А.А., Курганов А.А., Попова Т.П.	90
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕСТИЦИДОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ	
Канашина Д.Л., Тимофеева И.И., Булатов А.В.	91
НОВЫЙ СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФИДОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ	
Каранди И.В., Китаева Д.Х., Буяновская А.Г.	92
СОРБЦИОННОЕ СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СИНТЕТИЧЕСКОГО АНИОННОГО КРАСИТЕЛЯ ЖЕЛТЫЙ "СОЛНЕЧНЫЙ ЗАКАТ" С	

ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ГИДРОФОБИЗИРОВАННОГО КРЕМНЕЗЕМА, МОДИФИЦИРОВАННОГО МАГНЕТИТОМ	
Карсакова Ю.В., Писарева А.С., Тихомирова Т.И., Цизин Г.И.....	93
СОРБЦИЯ Sr, Ni, Zn ИЗ ПОВЕРХНОСТНОЙ ВОДЫ НА ПРИРОДНОМ ЦЕОЛИТЕ И ОРГАНОЦЕОЛИТЕ	
Кац Э.М. ¹ , Кузьмина Т.Г. ¹ , Тронева М.А. ^{1,2}	94
НЕПРЕРЫВНЫЙ МОНИТРИНГ КАЧЕСТВА ВОДООЧИСТКИ НА СТАНЦИИ АЭРАЦИИ С ПОМОЩЬЮ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЙ МУЛЬТИСЕНСОРНОЙ СИСТЕМЫ	
Кирсанов Д.О. ¹ , Беликова В.А. ² , Панчук В.В. ¹ , Легин Е.А. ¹ , Легин А.В. ¹	95
МЕЛАНЖ-КСЕРОГЕЛИ ДЛЯ СОЗДАНИЯ ТЕСТ-СИСТЕМ	
Косырева И.В., Козлова Л.М., Маракаева А.В., Чернова Р.К.....	96
НОВЫЕ ПОБОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ ДЕЗИНФЕКЦИИ ВОДЫ: ОБНАРУЖЕНИЕ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ – МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ	
Косяков Д.С., Ульяновский Н.В., Варсегов И.С., Лебедев А.Т.	97
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА И ПИРОКАТЕХИНА В СТОЧНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА	
Кошечева М.В., Аликина Е.Н.	98
МЕТОДЫ СНИЖЕНИЯ ПРЕДЕЛОВ ОБНАРУЖЕНИЯ ВЫСОКОТОКСИЧНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОДЕ	
Крылов В.А.	99
ПРИМЕНЕНИЕ ФЛОТАЦИОННОЙ ДЕЭМУЛЬСИФИКАЦИИ В МИКРОЭКСТРАКЦИОННОМ КОНЦЕНТРИРОВАНИИ ПЕСТИЦИДОВ ИЗ ВОДЫ И ВИН	
Крылов В.А., Мосягин П.В., Смирнова Л.В., Селивёрстов М.Е., Дедюхин А.С.	100
ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЙ (ГХ/МС) БИОМОНИТОРИНГ И БИОИНДИКАЦИЯ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ	
Кудрявцева А.Д., Шелепчиков А.А., Бродский Е.С.	101
МЕМБРАННЫЕ ПОЛИМЕРЫ В КАЧЕСТВЕ СТАЦИОНАРНЫХ ФАЗ В ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	
Курганов А.А., Королев А.А., Ширяева В.Е., Попова Т.П., Канатьева А.Ю.	102
МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПХБ В ВОДЕ НА УЛЬТРАСЛЕДОВОМ УРОВНЕ КОНЦЕНТРАЦИЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА ГХ-МС/МС	
Кустова О.В. ¹ , Степанов А.С. ² , Горшков А.Г. ¹	103
ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ МОНОЛИТНЫХ СЛОЕВ ДЛЯ ТСХ-МАЛДИ-МС МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ	
Кучеренко Е.В. ¹ , Пирогов А.В. ¹ , Канатьева А.Ю. ² , Курганов А.А. ² , Борисов Р.С. ²	104
ИНТЕГРАЛЬНЫЕ ИНДЕКСЫ КАЧЕСТВА ВОД В ОЦЕНКЕ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ	
Лазарева Г.А.	105
ОСОБЕННОСТИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ МАЛЫХ ОЗЕР ТУНДРЫ И ТАЙГИ В ЗАПАДНОЙ СИБИРИ	
Ларина Н.С., Наков Д.Д., Устименко А.А., Москалу А.К.....	106
ОСОБЕННОСТИ ПРОБООТБОРА И АНАЛИЗА УРБАНОЗЕМОВ ДЛЯ ЦЕЛЕЙ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА	
Ларина Н.С. ¹ , Подчувалова П.А. ¹ , Долгушин А.В. ¹ , Ларин С.И. ²	107

ВЭЖХ-МС/МС ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕТРАЦИКЛИНОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ МИКРОЭКСТРАКЦИОННЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ НА ВРАЩАЮЩИЙСЯ ПОРИСТЫЙ ДИСК	
Лебединец С.А., Почивалов А.С., Вах К.С., Булатов А.В.....	108
РАЗРАБОТКА НОВЫХ ПОДХОДОВ К ВЫЯВЛЕНИЮ ПЕРСПЕКТИВНЫХ ХИМИЧЕСКИХ МАРКЕРОВ МЕСТОРОЖДЕНИЙ УГЛЕВОДОРОДОВ	
Левкина В.В., Петрук Е.С., Пирогов А.В., Шпигун О.А.....	109
ОЦЕНКА СОПОСТАВИМОСТИ МНОГОЛЕТНИХ ДАННЫХ СОВМЕСТНОГО РОССИЙСКО-КИТАЙСКОГО МОНИТОРИНГА КАЧЕСТВА ТРАНСГРАНИЧНЫХ ВОД БАССЕЙНА РЕКИ АМУР	
Левшин Д.Г., Запевалов М.А.	111
ОБЕСПЕЧЕНИЕ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ	
Лисман Е.С., Хомутова Е.Г., Щукин В.М.....	112
СРАВНЕНИЕ МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПОЧВЕ	
Лукьянова Н.Н., Карпенко И.М.	113
ВЛИЯНИЕ РЯДА ФАКТОРОВ НА СОДЕРЖАНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ РАЗНОГО ТИПА	
Макарова А.И., Трубачева Л.В., Лоханина С.Ю.....	114
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕТУЧИХ НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ АМИНОВ В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ И ВОДЕ РЫБОХОЗЯЙСТВЕННОГО НАЗНАЧЕНИЯ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ПОСЛЕ ПАРОФАЗНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИИ	
Малинина Ю. ¹ , Каменцев М.Я., Тимофеева И.И., Москвин Л.Н., Якимова Н.М., Кучумова И.Д.	115
ИНДИКАТОРНЫЕ БУМАГИ ДЛЯ ЭКСПРЕСС-ОПРЕДЕЛЕНИЯ АМОКСИЦИЛЛИНА	
Маракаева А.В., Косырева И.В.....	116
НОВАЯ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКАЯ МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ Ni(II) В СТОЧНЫХ ВОДАХ	
Марданова В.И. ¹ , Тахирли Ш.А. ² , Гусейнов И.Ш. ² , Чырагов Ф.М. ¹	117
СПОСОБ ПРОБОПОДГОТОВКИ НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ ПОЧВ ДЛЯ МОНИТОРИНГА СОСТОЯНИЯ ОБЪЕКТА	
Марютина Т.А., Мусина Н.С.	118
СОРБЦИОННО-ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЗЭ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КРЕМНЕЗЕМА, ПОСЛОЙНО МОДИФИЦИРОВАННОГО ПОЛИГУАНИДИНОМ, ФЕРРОНОМ ИЛИ ТАЙРОНОМ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ И КЕРАМИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ	
Метелица С.И., Буйко О.В., Дидух-Шадрина С.Л., Хилло Ю.Д.	119
МОНИТОРИНГ ПОЧВЕННЫХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАЗРАБОТАННЫХ МОДУЛЕЙ-СОРБЕРОВ ДЛЯ ПАССИВНОГО ПРОБООТБОРА И ПОСЛЕДУЮЩИМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ АНАЛИЗОМ С ТЕРМОДЕСОРБЦИЕЙ	
Минаков Д.А., Захарова А.М., Гринштейн И.Л.	121
СТОЙКИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ ЗАГРЯЗНИТЕЛИ В ЭКОСИСТЕМЕ БАССЕЙНА РЕКИ СЕЛЕНГИ	
Морозов С.В. ¹ , Ширапова Г.С. ²	122

ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ВЗВЕШЕННЫХ ЧАСТИЦ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА В ЧЕРТЕ ГОРОДА МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ	
Новиков А.И. ¹ , Гапоненков И.А. ² , Дрогобужская С.В. ¹	123
АКТУАЛЬНОСТЬ МОНИТОРИНГА НИТРАТОВ В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ	
Нурисламова Т.В., Мальцева О.А., Пермязова Т.С., Чинько Т.В.	124
ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ТИГЕЛЬНЫХ АТОМИЗАТОРОВ ТВЕРДЫХ ОБРАЗЦОВ В ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	
Орешкин В.Н. ¹ , Цизин Г.И. ²	125
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ СОДЕРЖАНИЙ МЕТАЛЛОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА В ПОЛНОМ ВНЕШНЕМ ОТРАЖЕНИИ С ВОЛНОВОДОМ-РЕФЛЕКТОРОМ	
Панчук В.В. ^{1,2} , Гойденко А.А. ¹ , Кирсанов Д.О. ¹ , Семенов В.Г. ^{1,2}	126
ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ПРИРОДНЫХ ВОД И АТМОСФЕРНЫХ ОСАДКОВ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ	
Папина Т.С.	127
ЭКСПРЕСС-МОНИТОРИНГ СОДЕРЖАНИЯ ФАРМПРЕПАРАТОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ ПРЕДПРИЯТИЙ	
Пашкова Е.Б., Новикова К.П.	128
ВОЗМОЖНОСТИ СПЕКТРОМЕТРА С МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМОЙ «ГРАНД-СВЧ» ПРИ АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	
Пелипасов О.В., Путьмаков А.Н., Лабусов В.А.	129
КОНТРОЛЬ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОВЕРХНОСТНЫХ ПРИРОДНЫХ ВОДАХ ХАНТЫ-МАНСИЙСКОГО АВТОНОМНОГО ОКРУГА-ЮГРЫ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ	
Петрова Ю.Ю., Булатова Е.В.	130
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МИКРОЭМУЛЬСИЙ ДЛЯ ЭКСТРАКЦИИ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ – МАРКЕРОВ НЕФТЯНЫХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ	
Петрук Е.С., Левкина В.В., Пирогов А.В., Шпигун О.А., Попик М.В.	132
ХРОМАТОМЕМБРАННОЕ ГЕНЕРИРОВАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ДЛЯ АНАЛИЗА АТМОСФЕРНОГО И ВЫДЫХАЕМОГО ВОЗДУХА	
Петрунина А.Р., Родинков О.В.	133
ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ПРИ АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И В МЕДИЦИНСКОЙ ХИМИИ	
Пирогов А.В., Шпигун О.А.	134
НОВОЕ НАПРАВЛЕНИЕ ЭКСПРЕССНОГО ЭКОЛОГИЧЕСКОГО АНАЛИЗА	
Платонов Вл.И., Платонов И.А., Платонов Вал.И.	135
ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1- И 2-НАФТИЛАМИНОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ	
Погорельцев Э.В., Аликина Е.Н.	136
ON-LINE МИКРОЭКСТРАКЦИОННОЕ ВЫДЕЛЕНИЕ СУЛЬФАНИЛАМИДОВ ИЗ ВОДНЫХ СРЕД ДЛЯ ИХ ПОСЛЕДУЮЩЕГО ВЭЖХ-УФ ОПРЕДЕЛЕНИЯ	
Почивалов А.С., Вах К.С., Булатов А.В.	137
НОВЫЙ СОРБЕНТ ДЛЯ ВЭЖХ НА ОСНОВЕ СОПОЛИМЕРА СТИРОЛА И ДИВИНИЛБЕНЗОЛА, МОДИФИЦИРОВАННОГО НАНОЧАСТИЦАМИ ЗОЛОТА	
Просунцова Д.С., Ананьева И.А., Плодухин А.Ю., Татаурова О.Г., Шпигун О.А.	138

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОМПЛЕКСНОГО СОЕДИНЕНИЯ, ОБРАЗОВАННОГО Ti(IV) С 4-(2',3',4'-ТРИГИДРОКСИФЕНИЛ)-2-НИТРО-1-СУЛЬФОАЗОБЕНЗОЛОМ В ПРИСУТСТВИИ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ	
Рагимова А. Дж., Назарова Р. З., Магеррамов А. М., Чырагов Ф. М.	139
МЕТОД ГАЗО-ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ В РЕКОНСТРУКЦИИ СОСТАВА МИКРОБНОГО СООБЩЕСТВА ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ОЗЕРА ГУСИНОЕ	
Раднаева Л. Д., Пинтаева Е. Ц.	140
Г. Г. КОБЯК – ОСНОВАТЕЛЬ КАФЕДРЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ ПЕРМСКОГО УНИВЕРСИТЕТА, ПЕРВООТКРЫВАТЕЛЬ ЦЕЛЕБНЫХ СВОЙСТВ ВОДЫ КУРОРТА УСТЬ-КАЧКА	
Рогожников С. И.	142
СПОСОБЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ОБНАРУЖЕНИЯ ПРОДУКТОВ ДЕСТРУКЦИИ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ И ДРУГИХ ТОКСИЧНЫХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДОМ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОМАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ	
Родин И. А. ¹ , Байгильдиев Т. М. ¹ , Ставрианиди А. Н. ¹ , Браун А. В. ² , Рыбальченко И. В. ²	144
ПОЛУЧЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ФЕНОЛА ПРИ АНАЛИЗЕ ВОЗДУХА	
Родинков О. В., Альбабд М.	145
ИЗУЧЕНИЕ СЕЗОННОЙ ДИНАМИКИ НАХОЖДЕНИЯ КАДМИЯ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ	
Роева Н. Н., Воронич С. С., Зайцева И. А., Новиков М. М., Хлопаев А. Г.	147
РАЗРАБОТКА ИОНОМЕТРИЧЕСКОГО ДАТЧИКА ДЛЯ КОНТРОЛЯ ИОННЫХ ФОРМ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ	
Романенко С. В., Кагиров А. Г., Ларионова Е. В., Гераскевич А. В.	148
ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСИМЕРНОЙ ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ МОНОХРОМОФОРНЫХ МОЛЕКУЛ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО МЕТОДА АНАЛИЗА	
Романовская Г. И., Королева М. В., Зуев Б. К.	149
ОПТИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ НА ОСНОВЕ НАНОМАТЕРИАЛОВ В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	
Русанова Т. Ю.	151
КОМПЛЕКСНЫЕ ОЦЕНКИ СОСТОЯНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ: ПОДХОДЫ РИСКОВОЛОГИИ	
Савватеева О. А., Рунова (Бурова) Е. Ю.	152
ОТКРЫТОЕ АППАРАТНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ	
Самохин А. С.	154
ВЛИЯНИЕ ИНФОРМАЦИИ О МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЕ И ЭЛЕМЕНТНОМ СОСТАВЕ НА РЕЗУЛЬТАТЫ БИБЛИОТЕЧНОГО ПОИСКА	
Самохин А. С., Ревельский И. А.	155
МОНИТОРИНГ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ В РАЙОНЕ ОЗЕРА БАЙКАЛ	
Самсонов Д. П., Кочетков А. И., Пасынкова Е. М., Хомушку Г. М., Гусаров А. С., Пантюхина А. Г., Колесникова Н. И.	156
ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАЛЕНТНЫХ ФОРМ МЫШЬЯКА В ВОДАХ	
Сараева С. Ю. ¹ , Алешина Л. В. ² , Малахова Н. А. ¹	157

СОРБЦИЯ Hg(II), Cd(II), Pb(II) И As(III) АЛЮМОСИЛИКАТОМ И ЕЕ ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИЛОЖЕНИЕ ПРИ АНАЛИЗЕ ВОД РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ МЕТОДОМ ААС

Саунина И.В., Грибанов Е.Н., Оскотская Э.Р. 159

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АВТОМАТИЗИРОВАННЫХ СИСТЕМ КОНТРОЛЯ ВОД ДЛЯ МОНИТОРИНГА ТЕРРИТОРИАЛЬНОГО И ТРАНСГРАНИЧНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Семенова И.В., Грудзевич О.И., Дородонова Ю.А. 160

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ РЯДА ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДСТВ

Слепченко Г.Б., Мезенцева О.Л. 161

ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ КАК ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕХНОГЕННЫХ МИНЕРАЛЬНЫХ ОБРАЗОВАНИЙ

Слуковский З.И.¹, Даувальтер В.А.², Прокопович П.Ф.¹ 162

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСТРОЙСТВА, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В ХИМИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ. НОВЫЕ ПОДХОДЫ К МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ ПОВЕРКЕ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ И АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ

Смирнов В.Н., Тананыкин Н.И. 164

МЕТОДИКА АНАЛИЗА МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ МЕРКАПТАНОВ В ВОЗДУШНОЙ СРЕДЕ

Станьковский Л., Дорогочинская В.А. 166

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕЛЕНА (IV) В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ

Тимофеева И.И., Москвин Л.Н., Булатов А.В. 167

ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1,1-ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ ВЭЖХ-УФ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ДЕРИВАТИЗАЦИЕЙ НЕЗАМЕЩЕННЫМИ АРОМАТИЧЕСКИМИ АЛЬДЕГИДАМИ

Тимченко Ю.В., Смоленков А.Д., Болотник Т.А., Пирогов А.В., Шпигун О.А. 168

ВЛИЯНИЕ СПОСОБА МИНЕРАЛИЗАЦИИ БИОСУБСТРАТОВ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ МЕТОДОМ

Торопов Л.И., Фотина И.В. 169

ОСОБЕННОСТИ СОСТАВА ПРИМЕСЕЙ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ ХАНТЫ-МАНСИЙСКОГО АВТОНОМНОГО ОКРУГА

Туров Ю.П., Гузньева М.Ю. 170

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИСТОЧНИКОВ НЕФТЯНЫХ РАЗЛИВОВ ПО СОСТАВУ ВЫВЕТРЕННЫХ ОБРАЗЦОВ НЕФТЯНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ

Туров Ю.П., Гузньева М.Ю., Лазарев Д.А. 172

ИССЛЕДОВАНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕЛКОДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ PM_{2,5} И PM₁₀ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Уланова Т.С., Волкова М.В., Крылов А.А., Антипьева М.В. 173

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛАТОВ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ВЭЖХ-МС

Уланова Т.С., Карнажицкая Т.Д. 175

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Уланова Т.С., Недошитова А.В., Волкова М.В. 176

ПРИМЕНЕНИЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ПРОЦЕССОВ ТРАНСФОРМАЦИИ 1,1-ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА И ХАРАКТЕРИСТИКИ ОБРАЗУЮЩИХСЯ ПРОДУКТОВ

Ульяновский Н.В., Косяков Д.С., Пиковской И.И. 177

МЕТОДЫ АНАЛИЗА ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ ИНЖЕНЕРНО-ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИЗЫСКАНИЙ

Ушакова Е.С. ¹ , Пузик А.Ю. ²	178
НАНОЧАСТИЦЫ ПЫЛИ И ПЕПЛА КАК АККУМУЛЯТОР И НОСИТЕЛЬ ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ: ПРОБЛЕМЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА	
Федотов П.С.	180
ПРИМЕНЕНИЕ ВРЕМЯПРОЛЕТНОГО МАСС-СПЕКТРОМЕТРА ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ В АНАЛИЗЕ ПОЛИБРОМИРОВАННЫХ БИФЕНИЛОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ, ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ И БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ	
Финаков Г.Г., Белинская Е.А., Зыкова Г.В.	181
ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКАЯ МУЛЬТИСЕНСОНАЯ СИСТЕМА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПРИРОДНОЙ ВОДЫ В РЕЖИМЕ РЕАЛЬНОГО ВРЕМЕНИ	
Хайдукова М.М., Кирсанов Д.О., Легин Е.А., Панчук В.В., Легин А.В.	182
ИОНОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОНОЭТАНОЛАМИНА В СБРОСНЫХ ВОДАХ АТОМНЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ	
Харитонов Е.Ю., Гурский В.С.	183
ПРИМЕНЕНИЕ ОТХОДОВ ХИМИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ В КАЧЕСТВЕ СОРБЕНТОВ ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ РЕЗОРЦИНА ИЗ СТОЧНЫХ ВОД	
Харитонов Л.А. ¹ , Лисицкая Р.П. ¹ , Мокшина Н.Я. ¹ , Пугачева И.Н. ²	184
СОРБИЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ТЕТРАЦИКЛИНОВ НА МОДИФИЦИРОВАННЫХ ФЕРРОМАГНИТНЫХ НАНОЧАСТИЦАХ ДЛЯ ИХ ПОСЛЕДУЮЩЕГО ВЭЖХ-МС/МС ОПРЕДЕЛЕНИЯ	
Черкашина К.Д., Почивалов А.С., Осмоловская О.М., Вах К.С., Булатов А.В.	185
РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА В ПОЧВАХ С НОВЫМ ОКИСЛИТЕЛЬНЫМ РЕАГЕНТОМ	
Черных К.С., Лоханина С.Ю., Трубачева Л.В.	186
ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРЫ LECO PEGASUS: ОДНОВРЕМЕННЫЙ ОБЗОРНЫЙ И ЦЕЛЕВОЙ АНАЛИЗ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ	
Шайдуллина Г.М.	187
КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ ПРОМЫШЛЕННОГО РАЙОНА Г.НОВОСИБИРСКА ВБЛИЗИ ОЛОВОКОМБИНАТА	
Шацкая С.С. ¹ , Красовская А.Ю. ² , Удальцов Е.А. ²	188
ПРИМЕНЕНИЕ ОБОБЩЕННОГО ПОКАЗАТЕЛЯ АОХ ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ ХЛОРООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДНЫХ ЭКОСИСТЕМАХ	
Швецова Н.В., Вельяминова А.В., Вахрамеева Е.А.	189
АНАЛИЗ ПОСТУПЛЕНИЯ И РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПОЛИХЛОРИРОВАННЫХ БИФЕНИЛОВ В БАССЕЙНЕ ОЗЕРА БАЙКАЛ	
Ширапова Г.С. ¹ , Морозов С.В. ²	190
ПРИМЕНЕНИЕ ФОСФОРСОДЕРЖАЩЕГО ПОЛИМЕРА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ В ВОДЕ И ПИЩЕВЫХ ОБРАЗЦАХ МЕТОДОМ АТОМНО- АБСОРБИЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ	
Эфендиева Н.А., Азизов А.А., Буняят-заде И.А., Алосманов Р.М.	191
РАЗРАБОТКА НОВОЙ МЕТОДИКИ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ Fe (III) ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ ЕГО ИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	
Эюбова Э.Дж., Нагиев Х.Дж., Чырагов Ф.М.	193
РАЗРАБОТКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЙ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ САМАРИЯ В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ	
Ярмамедова С.Е., Гусейнов Ф.Э., Алиев И.А., Чырагов Ф.М.	194