

**Эколого-аналитическая ассоциация «Экоаналитика»  
Научный Совет РАН по аналитической химии  
Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН  
Институт биологии внутренних вод им. И.Д. Папанина РАН**

# **«Экоаналитика-2016»**

**Тезисы докладов**



**26 июня – 02 июля 2016**

**УГЛИЧ**



НАУЧНЫЙ СОВЕТ РАН  
по аналитической химии



ИНСТИТУТ ОБЩЕЙ И  
НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ИМ. Н.С. КУРНАКОВА РАН



ИНСТИТУТ БИОЛОГИИ ВНУТРЕННИХ ВОД

ИМ. И.Д. ПАПАНИНА РАН



РОССИЙСКИЙ ФОНД ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ



Х ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ  
ПО АНАЛИЗУ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

# «ЭКОАНАЛИТИКА-2016»

*Тезисы докладов*

*26 июня – 02 июля 2016*

УГЛИЧ

УДК 502.3/504.06  
ББК 20.18  
Э40

ЭКОАНАЛИТИКА-2016, всерос. конф. по анализу объектов окружающей среды.  
(Х; 20164 Углич).

Тезисы докладов X Всероссийской конференции по анализу объектов окружающей среды (Углич, 26 июня – 02 июля 2016) / Науч. совет РАН по аналит. химии ; Экол.-аналит. ассоц. «Экоаналитика» ; Ин-т общ. и неорг. химии им. Н. С. Курнакова ; Ин-т биологии внутр. вод им. И. Д. Папанина ; Рос. фонд фундам. исслед., — Углич : Филигрань, 2016. — 204 с.

Материалы печатаются в авторской редакции  
Компьютерная верстка Е.А. Заботкина, И.В. Чалова  
Фото на обложке Юрченко В.В.

ISBN 978-5-906682-57-4

КОНФЕРЕНЦИЯ ПРОВОДИТСЯ ПРИ ФИНАНСОВОЙ ПОДДЕРЖКЕ :



Российский фонд фундаментальных исследований, грант №16-03-20288



ЗАО НТЦ «БиАСеп»



Компания «Аналит»



Группа компаний «ГалаХим»

УДК 502.3/504.06  
ББК 20.18

ISBN 978-5-906682-57-4

© Институт биологии внутренних вод им. И.Д. Папанина РАН, 2016  
© Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, 2016  
© Эколого-аналитическая ассоциация «Экоаналитика», 2016 © ООО Филигрань, 2016

## Группа компаний «ГалаХим» предлагает все для вашей лаборатории!



### Аналитические приборы

- ВЭЖХ и УВЭЖХ Hitachi Chromaster
- ГХ и ВЭЖХ Agilent Technologies
- Хромато-масс-спектрометры
- Препаративные хроматографы PuriFlash
- Спектрофотометры и спектрофлуориметры



### Все для хроматографии

Колонки для ГХ и ВЭЖХ, растворители, сорбенты,  
виалы, крышки, шприцевые фильтры

### Лабораторное оборудование и расходные материалы

- Мешалки, насосы, сушильные шкафы,  
центрифуги, испарители и многое другое
- Лабораторное стекло и пластик



### Реактивы и стандартные образцы

- Реактивы производства Sigma-Aldrich, Merck,  
ABCR, Alfa-Aesar
- Аналитические стандарты Supelco, Dr.Ehrenstorfer
- Фармакопейные стандарты USP, BP, EP, LGC Standards

[www.galachem.ru](http://www.galachem.ru)

[www.hplc.su](http://www.hplc.su)

[www.ilaba.ru](http://www.ilaba.ru)



# ИДЕНТИФИКАЦИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕОНИКОТИНОИДНЫХ ИНСЕКТИЦИДОВ В ВОДЕ БЕЗ ПРОБОПОДГОТОВКИ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С КВАДРУПОЛЬ – ВРЕМЯПРОЛЕТНЫМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТОРОМ

*В.Г. Амелин, А.М. Андоралов*

Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича  
и Николая Григорьевича Столетовых, 600000, г. Владимир, ул. Горького, 87

Широко распространены семь коммерческих препаратов неоникотиноидных инсектицидов: имидаклоприд, ацетомиприд, тиаметоксам, тиаклоприд, нитенпирам, клотианидин и динотефуран. Применение данных препаратов играет важную роль на различных этапах выращивания и хранения сельскохозяйственной продукции, кроме того, их часто используют при обработке водоемов для уничтожения личинок комаров. В Российской Федерации установлены следующие гигиенические нормативы для воды культурно-бытового назначения (мкг/л): имидаклоприд — 30, тиаметоксам — 10, ацетамиприд — 20; для воды рыбохозяйственных пресноводных водоемов не более 1 мг/л имидаклоприда [1, 2].

Для аналитического контроля неоникотиноидных инсектицидов в воде используют методы высокоэффективной жидкостной хроматографии [3], метод мицеллярной электрокинетической хроматографии [4]. Однако данные методы и предлагаемые варианты извлечения неоникотиноидов требуют длительной и достаточно сложной подготовки пробы с использованием токсичных растворителей.

В данной работе впервые использован способ определения неоникотиноидных инсектицидов в воде без пробоподготовки при непосредственном вводе ее в хроматограф и дальнейшее определение методом времяпролетной масс-спектрометрии высокого разрешения.

Показана возможность идентификации и одновременного определения семи неоникотиноидных инсектицидов (имидаклоприда, ацетамиприда, тиаметоксама, тиаклоприда, нитенпирама, клотианидина и динотефурана) в природных и питьевых водах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с времяпролетной масс-спектрометрией высокого разрешения с непосредственным вводом анализируемой пробы в инжектор хроматографа. Нижние границы определяемых содержаний пестицидов при объеме пробы 100 мкл составили 0,008-4 мкг/л. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,08. Продолжительность анализа 1-1,5 ч.

1. Еремена О.Ю. Перспективы применения неоникотиноидов в сельском хозяйстве России и сопредельных стран / О.Ю.Еремена, Ю.В. Лопатина // Агрохимия. 2005. № 6. С. 87-93.
2. Рославцева С.А. Неоникотиноиды — новая перспективная группа инсектицидов // Агрохимия. 2000. № 1. С. 49-52.
3. Guand-Guo Y. Simultaneous determination of imidacloprid, thiacloprid, and thiamethoxam in soil and water by highperformance liquid chromatography with diode-array detection / Y. Guand-Guo, S.K. Rai // J. Environ. Sci. Health. B. 2004. V. 39. P. 737-746.
4. Амелин В.Г. Определение неоникотиноидов (имидаклоприда, тиаметоксана, ацетамиприда) в воде методом капиллярного электрофореза / В.Г. Амелин, Д.С. Большаков, А.В. Третьяков // Вода: химия и экология. 2012. №9. С. 76-80.

# ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАМЕЩЕННЫХ ГИДРАЗИНОВ МЕТОДОМ ВЭЖХ НА СИЛИКАГЕЛЕ, МОДИФИЦИРОВАННОМ НАНОЧАСТИЦАМИ ЗОЛОТА

*И.А. Ананьева, Я.А. Полякова, Е.Н. Шаповалова, О.А. Шпигун*

Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова, Химический  
факультет, 119991, г. Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, строение 3

Совокупность таких уникальных свойств силикагеля, как жесткость матрицы, химическая инертность, большая удельная поверхность, позволяет широко использовать его в качестве неподвижной фазы в высокоэффективной жидкостной хроматографии. Ввиду этого одним из основных направлений развития современной хроматографии является модификация поверхности силикагеля различными органическими и неорганическими соединениями. Такие материалы сохраняют как важные свойства силикагеля, так и обладают новыми свойствами, определяемыми природой модификатора. С этой точки зрения перспективным является использование наночастиц золота, которые обладают большой площадью функциональной поверхности и дают возможность ее дальнейшей ковалентной модификации различными серосодержащими органическими соединениями. В настоящей работе нами синтезирован сорбент, представляющий собой силикагель, модифицированный наночастицами золота, стабилизированными L-цистеином.

Исследования хроматографических свойств синтезированного сорбента показали, что он обладает высокой селективностью к азотсодержащим соединениям [1]. Одним из основных классов азотсодержащих соединений, потребность в определении которых существует в современной аналитической химии, являются гидразины. Гидразин находит достаточно широкое применение в самых различных отраслях деятельности человека: в медицине, сельском хозяйстве, промышленности. Уникальные значения термодинамических и кинетических параметров реакции окисления гидразина определили его применение в качестве ракетного топлива. Кроме самого гидразина высокоэнергетическими ракетными топливами служат и его алкилзамещенные гомологи: 1,1-диметилгидразин (несимметричный диметилгидразин) и 1-метилгидразин [2]. Однако широкое использование гидразинов приводит к загрязнению окружающей среды. Поскольку гидразин и его производные являются опасными канцерогенами, то необходимы высокочувствительные методы их определения в различных объектах окружающей среды [3]. Подход, основанный на переводе гидразинов в гидрофобные производные с различными ароматическими альдегидами и их последующее разделение в варианте обращенно-фазовой ВЭЖХ со спектрофотометрическим или флуориметрическим детектированием на сегодняшний день представляет собой один из лучших методов определения гидразинов. При этом использование 2,3-нафталиндикарбоксальдегида позволяет добиться высокой чувствительности определения гидразина и МГ, поскольку приводит к образованию соответствующих флуоресцирующих гидразонов.

Цель настоящей работы – изучение возможностей применения силикагеля, модифицированного наночастицами золота, стабилизированного L-цистеином, для разделения производных гидразина, МГ и НДМГ с НДА.

1. Ананьева И.А., Елфимова Я.А., Мажуга А.Г., Рудаковская П.Г., Шаповалова Е.Н., Зык Н.В., Шпигун О.А. // СОРБЦ. И ХРОМАТОГР. процессы. 2011. Т. 11. Вып. 3. С. 281-291.

2. Иоффе Б.В., Кузнецов М.А., Потехин А.А. Химия органических производных гидразина. Л.: Химия, 1980. 224 с.

3. Экологические проблемы и риски воздействий ракетно-космической техники на окружающую природную среду. М: Анкил, 2000. 640 с.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ №15-03-05979а.*

## ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

*Н.Н. Андреева, Л.А. Мелехина, М.В. Подшивалова*

Воронежский государственный медицинский университет им. Н.Н. Бурденко,  
394000 Россия, г. Воронеж, ул. Студенческая, 10  
ФБГОУ ВО МГТУ «СТАНКИН» Егорьевский технологический институт (филиал),  
140300 Россия, г. Егорьевск, ул. Профсоюзная, 34

Как известно поступление токсикантов в биосферу часто превышает ее естественную возможность к самоочищению и приводит к тому, что в почвах, природных водах и донных отложениях, в приземном слое атмосферы и фауне возрастает содержание токсичных компонентов. В связи с этим контроль за содержанием загрязняющих компонентов в различных объектах окружающей среды остается важной и неотъемлемой составляющей системы экологического мониторинга.

Идентификация полезных и вредных микроэлементов, а также определение их содержания и форм, в которых они присутствуют в воздухе, атмосферных осадках, почвах, водах, донных отложениях проводится с применением как уже известных, хорошо зарекомендовавших себя методов химического анализа, так и с привлечением новых усовершенствованных методик, обеспечивающих определение большинства ионов-токсикантов на уровне концентраций до  $10^{-7} - 10^{-10}$ .

Эффективным приемом при анализе сточных и природных вод является использование комбинированных экстракционно–рентгенофлуоресцентных методов определения ионов тяжелых металлов (железа, кобальта, никеля, меди и др.), которые характеризуются простотой выполнения, экспрессностью, правильностью, хорошей воспроизводимостью и низкими концентрационными пределами определения металлов. Суть их заключается в экстракции ионов металлов-токсикантов из водной фазы легкоплавкими органическими экстрагентами, что позволяет достигнуть концентрирования микроэлементов в 1000 и более раз, с последующим применением полученного в процессе твердого экстракт-концентрата в качестве образца-излучателя для таких методов анализа – как рентгенофлуоресцентный и нейтронно–активационный.

В качестве легкоплавких экстрагентов успешно применяются хорошо зарекомендовавшие себя высшие алифатические монокарбоновые кислоты (в частности пальмитиновая и стеариновая кислоты) как в чистом виде, так и в смесях с органическими добавками (Д2ЭГФК и ТБФ), характеризующихся высокой экстракционной емкостью, низкой растворимостью, нетоксичностью, способностью к регенерации, возможностью получения образцов–излучателей для физических методов определения [1].

Это дало возможность практического применения комбинированного экстракционно-рентгенфлуоресцентного метода анализа для определения ионов тяжелых металлов (железа, кобальта, никеля, меди) в природных и сточных водах, проводимого сотрудниками ЕТИ (филиала) МГТУ «СТАНКИН» совместно со студентами института с целью составления объективной картины экологического состояния поверхностных вод Егорьевского района.

*1. Андреева Н.Н., Лобанов Ф.И., Мелехина Л.А. Экспрессные методы определения токсикантов в природных и сточных водах (статья) Международный конгресс (юбилейная научно-практическая конференция). Производство. Технология. Экология. Сборник трудов конгресса. 19-22 сент. 2000 г. с. 227-235. Москва, 2000. Изд-во «Станкин».*

## ЭКОСИСТЕМЫ НА ОСНОВЕ ЛЕГКОПЛАВКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ В КОМБИНИРОВАННЫХ МЕТОДАХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЛОВ

*Н.Н. Андреева, М.В. Подшивалова, Л.А. Мелехина, Н.В. Бунина*

Воронежский государственный медицинский университет им.Н.Н. Бурденко,  
394036, г.Воронеж, ул.Студенческая, 10

Экстракционные методы разделения и концентрирования широко применяются в анализе объектов окружающей среды в качестве составной части комбинированных методов определения металлов. Успехи экстракции во многом определяются выбором и применением новых эффективных реагентов-экстрагентов и экстракционных систем. Требования к экологической безопасности и достижению высокой степени концентрирования микроэлементов обусловили появление в аналитической практике нового перспективного направления – экстракционного извлечения и концентрирования металлов расплавами легкоплавких органических веществ (ЛОВ). Этот метод особенно перспективен при извлечении следовых количеств элементов из сточных, природных вод, технологических растворов, биологических жидкостей прямое определение в которых затруднено. В настоящем сообщении представлены результаты по экстракции металлов: La (III), Nd (III), Eu (III), Yb (III), Sc (III), Y (III), Zr (IV), Ca, Mg, Be, Sr, Cu (II), Zn, Cd, Pb (II), Co (II), Ni (II), Al, Cr (III) расплавами высших алифатических монокарбоновых кислот (МКК), как индивидуальных, миристиновой, пальмитиновой, стеариновой, так и фракциями МКК C17 –C20 и C21 – C25 и их смесями с дифференцирующими добавками, в качестве которых использовали ди-2-этилгексилфосфорную кислоту, триоктиламин, трибутилфосфат. Для разбавления применяли парафин.

Были отработаны специальные методические приемы проведения этого вида экстракции, определены физико-химические характеристики экстрагентов-расплавов: константы диссоциации ( $K_a$ , HR), константы распределения ( $K_D$ , HR), константы димеризации ( $K_2$ ), необходимые для количественного описания равновесия.

Определение оптимальных условий экстракции металлов расплавами проводили с помощью метода многомерного регрессионного анализа. Изучено влияние кислотности водной фазы, температуры, времени контакта фаз и соотношения их объемов, концентрации металлов в водной и реагентов в органической фазах на степень извлечения, коэффициенты распределения и концентрирования металлов. Определены условия количественного извлечения металлов для разных экстракционных систем. Деление фаз четкое, экстрагенты легко регенерируются, коэффициенты концентрирования 100 – 200, а с использованием приема «двойного концентрирования» достигают 500-1000.

Одно из преимуществ экстракции расплавами – получение твердых экстрактов-концентратов, устойчивых во времени. Твердые экстракты металлов представляют собой практически готовые образцы-излучатели для рентгенофлуоресцентного (РФ) и рентгенорадиометрического (РР) методов определения. Были разработаны способы получения образцов-излучателей из твердых экстрактов, отвечающих требованиям РФА (гомогенность, гладкая поверхность, исключение матричных эффектов, стабильность). Выбран метод анализа (стандарта-фона) и оптимальное время экспозиции образцов.

На основании проведенных исследований разработаны комбинированные экстракционно-рентгенофлуоресцентные методы определения металлов в природных и сточных водах, в биологических жидкостях и технологических растворах. Методики характеризуются простотой выполнения, экспрессностью, хорошей воспроизводимостью, низкими пределами определения металлов.

## ЭКСПРЕССНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА (III) И ХРОМА (VI) В БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ДОБАВКАХ К ПИЩЕ

*Н.Н. Андреева, А.С. Цвирова, В.С. Красюкова, Н.И. Пономарева*

Воронежский государственный медицинский университет им. Н.Н. Бурденко,  
394036, г. Воронеж, ул. Студенческая, 10

Хром – жизненно важный микроэлемент. К функциям этого элемента в организме относятся: регуляция углеводного и липидного обмена; нормализация уровня сахара в крови; оптимизация выработки инсулина; регуляция метаболизма холестерина. Для восполнения дефицита хрома в организме рекомендовано использовать биологически активные добавки (БАД), содержащие хром в различных формах: пиколинатной, полиникотинатной, хелатной, в присутствии и сочетании с растительными активаторами (гидроксимилимонная кислота, катехины и т. д.) и витаминно-минеральные комплексы, содержащие хром.

Очень важное значение имеют формы элемента-хрома, присутствующего в исследуемых объектах, т.к. хром является одним из ярких примеров контрастирующего физиологического влияния на живые системы. Хром (III) – необходимый микроэлемент для нормального функционирования органов и систем, но при определенных концентрациях он может проявлять и токсические свойства (ПДК хрома (III) в воде = 0,5 мкг/мл). Хром (VI) – высокотоксичен из-за его высокого окислительного потенциала и способности легко проникать через биологические мембраны (ПДК хрома (VI) в воде = 0,05 мкг/мл). Поэтому задача определения обеих форм элемента в различных, в том числе и биологических объектах, важная задача современного анализа.

В соответствии с «Руководством по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище» (Р.4.1.1672-03) хром в биологически активных добавках и витаминно-минеральных комплексах определяют атомно-абсорбционным методом с электротермическим или плазменным детектированием, а также спектрофотометрически с 3,5-дифенилкарбазидом. Подготовку проб и их минерализацию проводят по ГОСТ 26926-86.

В настоящей работе рассмотрена сорбция различных форм хрома: (III) и (VI) сорбентами на основе N-модифицированного полистирола и последующего рентгенофлуоресцентного определения элемента непосредственно в твердой фазе, исключая элюирование и сокращая время определения.

На модельных растворах, содержащих различные соотношения хрома (III) и хрома (VI), были отработаны условия извлечения и разделения обеих форм металла.

Определены оптимальные условия количественного извлечения Cr (III) и Cr(VI), оценена сорбционная емкость сорбентов и возможность отделения сопутствующих элементов (кальция, магния, железа, цинка, меди), рассчитаны коэффициенты сорбционного концентрирования. Исследовано применение различных реагентов и их концентрация для количественного элюирования Cr (III) и Cr (VI). Особенностью данного исследования является установление возможности рентгенофлуоресцентного измерения (РФ) аналитического сигнала хрома непосредственно в фазе сорбента без предварительного элюирования и разбавления концентратов. Это значительно ускоряет определение, повышает чувствительность и снижает погрешность определения. Предложенным комбинированным методом проведено определение содержания хрома (III) и общего содержания хрома в витаминно-минеральных комплексах «Vitrum» и «Centrum», а также в хромсодержащих БАДах – Хром-пиколинате, Хром-хелате и Хитозане-Плюс, установлено, что образцы содержат только хром (III).

# АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СЕНСОР НА ОСНОВЕ КИР-МАЙЯ И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ ДЛЯ АНАЛИЗА ПРИРОДНОЙ ВОДЫ

*А.В. Антоненко., Б.К. Зуев*

Государственный университет «Дубна», факультет естественных и инженерных наук, кафедра химии, новых технологий и материалов,  
Московская обл., Дубна, ул. Университетская, 19

В настоящей работе была проанализирована питьевая вода и вода из кулера, которые перед подачей потребителю подвергаются одному или нескольким видам обработки для достижения соответствующих показателей безопасности и улучшения эстетических свойств, а также был проанализирован снег. В связи с этим, целью нашей работы являлось оценить соответствует ли содержание минеральных веществ, таких как магний и кальций, в воде с нормами СанПиН, т.е. проверить жесткость воды.

В работе использовали атомно-эмиссионный анализатор КИР-Майя для определения щелочных и щелочноземельных металлов в малых объемах проб, созданный Яговым В.В., Коротковым А.С. и Погониным В.И. в лаборатории Химических сенсоров ГЕОХИ РАН под руководством Б.К.Зуева. Источником эмиссионных спектров является электрический разряд. Аналитическим сигналом служила интегральная интенсивность свечения на соответствующей длине волны за первые 20 мс разряда.

Концентрации кальция и магния в природных жидкостях, определенные на микроплазменном анализаторе КИР-Майя

Образец	Минеральное вещество	Найдено элемента, мМ (в пробе с добавкой)	Элементное содержание, мМ (в исходной пробе)	Норма, мМ
Талый снег	Mg <sup>2+</sup>	0,09	2,13	
	Ca <sup>2+</sup>	0,07	2,85	
Трубопроводная вода	Mg <sup>2+</sup>	0,32	7,62	$8,3 \cdot 10^{-4} - 3,5 \cdot 10^{-3}$
	Ca <sup>2+</sup>	0,34	13,64	$7,5 \cdot 10^{-4} - 3,5 \cdot 10^{-3}$
Вода из кулера	Mg <sup>2+</sup>	0,32	7,64	$8,3 \cdot 10^{-4} - 3,5 \cdot 10^{-3}$
	Ca <sup>2+</sup>	0,06	2,43	$7,5 \cdot 10^{-4} - 3,5 \cdot 10^{-3}$

Установлено, что ни один из объектов не соответствует нормам СанПиН 2.1.4. 1074-01(РОССИЯ) (таблица). Так как рассматриваемые нами минеральные вещества характеризуют жесткость воды, которая по тем же нормам СанПиН 2.1.4. 1074-01 не должна превышать  $8,75 \cdot 10^{-3}$  мМ можно заключить, что вода не подлежит употреблению и опасна. Постоянное употребление внутрь воды с повышенной жесткостью приводит к снижению моторики желудка, к накоплению солей в организме, и, в конечном итоге, к заболеванию суставов (артриты, полиартриты) и образованию камней в почках и желчных путях.

# АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СЕНСОР НА ОСНОВЕ КАПЕЛЬНО-ИСКРОВОГО РАЗРЯДАД ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

*А.В.Антоненко, Б.К.Зуев, В.В.Ягов*

Институт геохимии и аналитической химии РАН им. В.И.Вернадского,  
119991, ГСП-1, МоскваВ-334, ул. Косыгина.19

Государственный университет «Дубна»,  
кафедра химии, новых технологий и материалов,  
Московская обл., г. Дубна, ул. Университетская,19

Одним из самых массовых анализов воды является определение жесткости. Выполнение этого анализа необходимо для природной воды в системах очистки и пробоподготовки для достижения соответствующих показателей безопасности и улучшения эстетических свойств. Жесткость важна и в технологических водах, и в питьевой воде. Высокая жесткость ухудшает органолептические свойства воды, придавая ей горьковатый вкус, и оказывает отрицательное действие на органы пищеварения. Постоянное употребление внутрь воды с повышенной жесткостью приводит к снижению моторики желудка, к накоплению солей в организме, и, в конечном итоге, к заболеванию суставов (артриты, полиартриты) и образованию камней в почках и желчных путях. Существуют требования (нормы СанПиН), которым должна отвечать воды по жесткости. Существуют стандартные методики определения жесткости, как правило, основанные на методах мокрой химии. Общая жесткость определяется суммарной концентрацией ионов кальция и магния.

В данной работе для определения щелочных и щелочноземельных металлов в воде используется атомно-эмиссионный анализатор (сенсор). В качестве источника атомизации и возбуждения используется импульсный капельно-искровой разряд (КИР) между каплей (25 мкл) подкисленной анализируемой пробы и вспомогательного раствора кислоты, который играет роль жидкой линзы. Напряжение разряда составляло 2.5 кВ, интервал между разрядами – 30 с. Регистрацию спектра эмиссии осуществляли с помощью малогабаритного спектрометра Maya 2000 Pro (Ocean Optics, США). Аналитическим сигналом служила интегральная интенсивность свечения на соответствующей длине волны за первые 20 мс разряда. Концентрацию магния определяли по интенсивности атомных линии 285.2 и 518.4 нм, для определения кальция использовали атомную линию 422.7 нм. Фоновым раствором служила 0.4 М HCl.

Была проанализирована снеговая вода, водопроводная вода, вода питьевая из кулера. Установлено, что водопроводная вода и питьевая вода из кулера соответствуют нормам СанПиН 2.1.4. 1074-01(РОССИЯ).

*Данная работа была выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы» (Соглашение № 14.604.21.0095 УИС RFMEFI60414X0095).*

## НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ ОЦЕНКИ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ ФЕНОЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДАХ И СПОСОБЫ ЕЕ СНИЖЕНИЯ

*Т.В. Антонова, В.И.Вершинин, Н.С. Бриленок*

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

Суммарное содержание ( $C_{\Sigma}$ ) фенольных соединений в природных и сточных водах обычно находят в виде фенольного индекса (ФИ), используя реакцию с 4-аминоантипирином (АА). Однако в эту реакцию вступают не все фенолы. Кроме того, реагируя с АА, фенолы образуют красители с сильно различающимися коэффициентами поглощения. Так, чувствительность определения  $C_6H_5OH$  при прочих равных условиях в несколько раз выше, чем чувствительность определения замещенных и бициклических фенолов. Из-за этого результаты анализа, выраженные в пересчете на  $C_6H_5OH$ , оказываются сильно заниженными, т.е. применение ФИ ведет к недооценке уровня фенольного загрязнения водоемов. Альтернативным реагентом может быть диазосульфаниловая кислота (ДСК). Светопоглощение продуктов взаимодействия фенолов с ДСК можно измерять в УФ-области, различия в чувствительности определения разных фенолов при этом намного меньше, чем при использовании АА [1]. Погрешность оценки  $C_{\Sigma}$  в пересчете на  $C_6H_5OH$  по реакции с ДСК не превышает 25 % отн. Мы проверили возможность определения суммарного содержания фенолов в водах по реакции с ДСК без пересчета сигнала на стандартное вещество. Алгоритм [2] позволяет находить  $C_{\Sigma}$  в виде интервала, учитывающего различия в коэффициентах чувствительности однотипных аналитов (предполагаемых компонентов пробы). Информация о составе единичной пробы при вычислении границ интервала не требуется. Ширина интервала [2] характеризует систематическую составляющую неопределенности результата анализа. Этот интервал намного шире, чем доверительный интервал, вычисленный по алгоритму Стьюдента и учитывающий лишь случайную составляющую общей неопределенности. Алгоритм [2] был проверен при интервальной оценке суммарного содержания антиоксидантов полифенольного типа по методу FRAP [3, 4]. Для модельных смесей ширина интервала возможных значений составляла 60-70 % от действительной величины  $C_{\Sigma}$ , которая всегда попадала в границы интервала.

В докладе будут приведены результаты интервальной оценки  $C_{\Sigma}$  для многокомпонентных модельных смесей разных моно- и полифенольных соединений, в частности при использовании реагента ДСК. Обобщенный сигнал фенолов измеряли спектрофотометрическими методами. Подтверждена возможность правильной оценки  $C_{\Sigma}$  при выполнении трех условий: 1) все аналиты данной группы вносят свой вклад в обобщенный аналитический сигнал; 2) сигналы этих аналитов аддитивны; 3) посторонние вещества не участвуют в формировании обобщенного сигнала. При определении суммарного содержания фенольных соединений по реакции с ДСК эти условия выполняются, что и позволяет правильно оценивать  $C_{\Sigma}$ . Для фенольных смесей ширина интервала [2] составляет 50-80 % отн., что примерно соответствует неопределенности оценки  $C_{\Sigma}$  в пересчете на оптимальное стандартное вещество. Обсуждаются возможные пути снижения неопределенности результатов анализа. Приведены результаты определения фенолов в сточных водах по разработанной экспрессной методике.

1. Антонова Т.В., Вершинин В.И., Видимкина Ю.В. Патент РФ № 255 33322 (2013 г.).

2. Вершинин В.И., Исаченко Н.А., Бриленок Н.С. / ЖАХ. 2016. Т.71, №4 - С.369.

3. Benzie I.F.F., Strain J.J. / *Anal. Biochem.* 1996. V.239, № 1. - P.70-76.

4. Вершинин В.И., Бриленок Н.С., Цюпко Т.Г. / ЖАХ. 2012. Т.67, №7 - С.715.

*Работа выполнена при поддержке Минобрнауки (задание 2014/147, проект 2436, 2016 г.).*

# ПЕНОПОЛИУРЕТАН КАК ОСНОВА ДЛЯ СОЗДАНИЯ ТВЕРДОФАЗНЫХ РЕАГЕНТОВ В РЕШЕНИИ ЗАДАЧ ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДАМИ ОПТИЧЕСКОЙ МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

*В.В. Аняри*

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, 119991, ГСП-1, Ленинские горы, 1/3, [aryari@mail.ru](mailto:aryari@mail.ru)

Одним из распространенных приемов повышения чувствительности спектрофотометрического определения является концентрирование окрашенных продуктов взаимодействия определяемого соединения с аналитическим реагентом. На сегодняшний день наиболее технологичным, эффективным и экологически-безопасным является сорбционное концентрирование, благодаря широким возможностям регулирования характеристик методик путем варьирования природы сорбента. Особенно перспективной представляется разработка твердофазных хромогенных реагентов, которые в сочетании с регистрацией аналитического сигнала непосредственно в твердой фазе такими методами как спектроскопия диффузного отражения, цветометрия или визуальная колориметрия позволили бы совместить проведение аналитической реакции и концентрирование, а также отказаться от стадии десорбции органическим растворителем окрашенных продуктов.

В настоящем докладе обобщены результаты изучения пенополиуретана (ППУ) в роли основы для создания твердофазных реагентов в решении задач высокочувствительного определения соединений методами оптической молекулярной спектроскопии. В рамках указанной проблемы важными достоинствами этого полимерного материала являются химическая устойчивость, механическая прочность, легкость отделения от раствора, отсутствие собственной окраски, доступность и низкая стоимость. Благодаря наличию в структуре ППУ различных по природе и полярности групп, этот сорбент проявляет хорошие сорбционные свойства в отношении соединений различной природы, а наличие реакционноспособных концевых толuidных групп обеспечивает легкость его химического модифицирования.

На примере соединений различных классов обоснована возможность применения в химическом анализе реакций азосочетания и конденсации с участием ППУ и диазотированного ППУ, приводящих к образованию в твердой фазе окрашенных продуктов. Изучены факторы, влияющие на их протекание. На основании проведенных исследований разработаны простые и чувствительные способы сорбционно-спектроскопического определения широкого круга органических соединений – ароматических аминов, фенолов, аминфенолов, гидроксibenзойных кислот, ароматических альдегидов и нитрит-ионов – с пределами обнаружения 0,7 нг/мл – 10мкг/мл.

Выраженные сорбционные свойства ППУ в отношении наночастиц золота и серебра позволили предложить простой сорбционный подход к получению ряда нанокомпозитных материалов, обладающих поверхностным плазмонным резонансом. Полученные нанокомпозитные материалы охарактеризованы с привлечением современных методов исследования и предложены в качестве новых твердофазных реагентов, принцип генерации аналитического сигнала которых основан на агрегации или разрушении наночастиц в структуре нанокомпозита, приводящих к изменению его спектральных характеристик. Показана возможность использования этих материалов для сорбционно-спектроскопического определения тиосоединений и некоторых окислителей с пределами обнаружения 0,01 – 0,05 мкг/мл.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 15-33-70002 мол\_а\_мос).*

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛФОСФОНОВОЙ КИСЛОТЫ МЕТОДОМ  
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ТАНДЕМНЫМ  
МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ

*Т.М. Байгильдиев, Д.И. Ахмерова, И.А. Родин, О.А. Шигун, И.В. Рыбальченко*  
Лаборатория хроматографии, кафедра аналитической химии, химический факультет,  
Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,  
Россия 119991, Москва, ул. Ленинские горы, д.1, стр. 3

Двадцать девятого апреля 1997 года 130 странами была принята Конвенция о запрещении химического оружия. Главными положениями конвенции является запрет на производство и применение химического оружия, а также уничтожение всех его запасов. Однако до сих пор некоторые боевые отравляющие вещества (БОВ) применяются при локальных вооруженных конфликтах и в террористических атаках.

Одним из важных продуктов распада ОВ является этилфосфоновая кислота (ЭФК). ЭФК является одним из наиболее стабильных маркеров свидетельствующих о применении, хранении либо разработке химического оружия. Ее довольно высокая стабильность позволяет идентифицировать факт использования химического оружия по прошествии большого времени. ЭФК является полярным соединением с относительно невысокой молекулярной массой, поэтому для ее успешного обнаружения и определения, необходимо тщательно подобрать условия хроматографического разделения и масс-спектрометрического детектирования.

Были подобраны условия масс-спектрометрического детектирования ЭФК в режиме регистрации выбранных ионных реакций для достижения низких пределов обнаружения, изучена зависимость удерживания от различных составов подвижной фазы, изучено влияние подвижной фазы на масс-спектрометрический сигнал и подобраны условия хроматографического разделения.

Разработанный подход применяли к образцам природных вод с добавками ЭФК и оценили метрологические характеристики.

Подход является простым, экспрессным и позволяет надежно идентифицировать и определять ЭФК на низких уровнях в природных водах.

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛФОСФОНОВОЙ КИСЛОТЫ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ ПРИ ПОМОЩИ АНИОНООБМЕННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ТАНДЕМНЫМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ

*Т.М. Байгильдиев, И.А. Родин, А.В. Затираха, О.А. Шнигун, И.В. Рыбальченко*

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,

Россия, 119991, Москва, Ленинские горы, д.1 стр. 3.

Одним из самых опасных представителей химического оружия являются нервно-паралитические отравляющие вещества (VX, зарин зоман, русский VX). Эти соединения быстро ингибируют ацетилхолинэстеразу в организме человека и животных, в результате чего происходит накопление ацетилхолина, приводящего к мышечной фаскуляции, параличу и смерти. Однако данные соединения не устойчивы, и попав в природу либо организм человека, подвергаются быстрому гидролизу до соответствующих алкил метилфосфоновых кислот (АМФК), которые более устойчивы и дольше сохраняются в образцах. Алкил метилфосфоновые кислоты в свою очередь гидролизуются до метилфосфоновой кислоты (МФК), которая является наиболее стабильным и устойчивым маркером применения ФОВ. Данные соединения не встречаются в природе, поэтому являются прямым доказательством применения, разработки или хранения химического оружия.

Определение МФК на низких уровнях в биологических объектах методом ВЭЖХ-МС/МС затруднено из-за слабого удерживания МФК, в отличие от АМФК, что связано с ее высокой полярностью. Применения анионообменной хроматографии в сочетании с высокочувствительным масс-спектрометрическим детектированием является одним из перспективных направлений для решения данной проблемы. Однако, наиболее популярные подвижные фазы, используемые для анионообменной хроматографии не совместимы с масс-спектрометрическим детектированием.

В связи с этим нами были подобраны условия хроматографического разделения на колонках для анионообменной хроматографии "Seporus" (ООО НТЦ "БиАСеп"), включающие в себя подбор скорости потока и подходящей подвижной фазы, совместимой с масс-спектрометрическим детектором и позволяющей достичь высоких значений коэффициента емкости, приемлемой формы хроматографического пика, низкого уровня шума фонового сигнала и высокого уровня аналитического сигнала. Также, для улучшения эффективности был применен градиентный режим с изменением концентрации элюирующего иона.

Разработанный подход применяли к различным образцам природных вод с добавками МФК. Подход является перспективным и нуждается в дальнейшей оптимизации условий для достижения высокой эффективности хроматографического разделения и достижения низких пределов обнаружения.

## МОНИТОРИНГ СОДЕРЖАНИЯ ДИОКСИНОВ В ВЫБРОСАХ В АТМОСФЕРУ МСЗ 3 г. МОСКВЫ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ УТИЛИЗАЦИИ ТБО

*Е.А. Белинская, Г.В. Зыкова, Г.Г. Финаков, В.Н. Смирнов*

Федеральное государственное унитарное предприятие Научно-технический центр  
радиационно-химической безопасности и гигиены Федерального медико-  
биологического агентства, 123182 г. Москва, ул. Щукинская, 40

Важнейшей экологической проблемой урбанизированных регионов является рациональное управление твердыми бытовыми отходами (ТБО). Существует несколько способов переработки ТБО, в том числе термические.

К термическим способам переработки относят: сжигание в котлах-утилизаторах, пиролиз, газификация и плазменная переработка. Распространенные на мусоросжигательных заводах (МСЗ) термические процессы – слоевое сжигание с принудительным перемешиванием на подвижных решетках и сжигание в кипящем слое при температуре 850-1000°C. Однако в процессе сжигания ТБО образуются соединения из группы стойких органических загрязнителей (СОЗ), являющихся предметом Стокгольмской конвенции: полихлорированные дибензо-*n*-диоксины (ПХДД), дибензофураны (ПХДФ), полихлорированные бифенилы и нафталины и др., а также оксиды азота, серы, углерода, хлористый и фтористый водород, тяжелые металлы и др.

Авторы в течение нескольких десятилетий на МСЗ 3 г. Москвы проводили отбор проб и измерение концентраций СОЗ в промышленных выбросах в атмосферу до и после реконструкции завода. Реконструкцию проводил инфраструктурный концерн EVN (Австрия), который по настоящее время осуществляет эксплуатацию завода. На МСЗ 3 установлена топка с колосниковой решеткой, что гарантирует равномерное и полное сгорание отходов. Для отделения вредных веществ, неразрушаемых даже под воздействием очень высоких температур (ок. 1000°C), применяется метод квазисухой очистки дымовых газов. Очистка дымовых газов включает в себя реактор-абсорбер с форсуночным распылением гидроокиси кальция с целью нейтрализации кислых газов, устройство подачи активированного угля с целью абсорбции ПХДД и ПХДФ, тканевый фильтр и каталитическую деазотизацию.

В рамках данного исследования были выполнены измерения концентраций конгенеров ПХДД и ПХДФ в пробах дымовых газов на входе и выходе из системы очистки. Отбор проб газовых выбросов проводили в изокINETическом режиме на установке Apex 500-Series Models (США), состоящей из последовательно установленных обогреваемого аэрозольного фильтра, системы ловушек и полимерного сорбента XAD-2. Объем отобранных проб составил от 1 до 3 м<sup>3</sup> на входе в систему очистки и от 6 до 10 м<sup>3</sup> – на выходе из системы очистки.

Определение ПХДД и ПХДФ проводили хромато-масс-спектрометрическим методом по разработанной авторами методике измерений ПНД Ф 13.1.65-08 (в редакции 2014 г.).

Установлено, что сумма концентраций 17 высокотоксичных соединений ПХДД, ПХДФ с учетом коэффициентов токсичности в пробах дымовых газов МСЗ 3 на выходе из системы очистки до реконструкции составляла 0,11 – 1,26 нг I-TEQ/нм<sup>3</sup>, после реконструкции - 0,001 - 0,003 нг I-TEQ/нм<sup>3</sup>, что значительно ниже предельного значения Директивы ЕС - 0,1 нг I-TEQ/нм<sup>3</sup> (2000/76/ЕС).

Таким образом, мониторинг содержания ПХДД и ПХДФ в очищенных дымовых газах в атмосферу показывает, что при соблюдении технологического процесса на МСЗ, выбросы опасных суперэкоотоксикантов оказываются существенно ниже существующего норматива и практически не отличаются от выбросов тепловых электростанций.

## ХИМИЧЕСКАЯ, РАДИАЦИОННАЯ И ТОКСИКОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СОСТОЯНИЯ ПОЧВ ПОЛИГОНА РАЗМЕЩЕНИЯ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ

Л.И. Белых, С.А. Кустова, А.В. Чемякин

Иркутский национальный исследовательский технический университет,  
664074, г. Иркутск, ул. Лермонтова, д. 83. E-mail: bgd@istu.irk.ru

Полигоны для размещения бытовых отходов (БО) представляют экологическую опасность биосфере, особенно в северных регионах, отличающихся слабым потенциалом самоочищения. На примере такого города Киренск Киренского района Иркутской области получена комплексная эколого-аналитическая оценка состояния почв полигона размещения твердых и жидких БО в сравнении с ближайшими к нему природными и антропогенно-измененными территориями по химическим, радиационным и токсикологическим показателям.

Химическая оценка почв включала определение загрязняющих веществ в основном 1-го класса опасности по аттестованным методикам разными методами: бенз(а)пирен (Б(а)П) с помощью низкотемпературной люминесценции на флуоресцентном спектрофотометре «Hitachi 650-10S»; ртуть (Hg) методом беспламенной атомной абсорбции на анализаторе ртути «РА-915+» с пиролитической приставкой «РП-91С»; подвижные водорастворимые формы тяжёлых металлов ванадий (V), кадмий (Cd), свинец (Pb), цинк (Zn) и кобальт (Co) методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой на эмиссионном спектрометре «ICAP 6300 и ICAP 7400»; азот аммонийный ( $\text{NH}_4^+$ ) фотометрическим методом с реактивом Несслера на фотометре «Эксперт-003 NP».

Радиоактивность почв измерена для искусственного  $\text{Cs-137}$  и естественных наиболее распространенных в горных породах радионуклидов  $\text{K-40}$ ,  $\text{Ra-226}$ ,  $\text{Th-232}$  по альфа, бета- и гамма- излучению на автоматизированном приборе «Прогресс».

Токсичность почв оценена методом биотестирования по приросту в течение 10 суток стеблей высшего водного растения *Elodea canadensis*, а также по показателям всхожести и роста семян редиса в водных вытяжках из почв разного разбавления относительно контрольного опыта с чистой водой.

Установлено, что в анализируемых объектах содержание загрязняющих веществ и радионуклидов неравномерно распределено по исследуемой территории, не превышает гигиенические нормы предельно допустимых концентраций и уровней, но составляет от 2 до 25 общепринятых фоновых значений с наибольшими изменениями Hg,  $\text{NH}_4^+$  и Cs-137 в почвах полигона по сравнению с природными и селитебными зонами. Предположено, что найденные отклонения качества почв полигона обуславливают статистически достоверные ( $P=95\%$ ) эффекты стимулирования или ингибирования роста водных растений как чувствительного биотеста в отличие от показателей всхожести и прорастания семян редиса, не выявивших токсического эффекта исследуемых водных вытяжек почв.

Наблюдаемая некоторая неоднозначность выводов между химическими, радиационными и токсикологическими оценками состояния почв позволяет предположить неучтенную многокомпонентность их загрязнения, а также разную чувствительность и селективность методов мониторинга, особенно биологического.

Обнаруженные антропогенные изменения почв полигона требуют соблюдения и совершенствования системы приема, складирования, хранения и контроля отходов, объектов окружающей среды.

Сделан вывод об информативности и надежности методического подхода к комплексному оцениванию состояния объектов, особенно, депонирующих сред на различные показатели при эколого-аналитическом мониторинге.

## ОТНОШЕНИЯ СОДЕРЖАНИЙ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ КАК ПОКАЗАТЕЛИ ОЦЕНКИ ИСТОЧНИКОВ ЗАГРЯЗНЕНИЯ

*Л.И. Белых, Н.И. Янченко, Д.А. Халтурина*

Иркутский национальный исследовательский технический университет  
664074, г. Иркутск, ул. Лермонтова, д. 83. E-mail: bgd@istu.irk.ru

Методический подход к выявлению источников загрязнения полициклическими ароматическими углеводородами (ПАУ) по отношениям их концентраций в объектах среды широко используется, например, при установлении петрогенного или пирогенного происхождения соединений [1], как «маркеры нефтяного загрязнения» [2], при оценке вкладов источников в загрязнение территории [3]. Для развития данного подхода недостаточно информации о качественном составе (профиле) ПАУ и их соотношениям непосредственно в источниках выделения. Поэтому целью работы было определение отношений содержания ПАУ в организованных источниках выбросов как показателей их идентификации по состоянию объектов среды.

В качестве приоритетных источников ПАУ исследованы электролитическое производство алюминия по технологии с самообжигающимися анодами, сжигание твердого (уголь, дрова) и жидкого (мазут) топлива соответственно слоевым и факельным способами, работа бензиновых и дизельных двигателей автотранспорта. Использованы результаты определения ПАУ в виде интегральных выбросов (валовые, удельные, средние значения по ездовым циклам автомобилей), учитывающие зависимость состава соединений от условий их выделения (технологический режим, неравномерность потоков). Хорошая сходимость (коэффициенты вариации,  $V$ , 5-30 %) между полученными и литературными данными позволила их усреднить.

Для 12 из 16 стандартных ПАУ, не включая самые низкомолекулярные, определены отношения содержаний индивидуальных ( $C_1/C_2$ ) и суммарных ( $C_1/C_1+C_2$ ) соединений. Отношения первого вида, по сравнению со вторым, имеют в 2-3 раза худшую воспроизводимость ( $V$ , 5-70 %), но более высокую селективность в идентификации источника выбросов. При этом наибольшие различия между источниками у показателей для 5- и 6-ти ядерных ПАУ. Установлено, что использование не отдельных, а группы данных отношений дает достаточно надежные оценки при сравнении различных технологических процессов образования ПАУ, при идентификации источника загрязнения по загрязнению объекта среды.

На примере промышленного региона Восточной Сибири сопоставлены показатели отношений содержаний ПАУ между различными источниками выбросов и объектами среды. Выявлено, что для идентификации источников загрязнения ПАУ наиболее высокую статистическую точность проявляют хвоя лиственницы и сосны, снежный покров по сравнению с такими объектами как почвы, травы, растительные ветошь и дерн.

1. *Stogiannidis E.* Source Characterization of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons by Using Their Molecular Indices: An Overview of Possibilities / E. Stogiannidis, R. Laane // *Reviews of Environmental Contamination and Toxicology*. – 2015, Vol. 234. – P. 49–133.
2. *Хаустов А.П.* Полициклические ароматические углеводороды как геохимические маркеры нефтяного загрязнения окружающей среды / А.П. Хаустов, М.М. Редина // *Экспозиция. Нефть. Газ*. – 2014, № 4 (36). – С. 92–97.
3. *Семенов М. Ю.* Оценка вкладов множественных источников в загрязнение территории полициклическими ароматическими углеводородами (г. Шелехов, Иркутская область) / М.Ю. Семенов, И.И. Маринайте // *Геоэкология*. – 2014. – № 6. – С. 560–568.

## ПРИМЕНЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ КОЛЛОИДНОГО ЗОЛОТА, КОНЬЮГИРОВАННЫХ С АПТАМЕРАМИ, ДЛЯ ДЕТЕКЦИИ КАТИОНОВ РТУТИ И СВИНЦА

*А.Н Берлина\*, А.В Жердев\*, М.С. Гаур\*\*, Б.Б Дзантиев\**

\* Институт биохимии им. А. Н. Баха, Федеральный исследовательский центр «Фундаментальные основы биотехнологии» РАН, Москва, Россия, 119071, Москва, Ленинский проспект, д.33, стр. 2, e-mail: [berlina.anna@gmail.com](mailto:berlina.anna@gmail.com)

\*\* Индийский колледж науки и технологии, Индия, 281122, г. Фарах, Матхура, Агра-Дели NH 2

Наночастицы коллоидного золота нашли широкое применение в аналитических целях, в том числе для создания экспрессных тест-систем. Благодаря свойствам поверхностного плазмонного резонанса они могут быть использованы в качестве средств детекции различных неорганических и органических соединений. Задачей данного исследования была конъюгация частиц коллоидного золота с аптамерами и применение полученных конъюгатов для гомогенного колориметрического определения катионов свинца и ртути.

Для проведения данной работы были отобраны аптамеры с различными последовательностями, содержащие в своем составе тимин, гуанин и аденин, затем конъюгированы методом физической адсорбции с синтезированными наночастицами коллоидного золота размером около 30 нм. Конъюгаты были охарактеризованы методами УФ-спектрофотометрии, просвечивающей электронной и атомно-силовой микроскопии, динамического рассеяния света.

Полученные конъюгаты были апробированы на образцах воды с введенными количествами катионов ртути и свинца. Для этой цели к 100 мкл образца, содержащего определяемые аналиты, добавляли по 5 мкл конъюгатов с оптической плотностью 10,0, затем оценивали результаты реакции методом спектрофотометрии при длине волны 595 и 620 нм. Показано, что наночастицы коллоидного золота, конъюгированные с аптамерами с последовательностями GGGTGGGTGGGTGG и поли-А, агрегируют при введении катионов свинца и ртути в концентрации 1 мкг/мл, визуально цвет коллоида меняется с красного на пурпурно-фиолетовый, что подтверждалось спектрофотометрически при длине волны 595 нм.

Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о возможности использования конъюгатов наночастиц коллоидного золота с аптамерами как средств колориметрической детекции катионов свинца и ртути при контроле качества воды.

*Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 15-53-45090-ИНД\_а.*

**НЕПОСРЕДСТВЕННАЯ ЭЛЕКТРОРАСПЫЛИТЕЛЬНАЯ ИОНИЗАЦИЯ  
КОМПОНЕНТОВ ПРИРОДНЫХ ВОД И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИХ МЕТОДОМ  
ВРЕМЯПРОЛЕТНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ.  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕРБИЦИДОВ – ПРОИЗВОДНЫХ МОЧЕВИНЫ**

*Д.С. Большаков, В.Г. Амелин, А.М. Мухрыгина, Т.Б. Никешина*  
ФГБУ «Федеральный центр охраны здоровья животных» (ФГБУ «ВНИИЗЖ»),  
600901, Владимир, мкр. Юрьевец

Широкое распространение в качестве гербицидов получили производные мочевины. Они хорошо растворимы в воде и поэтому легко попадают в поверхностные и грунтовые воды, нанося ущерб водным организмам, здоровью животных и человека.

Нами предложен ультрапростой способ определения данных пестицидов за 2-3 мин в воде путем непосредственной электрораспылительной ионизации их в масс-спектрометр и дальнейшее определение точных масс образующихся ионов.

В условиях электрораспылительной ионизации данные пестициды образуют протонированные формы:

<b>Аналит</b>	<b>Брутто-формула</b>	<b>Моно-изотопная масса, <math>m/z</math></b>	<b>Погрешность определения массы <math>\Delta</math>, <math>\rho\text{рт}</math></b>
Диурон	$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}$	233.0243	1.5
Изопротурон	$\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}$	207.1492	1.3
Линурон	$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$	249.0192	-0.9
Метобромурон	$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{BrN}_2\text{O}_2$	259.0077	1.4
Метоксурон	$\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}_2$	229.0738	-0.8
Монолинурон	$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_2$	215.0581	1.1
Монурон	$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}$	199.0633	1.2
Пиримисульфурон-метил	$\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_7\text{SF}_4$	469.0436	1.9
Сульфометурон-метил	$\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_5\text{S}$	365.0914	2.0
Тифенсульфурон-метил	$\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_5\text{O}_6\text{S}_2$	388.0380	0.9
Трифлусульфурон-метил	$\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_6\text{O}_6\text{SF}_3$	479.0955	0.5
Фенурон	$\text{C}_9\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$	165.1022	1.2
Флуометурон	$\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}$	233.0896	-1.2
Хлоримурон-этил	$\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_4\text{O}_6\text{SCl}$	415.0474	0.9
Хлоротолурон	$\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}$	213.0789	1.0
Хлорсульфурон	$\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_5\text{O}_4\text{SCl}$	358.0371	1.0
Этаметилсульфурон-метил	$\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_6\text{S}$	411.1081	2.0

Идентификацию гербицидов проводили с использованием программного продукта «DataAnalysis-4.1» (Bruker Daltonics, Германия), составление картины изотопного распределения аналитов – с использованием «IsotopePattern» (Bruker Daltonics, Германия). Определение производных мочевины проводили методом стандартной добавки. Концентрации аналитов в пробе рассчитывали по формуле:

$$c_x = c_{\text{доб}} / (I_{x+\text{доб}} / I_x - 1)$$

где  $c_x$ ,  $c_{\text{доб}}$  – концентрация аналита без добавки и с добавкой, нг/мл,  $I_x$ ,  $I_{x+\text{доб}}$  – интенсивности пиков  $m/z$  без добавки и с добавкой аналита.

## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ

*Е.С. Бродский*

ФГБУ Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН,  
119334, Москва, ул. Вавилова, 34 [eco-analit@mail.ru](mailto:eco-analit@mail.ru)

Определение стойких органических загрязнителей (СОЗ) в окружающей среде, биологических и технических материалах, пищевых продуктах стало актуальной задачей после ряда массовых отравлений, вызванных пестицидами, полихлорированными бифенилами, полихлорированными дибензо-*p*-диоксинами и дибензофуранами. Список СОЗ, включенных в Стокгольмскую конвенцию, постоянно расширяется. Была создана и стандартизована определенная методология следового анализа для определения СОЗ, обеспечивающая высокую чувствительность ( $\leq 1$  пг), селективность, специфичность и надежность, с обязательными обеспечением и оценкой качества на основе изотопно меченых стандартов и стандартных образцов. ГХ/МС, а особенно ГХ/МС высокого разрешения (ГХ/МСВР), стала основным методом такого анализа.

В настоящее время в аналитическую практику вошли новые высокоэффективные методы масс-спектрометрического анализа:

- \* новые типы масс-спектрометров высокого разрешения – орбитальная ионная ловушка, МС ионно-циклотронного резонанса с преобразованием Фурье, многоотражательные время-пролетные анализаторы,

- \* эффективные способы сочетания ВЭЖХ и МС, позволившие включить в орбиту рутинного анализа высокомолекулярные и полярные соединения,

- \* новые способы ионизации, такие как химическая и фотоионизация при атмосферном давлении, ионизация электрораспылением, ионизация в сверхзвуковом молекулярном пучке и др.

- \* метод MRM в тандемной МС с высокой чувствительностью и селективностью,

- \* разнообразные типы сочленения разных анализаторов.

Двумерная газовая хроматография (ГХ\*ГХ) значительно расширила возможности разделения, открыв новые возможности для многокомпонентного анализа и существенно повысив интегрированность методов.

Новые методы экстракции (экстракция при повышенных температуре и давлении, проточная экстракция, микроволновая, сверхкритическая, субкритическая, и др.) и эффективные сорбенты для сорбционной очистки позволили увеличить эффективность и ускорить подготовку проб к анализу и осуществить автоматизацию пробоподготовки. Все новые методы были испытаны на применимость для определения СОЗ. Методы ВЭЖХ/МС позволили включить в орбиту рутинного анализа высокомолекулярные и полярные соединения. Время-пролетная МС и орбитальная ионная ловушка дают возможность реализовать ГХ/МСВР при сканировании полного масс-спектра и использовать мощный аппарат элементного анализа ионов для идентификации соединений, а мониторинг выбранных реакций (SRM или MRM) – возможность селективного определения и идентификации по характеристикам распада. ГХ\*ГХ открывает новые возможности для многокомпонентного определения СОЗ, повышая интегрированность методов. Новая приборная база обеспечивает достаточно высокую чувствительность и селективность, а также в ряде случаев упрощение пробоподготовки и сокращение времени анализа. Метод ГХ/МС\*МС вошел наряду с ГХ/МСВР в число стандартных подтверждающих методов в официальные методики, а в качестве скрининговых предложены биоаналитические методы на основе клеток, рецепторов, иммунных тел.

## МНОГОКОМПОНЕНТНЫЙ ПРОТОЧНЫЙ АНАЛИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

*А.В. Булатов, А.Ю. Шишов, Л.Н. Москвин*

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии,  
198504, Санкт-Петербург, Университетский пр., 26

Поиски общих подходов к решению проблем автоматизации методов химического анализа являются актуальной задачей современной аналитической химии, постановка которой вызвана необходимостью выполнения большого числа рутинных анализов, в том числе объектов окружающей среды. Помимо автоматизации химического анализа появилась общая тенденция его миниатюризации, направленная на сокращение расходов проб, реагентов и образующихся отходов в плане реализации концепции зеленой аналитической химии. Одним из общих решений всех перечисленных проблем является применение проточного анализа.

На сегодняшний день среди общих тенденций в развитии проточных методов необходимо отметить переход от однокомпонентных методик проточного анализа к многокомпонентным. Переход к многокомпонентному анализу реализуется по трем направлениям. Во-первых, за счет усложнения гидравлических схем проточного анализа, проявляющегося во включении в них нескольких насосов разных конструкций, нескольких детекторов и так далее. К этим проточным методам относятся их мультикоммутационный и мультидетекторный варианты. Во-вторых, возможности проточных многокомпонентных методов расширяются за счет применения хемометрических алгоритмов обработки аналитических сигналов. Третьим направлением является объединение проточных методов с хроматографическими методами и капиллярным электрофорезом. Преимуществами этих гибридных методов являются высокая селективность и чувствительность, а также использование небольших объемов проб и растворов реагентов. Аналитические возможности проточных многокомпонентных методов будут проиллюстрированы на примерах анализа объектов окружающей среды.

*Авторы выражают благодарность Российскому научному фонду за финансовую поддержку проводимых исследований (Грант № 16-13-10117).*

## ФОТОННОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ВОЛНОВОДЫ, КАК ПЛАТФОРМА ДЛЯ ХИМИЧЕСКИХ И БИОЛОГИЧЕСКИХ СЕНСОРОВ

*Н.А. Бурмистрова<sup>1</sup>, С.А. Пиденко<sup>1</sup>, А.А. Чиброва<sup>1,2</sup>,  
А.А. Шувалов<sup>1,2</sup>, Ю.С. Скибина<sup>2</sup>, И.Ю. Горячева<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Саратовский государственный университет, 410012, г. Саратов, ул. Астраханская 83;

<sup>2</sup>ООО НПП «Наноструктурная технология стекла»,  
410033, г. Саратов, просп. 50 лет Октября, 101

Важной задачей современной аналитической химии является разработка простых, доступных высокопроизводительных экспресс методов определения эко- и биотоксикантов, позволяющих производить оперативный мониторинг за присутствием этих веществ в объектах различной природы. Особое место занимают вопросы снижения пределов обнаружения экотоксикантов до уровней менее  $10^{-8}$  моль/л. Наиболее интересным при разработке химических и биологических сенсорных систем представляется разработка мультифункциональных платформ, которые сочетают в себе функции подложки и трансдьюсера. Наибольшие успехи в данном направлении достигнуты при применении электрохимических сенсорных устройств. Их достойной альтернативой в ряде случаев могут выступать оптические сенсоры, в частности системы с реорганизацией оптического сигнала.

В работе проанализировано современное состояние исследований по применению микроструктурированных оптических волокон и, в частности, фотонно-кристаллических волокон, как перспективных многофункциональных аналитических платформ. Рассмотрены уникальные свойства данных оптических волокон, которые позволяют использовать их в качестве практически идеальных коллекторов и транспортеров оптического сигнала. Дана оценка существующих методов анализа с использованием микроструктурированных оптических волокон, основанных на:

- использовании явления изменения характеристик фотонно-запрещенных зон;
- снижении предела обнаружения аналита за счет отсутствия оптических потерь при передаче сигнала на детектор.

Показана перспективность разработки оптических сенсорных систем на основе микроструктурированных волокон, использующих в качестве меток люминесцентные квантовые точки. Проведена оценка различных видов микроструктурированных волокон по их перспективности для применения в оптических сенсорах с точки зрения их геометрической структуры. Показано, что наиболее оптимальным является использование микроструктурированных волокон с поллой сердцевиной, позволяющих проводить анализ непосредственно в зоне центрального дефекта волокна и значительно увеличить энергию накачки.

*Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда, проект 14-13-00229.*

ИММУНОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ ТЕСТ-СИСТЕМЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ  
АНТРОПОГЕННОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ  
АНТИБИОТИКАМИ И ИХ МЕТАБОЛИТАМИ

*Н.А. Бызова, Е.А. Зверева, Н.А. Таранова, А.В. Жердев, Б.Б. Дзантиев*  
Институт биохимии им. А.Н. Баха, Федеральный исследовательский центр  
«Фундаментальные основы биотехнологии» РАН,  
119071 Москва, Ленинский проспект, 33

Антибиотики и их метаболиты являются средствами терапии и профилактики в медицине и ветеринарии, используются для стимуляции роста животных. Поэтому они могут присутствовать в качестве контаминантов в продукции животноводства, попадать по пищевым цепям в коммунальные и сточные воды, почву и другие объекты окружающей среды, повышая общий уровень ее контаминации. Неконтролируемое поступление антибиотиков в организм человека может вызывать аллергические реакции, дисбактериозы, развитие устойчивых форм микроорганизмов и другие неблагоприятные последствия, что обуславливает необходимость в эффективных средствах контроля данных соединений.

Перспективным методом контроля антропогенного загрязнения окружающей среды токсикантами, в частности, антибиотиками и их метаболитами, является иммунохроматография. Иммунохроматографическая тест-система представляет собой мультимембранный композит (тест-полоску) с предварительно нанесенными реагентами, позволяющими на основании взаимодействия антиген-антитело выявлять определенное соединение. Контакт с анализируемой пробой непосредственно инициирует движение фронта жидкости вдоль тест-полоски, специфические взаимодействия и связывание маркеров, детектируемое как окрашивание определенных зон тест-полоски.

Проведен цикл исследований по разработке иммунохроматографических тестов для детекции антибиотиков и их метаболитов в объектах окружающей среды, сельскохозяйственной продукции и продуктах питания. Изучено влияние на пределы обнаружения низкомолекулярных экотоксикантов концентраций и состава конъюгатов гаптен-белок и антитела-коллоидное золото, условий иммобилизации конъюгатов на мембранных носителях, свойств мембранных носителей. На основании разработанных подходов изготовлены тест-системы для определения антибиотиков – левомицетина, стрептомицина, тетрациклина, бета-лактамов, фторхинолонов – и их метаболитов. Тест-системы позволяют детектировать до 10 нг/мл антибиотиков при визуальной и до 20 пг/мл при приборной детекции (см. таблицу); продолжительность анализа не превосходит 10 мин.

Определяемый антибиотик	Предел визуальной детекции, нг/мл	Предел приборной детекции, нг/мл	Рабочий диапазон приборной детекции, нг/мл
Левомецетин	10 нг/мл	0,2 нг/мл	от 0,3 до 5 нг/мл
Стрептомицин	500 нг/мл	15 нг/мл	от 20 до 250 нг/мл
Тетрациклин	10 нг/мл	0,02 нг/мл	от 0,06 до 5 нг/мл
Ампициллин	10 нг/мл	0,3 нг/мл	от 0,5 до 5 нг/мл
Офлоксацин, левофлоксацин	30 нг/мл	0,3 нг/мл	от 0,5 до 10 нг/мл

*Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (соглашение 14.613.21.0040 от 11.11.2015, уникальный идентификатор проекта – RFMEFI61315X0040).*

ОРГАНИЗАЦИЯ МОНИТОРИНГА СОСТАВА ДЫМОВЫХ ГАЗОВ  
В ПРОЦЕССЕ ЭКСПЛУАТАЦИИ ПЕЧЕЙ ПИРОЛИЗА  
*Р.С. Вагапова, С.В. Лапина, Г.С. Ананьева, Е.В. Марянина*  
ПАО «Казаньоргсинтез», 420051, г. Казань, ул. Беломорская 101, clo@kos.ru

Одним из крупнейших промышленных центров России, в котором сосредоточена значительная часть промышленного потенциала Республики Татарстан, является город Казань. Экологическое состояние города определяет насыщенность территории промышленными предприятиями. Источниками загрязнения атмосферы города являются более 100 промышленных предприятий, имеющих около 10000 стационарных источника выбросов. Загрязняющие вещества, выбрасываемые промышленными предприятиями весьма разнообразны и одновременно специфичны для отдельных отраслей. Наиболее крупным предприятием химической отрасли является ПАО «Казаньоргсинтез». Являясь производителем продуктов органического синтеза и полимеров, процесс производства которых оказывает негативное воздействие на окружающую среду, ПАО «Казаньоргсинтез» проводит политику сокращения загрязнения окружающей среды за счет внедрения передовых технологий, рационального использования ресурсов и организации мониторинга воздействия технологических процессов на окружающую среду.

Основными загрязняющими веществами атмосферного воздуха на производстве являются летучие органические соединения, углеводороды, оксид углерода, оксиды азота.

В рамках одного из направлений экологической политики, проводимой ПАО «Казаньоргсинтез», осуществлялся мониторинг состава дымовых газов производства этилена-пропилена. Мониторинг проводился в течение года при различных режимах работы печей пиролиза, в том числе в процессе выжига кокса. Аналитический контроль дымовых газов осуществлялся с применением методов газовой хроматографии и спектрофотометрии. Спектрофотометрически с предварительным концентрированием определялось содержание окислов азота. Применение газохроматографического комплекса с системой различных хроматографических колонок и детекторов позволило определять полный состав дымовых газов: содержание остаточного кислорода, азота, диоксида углерода, продукта неполного сгорания - оксида углерода, несгораемых углеводородов – из одного объема вводимой пробы.

Анализ состава дымовых газов позволил выявить и устранить отклонения от норм режимов работы печей пиролиза, осуществить контроль за полнотой сгорания топлива, подобрать оптимальную концентрацию подаваемого кислорода.

Полученные данные будут использованы для разработки нормативов предельно допустимых выбросов загрязняющих веществ в атмосферу, для разработки методов очистки дымовых газов в целях внедрения системы мероприятий по обеспечению благоприятной окружающей среды г. Казани.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СИСТЕМЫ  
ДВУХ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ БИОСЕНСОРОВ  
В ОПРЕДЕЛЕНИИ НЕКОТОРЫХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ

*Р.М. Варламова, Э.П. Медянцева, Г.Р. Мударисова, Г.К. Будников*

Казанский (Приволжский) федеральный университет,  
Химический институт им. А.М. Бутлерова,  
Россия, 420008, Казань, Кремлевская 18 E-mail: rvarlamo@mail.ru

В настоящее время 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. Очистные сооружения, как правило, не приспособлены для улавливания или разложения, как самих лекарственных средств, так и их метаболитов.

Одно из лекарственных веществ, которое обнаруживается в ряде природных вод - диклофенак (ДФ) – нестероидный противовоспалительный лекарственный препарат, который часто назначают в качестве противовоспалительных и анальгезирующих средств при воспалительных заболеваниях суставов и опорно – двигательного аппарата. Установлено, что ДФ, попавший в водоем токсичен для рыб, он нарушает работу их почек. Этот же эффект наблюдается и у людей, как одно из побочных действий ДФ при его длительном приеме.

Один из современных подходов к анализу лекарственных веществ – использование различных биосенсорных устройств, что обеспечивает необходимую чувствительность и, в отдельных случаях, селективность определений. Оценка изменения каталитической активности ферментов под действием лекарственных препаратов может дать необходимую информацию об их содержании в исследуемых объектах — биологических жидкостях, фармпрепаратах или в природных водах.

Для решения задач совместного определения из одной пробы нескольких соединений или более надежного открытия отдельного соединения в сложной по составу смеси перспективно в настоящее время использование многоэлектродных биосенсоров, в частности биосенсоров на основе нескольких иммобилизованных ферментов, объединенных одной подложкой. Рассмотрена возможность использования системы из двух амперометрических биосенсоров на основе иммобилизованных ферментов разных классов: цистеиндесульфгидразы (ЦДГ) и холинэстеразы (ХЭ) с использованием в качестве первичного преобразователя системы планарных платиновых печатных электродов, для определения противовоспалительного препарата диклофенака из одной пробы.

Изучение действия ДФ на амперометрический биферментный сенсор на основе печатных электродов, в состав биочувствительной части которого входят ХЭ и ЦДГ, показало, что в его присутствии наблюдается уменьшение величины аналитического сигнала, т.е. этот препарат оказывает ингибирующее действие в диапазоне концентраций от  $1 \times 10^{-5}$  до  $1 \times 10^{-11}$  моль/л для биферментного сенсора. Нижняя граница определяемых содержаний  $c_n$  составляет в этих условиях  $9 \times 10^{-12}$  моль/л для предложенного биосенсора. Подобраны рабочие условия определения диклофенака: pH буферного раствора, концентрации субстратов (бутирилтиохолин хлорид (БТХХ), L-цистеин), потенциал регистрации аналитического сигнала.

Степень (процент) ингибирования при действии на фермент – субстратную систему БТХХ – ХЭ составляет от  $61,0 \pm 0,5$  % до  $93,0 \pm 0,9$  %, для системы цистеин – ЦДГ составляет от  $70,0 \pm 0,7$  % до  $92,0 \pm 1,1$  % в изученной области концентраций. Предложенные биосенсоры были опробованы при определении ДФ в модельных растворах морских и на фоне речных вод.

## ХИМИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ В КОНТРОЛЕ СРЕДЫ ОБИТАНИЯ

*А.А. Васильев, А.В. Соколов*

НИИ Курчатовский институт, 123182, Москва, пл. Курчатова, 1 А-A-Vasiliev@yandex.ru

Химические сенсоры в последнее время становятся все более важным инструментом, позволяющим оперативно контролировать как параметры окружающей среды производственных помещений, так и состояние воздуха и воды в жилой зоне. Новые возможности для этого дают современные технологии беспроводной связи, поскольку они позволяют объединить в единую сеть сенсоры, встроенные в смартфоны и другие беспроводные устройства, и оперативно контролировать таким образом состояние среды обитания человека и, что представляется крайне важным, оперативно определять опасные состояния здоровья человека: диабетическую кому, заболевания дыхательных путей, ЖКТ и т.д.

Эти новые потребности привели к тому, что активно развиваются технологии изготовления газовых сенсоров и сенсоров контроля воды, которые характеризуются, в первую очередь, очень низким потреблением энергии, что и делает их применимыми в беспроводных автономных устройствах. Если 10 – 15 лет назад разработка и попытки внедрения таких сенсоров наталкивались на непреодолимое препятствие – неготовность рынка принять газоанализаторы, встроенные в сотовые устройства, то теперь такое применение сенсоров представляется очевидным. Поэтому в последние 2 – 3 года на рынок вышло несколько крупных производителей газовых сенсоров, изготавливаемых на основе кремниевой МЭМС технологии (технологии микроэлектромеханических систем): японская Figaro Inc., австрийская AMS (в недавнем прошлом – немецкая Applied Sensors), швейцарская SGX, английская Cambridge CMOS. Эти компании наращивают в настоящее время производство полупроводниковых и термокаталитических сенсоров, измеряющих концентрации горючих и токсичных газов, потребляя при этом для нагрева до рабочей температуры мощность, не превышающую нескольких милливатт. О начале производства в 2017 году сотовых устройств с газовыми сенсорами заявила компания Apple. В результате, в близком будущем мы будем свидетелями принципиального изменения технологии непрерывного контроля среды обитания.

Эти сенсоры производятся в достаточно большими партиями – порядка нескольких миллионов штук в год. Причиной того, что их не делают в еще больших количествах, являются особенности используемой сейчас кремниевой технологии, которая имеет ограничения по рабочей температуре и не позволяет производить сенсоры для селективного детектирования метана, CO, водорода и ряда других, крайне важных газов.

В России сложилась уникальная ситуация. Разработаны принципиально новые подходы к производству сенсоров для беспроводных устройств. Созданы сенсоры на основе керамических МЭМС, а также появились возможности для изготовления высокотемпературных микроэлектронных устройств с помощью аддитивных технологий - струйной и аэрозольной печати чернилами, содержащими наночастицы функциональных материалов: металлов (золота, платины, серебра), полупроводников (оксидов олова, цинка, меди, титана), углеродных материалов и т.д. Применение этих технологий даст возможность в 2016 году получить партии газовых сенсоров с характеристиками, позволяющими применять такие сенсоры в беспроводных устройствах, при этом керамические технологии свободны от ограничений кремниевой технологии, они позволяют использовать высокие технологические (до 1000<sup>0</sup>С) и рабочие (до 500<sup>0</sup>С) температуры и детектировать все практически важные газы.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ИДЕНТИФИКАЦИИ ЛЕЙКОЦИДИНА  
В СТОЧНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ  
ХРОМАТОГРАФИИ В СОЧЕТАНИИ С МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЕЙ  
ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

*К.Ю. Васильев, В.Ф. Таранченко, А.В. Аксенов, В.В. Шалабай*  
ФГУП «Научный центр «Сигнал»

Лейкоцидин - бактериальный высокомолекулярный экзотоксин, продуцируемый стафилококками нескольких видов и оказывающий токсическое действие на клетки лейкоцитов. Действие различных видов варьирует от незначительных повреждений структур лейкоцита до полного их лизиса.

Основной метод определения лейкоцидина, связан с потерей способности лейкоцитов восстанавливать (обесцвечивать) метиленовый синий после контакта с токсином. С целью разработки методики идентификации лейкоцитина в пробах сточных вод, проводили подбор условий подготовки проб, оптимизацию хроматографического и масс-спектрального детектирования.

Для идентификации пептидов и белков лейкоцидина применялся метод "скорострельной" протеомики с использованием предварительного ферментативного расщепления. Ввиду низких содержаний целевых компонентов в пробах воды, для повышения чувствительности метода анализа, предварительно проводили концентрирование в токе инертного газа (азота). Полученный экстракт обрабатывали раствором фермента трипсина.

Идентификацию аналитов проводили методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением масс-спектрометрии высокого разрешения. Подбор условий инструментального метода анализа пептидных токсикантов реализован для системы, состоящей из жидкостного хроматографа модели UltiMate 3000 RSLC фирмы «Dionex» и масс-спектрометрического детектора Q-Exactive фирмы «ThermoScientific» с электрораспылительной ионизацией при атмосферном давлении и регистрации отрицательных/положительных ионов. Хроматографическое разделение проводили в режиме обращенно-фазового градиентного элюирования на колонке HYPERSIL GOLD aQ длиной 150 мм и внутренним диаметром 2,1 мм, размером сорбента 3,0 мкм.

Идентификацию целевых соединений проводили с использованием программного обеспечения фирмы «Bioinformatic Solution Inc.» PeaksStudio 6.0, оснащенного протеомными базами данных «SwissProt» и «UniProt».

Применение представленного подхода, сочетающего преимущества масс-спектрометрии высокого разрешения и жидкостной хроматографии, позволило достоверно идентифицировать 5 пептидов [1], характерных для белковой структуры лейкоцидина. Исследования показали высокую воспроизводимость и относительную точность определения значений  $m/z$  ( $\Delta m/z < 1$  ppm).

1. *Pédelacq J.-D., Maveyraud L., Prévost G., Baba-Moussa L., González A., Courcelle E., Shepard W., Monteil H., Samama J.-P., Mourey L.* The structure of a *Staphylococcus aureus* leucocidin component (LukF-PV) reveals the fold of the water-soluble species of a family of transmembrane pore-forming toxins, *Structure* 1999, Vol. 7, № 3, 277-286.

## ПРОБЛЕМЫ ОБЪЕКТИВНОЙ ОЦЕНКИ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ ОДНОТИПНЫХ ПОЛЛЮТАНТОВ

*В.И. Вершинин*

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

По оценкам специалистов, суммарное содержание однотипных аналитов определяют в 20 % анализов. В экологическом мониторинге доля таких анализов еще выше, что объясняется многочисленностью индивидуальных поллютантов и невозможностью (а зачастую и нецелесообразностью) массового контроля индивидуальных содержаний. Суммарное содержание ( $C_{\Sigma}$ ) однотипных поллютантов (фенолов, углеводородов, поверхностно-активных веществ, тяжелых металлов и т.п.) обычно находят спектрометрическими методами по стандартным методикам, не требующим разделения аналитов. Как правило,  $C_{\Sigma}$  выражают в пересчете на эмпирически выбранное стандартное вещество ( $X_{ст}$ ), в виде интегрального показателя (фенольный индекс, углеводородный индекс, ХПК и другие ИП). К сожалению, аналитики не учитывают возникающие при этом методологические и метрологические проблемы, а систематические исследования в этой области проводятся редко. В докладе будут рассмотрены следующие проблемы.

1. При заданном значении ИП токсичность некоторой смеси однотипных поллютантов непредсказуема, поскольку зависит от природы и соотношения компонентов смеси, имеющих разные ПДК. Поэтому правомерность применения нормативных значений  $C_{\Sigma}$  (аналогичных ПДК индивидуальных веществ) вызывает серьезные сомнения.

2. Состав группы совместно определяемых аналитов зависит от методики измерения интегрального показателя и не совпадает с составом группы поллютантов, объединенных по структурным и функциональным критериям, или источнику выброса.

3. Выражение  $C_{\Sigma}$  в пересчете на стандартное вещество метрологически некорректно и ведет к высокой неопределенности результата анализа. Так, фенольный индекс сточной воды может на порядок отличаться от действительного содержания фенолов в пробе. Объективно судить об относительной загрязненности разных водоемов по величине ИП можно лишь в тех редких случаях, когда состав смесей аналитов во всех водоемах одинаков либо все аналиты определяются с одинаковой чувствительностью.

Способы объективной оценки  $C_{\Sigma}$  в последние годы стали предметом исследований омских аналитиков. Изучены источники погрешности оценки  $C_{\Sigma}$  применительно к разным группам аналитов и разным методам измерения аналитического сигнала. Как будет показано в докладе, основной причиной неопределенности суммарного содержания однотипных аналитов в пересчете на  $X_{ст}$  являются различия удельных (или молярных) коэффициентов поглощения аналитов [1]. Предложены способы нивелирования этих коэффициентов (многоволновая спектрометрия, многомерные градуировки) [2]. Другими причинами могут быть неаддитивность аналитических сигналов, неверный выбор  $X_{ст}$ , неполнота выделения группы аналитов, влияние посторонних веществ. Предложены способы прогнозирования и снижения соответствующих погрешностей. Создан новый способ определения  $C_{\Sigma}$ , не требующий пересчета сигнала на стандартное вещество (интервальные оценки) [3]. Разработаны новые методики анализа природных и сточных вод (например, [4]), существенно более точные, чем стандартные.

1. *Vershinin V.I.* / *Talanta*. 2015. V.131. - P.293.

2. *Vershinin V.I., Petrov S.V.* / *Talanta*. 2016. V.148. -P. 163.

3. *Вершинин В.И., Исаченко Н.А., Бриленок Н.С.* / *ЖАХ*. 2016. Т.71, № 4. - С.369.

4. *Вершинин В.И., Антонова Т.В., Видимкина Ю.А.* / Патент РФ № 255 33322 (201).

## ЭКСПРЕССНАЯ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В СИЛЬНО ЗАГРЯЗНЕННЫХ ВОДАХ

*В.И. Вершинин, А.В. Мамонтова, С.В. Усова, О.А. Казакова, П.А. Бурюкина*  
Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского, 644077, Омск, Мира, 55а

Контроль состояния водоемов включает экстракцию углеводородов (УВ) и ИК-спектрометрическое определение их суммарного содержания в экстракте, в пересчете на стандартное вещество. Результат анализа - интегральный показатель «нефтепродукты» (НП, ТРН) довольно близок к суммарному содержанию УВ, погрешность оценки  $C_{\Sigma}$  обычно не превышает 50 % [1]. Однако ни одна из стандартных методик такого типа не позволяет выявить и оценить уровень загрязнения водоемов наиболее токсичными УВ – аренами и полиаренами. Суммарное содержание аренов ( $C_{\Sigma Ar}$ ) особенно важно определять в сточных водах, так как при одинаковом значении НП опасность стоков разного типа может различаться во много раз. Очевидно, кроме показателя НП, следовало бы оценивать и  $C_{\Sigma Ar}$ . Это легко сделать УФ-спектрометрическим методом, используя в качестве стандартного вещества толуол. Определяя новый интегральный показатель («ареновый индекс»), следует учесть, что арены экстрагируются хуже других УВ, а  $C_{\Sigma Ar} < C_{\Sigma}$ . Можно применять и другие методы анализа экстракта, но коэффициенты поглощения аренов в ИК-области слишком малы, а ГЖХ-анализ экстрактов слишком длителен и требует применения специальных компьютерных программ или селективных детекторов для надежного выявления хроматографических пиков, принадлежащих именно аренам.

Разработанная в ОмГУ экстракционно-спектрометрическая методика позволяет определять ареновый индекс на уровне не ниже 5 ПДК (по толуолу). Длительность анализа единичной пробы – менее 1 ч. Обобщенный аналитический сигнал аренов, измеренный при 254 нм, аддитивен и хорошо воспроизводим ( $s_r < 2\%$ ). Удельные коэффициенты поглощения разных аренов при 254 нм различаются в меньшей степени, чем при других длинах волн. Поэтому оценка суммарного содержания аренов в их модельных смесях в пересчете на толуол приводит к погрешностям, не превышающим 20% отн. [2]. Применение многоволновой спектрометрии и многомерных градуировок дополнительно снижает погрешность анализа, хотя и не так эффективно, как при ИК-спектрометрическом определении всех УВ [3]. Основным источником систематических погрешностей при определении суммы аренов в водах по предлагаемой методике являются потери, вызванные неполнотой экстракционного извлечения аренов (45-55%). Эту составляющую общей погрешности можно исключить при построении градуировочного графика по водным растворам, содержащим известные количества аренов. Наложение сигналов аренов и окисленных ароматических соединений, в частности фенолов может быть исключено путем сорбционной очистки экстракта. Потери аренов за счет сорбции на  $Al_2O_3$  не превышают 10% отн. Результаты проведенных исследований позволяют рекомендовать новый показатель («ареновый индекс») для оценки суммарного содержания ароматических углеводородов в сточных водах. Методика апробирована в анализе очищенных сточных вод нефтеперерабатывающего предприятия. Правильность результатов анализа подтверждена методом «введено-найдено».

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 16-43-550479), а также Минобрнауки (государственное задание № 2014/147 за 2016 г.г., проект 2436).*

1. Кленкин А.А., Павленко Л.Ф., Темердашев З.А. / Зав. лаборатория. 2007. 73(2), 31.
2. Verшинin V.I. / Talanta. 2015. V. 131. - P.293.
3. Verшинin V.I., Petrov S.V. / Talanta. 2016. V. 148. - P. 163.

КОНТРОЛЬ СТАБИЛЬНОСТИ РАБОТЫ ЗОЛОТОГО ЭЛЕКТРОДА  
ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ Se(IV) И As(III) В ПИТЬЕВЫХ ВОДАХ  
ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

*И.П. Витер, А.И. Каменев*

Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова,  
119991 Москва, Ленинские горы д.1, стр.3 E-mail: ip\_viter@mail.ru

Содержание Se(IV) и As(III) в питьевых водах нормируется и подлежит обязательному контролю. Инверсионная вольтамперометрия (ИВ), широко используемая при исследовании экологических объектов [1] является альтернативой различным спектральным методам. К важным достоинствам этого метода относятся: многоэлементность, низкие пределы обнаружения, возможность оценки ионного состава пробы (speciation-анализ), включая измерения в полевых условиях, невысокая стоимость компьютеризированной аппаратуры. Одним из ограничений метода ИВ является взаимное влияние компонентов, концентрируемых на неоднородной поверхности рабочих электродов, и сложность ее регенерации при применении твердых электродов.

Концентрирование на твердых электродах Se(IV), As(III) и некоторых других деполаризаторов проводят в присутствии вспомогательных элементов, например, Cu(II). Аналитические сигналы (АС) получают путем растворения электрохимических концентратов (ЭХК), используя модулированные развертки напряжения. Результаты измерений в ИВ существенно зависят от условий эксперимента, а также от концентрации (состава) фонового электролита и природы вспомогательного элемента, однако литературные данные по этим вопросам противоречивы. Целью работы было получение информации о процессах формирования и растворения ЭХК компонентов системы Se(IV)-As(III)-Cu(II) на золотом электроде для их совместного определения в питьевых водах методом ИВ и оценки стабильности результатов измерений с использованием контрольных карт Шухарта [2]. Контроль стабильности результатов определений с использованием контрольных карт Шухарта может служить для визуального обнаружения динамики работы золотого электрода и средством для оценивания характеристик погрешности результатов измерений.

Для оптимизации условий получения ЭХК и измерений АС предварительно изучили влияние различных факторов (способа подготовки и модифицирования поверхности золотых индикаторных электродов, параметров и вариантов модуляции разверток напряжения, состава фона и концентрационных соотношений деполаризаторов) на АС бинарных и тройной системы, диапазоны линейности градуировочных зависимостей. На основании полученных результатов был предложен алгоритм для совместного определения этих элементов в питьевых водах на уровне их ПДК. Для оценки стабильности работы золотого электрода в условиях предложенного алгоритма провели контрольные измерения 20 образцов для контроля в течение установленного временного периода в условиях внутрилабораторной прецизионности. Были построены соответствующие контрольные карты Шухарта, по которым оценены показатели качества результатов измерений.

1. *A.I. Kamenev, I.P. Viter, K.A. Kovalski, A.V. Tulakin, E.F. Gorshkova.* Stripping voltammetric estimation of water, air and food pollution by heavy metals. International ecologic forum «Environmental and human health». St. Petersburg, 2003. P.103-104.
2. *РМГ 76-2004 ГСИ.* Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

## ТЯЖЕЛЫЕ МЕТАЛЛЫ КАК ИНДИКАТОРЫ ТЕХНОГЕННОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЧВ

*С.С. Воронич, Д.А. Зайцев, О.А. Орловская, Е.Н. Жеребина*

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

Тяжелые металлы уже сейчас занимают второе место по степени опасности, уступая пестицидам и значительно опережая такие широко известные загрязнители, как двуокись углерода и серы. Они широко используются в промышленном производстве, попадают в почву из-за несовершенств систем очистки, с отходами, а также из атмосферы и водной среды и характеризуют широкую группу загрязняющих веществ с атомной массой свыше 40 единиц: V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Mo, Cd, Sn, Hg, Pb, Bi и др. Практически все металлы, попадающие под это определение (за исключением свинца, ртути, кадмия и висмута, биологическая роль которых на настоящий момент не ясна), активно участвуют в биологических процессах и входят в состав многих ферментов.

Самыми мощными поставщиками отходов, обогащенных металлами, являются предприятия по выплавке и переработке цветных металлов (алюминиевые, глиноземные, медно-цинковые, свинцово-плавильные, радиотехнические, электротехнические, приборостроительные, гальванические и пр.). В их пыли и отвалах концентрация Pb, Zn, Bi, Sn может быть повышена по сравнению с литосферой на несколько порядков (до 10-12), Cd, V, Sb – в десятки тысяч раз, Cd, Mo, Pb, Sn, Zn, Bi, Ag – в сотни раз. Они обогащены ртутью, в них повышено содержание W, Cd, Pb.

Другие источники поступления тяжелых металлов – это традиционные (фосфаты) и нетрадиционные удобрения, ядохимикаты, биоциды, стимуляторы роста растений и структурообразователи, а также техногенные промышленные выбросы, формирующие в приземном слое атмосферы в зависимости от расстояния, климатических условий (сила и направление ветров), рельефа местности, технологических факторов (состояние отходов, способ поступления отходов в окружающую среду, высота труб предприятий) повышенные концентрации V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Mo, Cd, Sn, Hg, Pb, Bi.

В докладе представлены собственные авторские исследования содержания и распределения основных тяжелых металлов в городских почвах (на примере Москвы), описаны методы получения информации, методики выполнения измерений и основное аналитическое оборудование. В нем, в частности, особое внимание уделяется пробоотбору и основному проботборному оборудованию, правильности выбора месторасположение точек исследования, методам первичной обработки отобранных почвенных проб (сушке, дроблению и удалению крупных включений, просеиванию, делению с помощью механического делителя или вручную методом квартования и перемалыванию), оказывающих существенное влияние на конечный результат работы.

# ОБЗОР АЛЬТЕРНАТИВНЫХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ВОДАХ

*А.М. Воронцов, М.Н. Никанорова*

Балтийский институт экологии, политики и права,  
199034, г. Санкт-Петербург, 18-я линия В.О., д. 3

Суммарное содержание в природных, сточных и технологических водах растворенного органического вещества (РОВ), определяемое обычно по общему органическому углероду (ООУ) или как химическое и биологическое потребление кислорода (ХПК и БПК), служит важнейшим критерием качества вод, а соотношение в природных водах легкоокисляемого и трудноокисляемого РОВ (ЛОВ/ТОВ) — критерий степени антропогенной нагрузки на водоемы и водотоки.

В таблице представлены известные к сегодняшнему дню методы определения интегральных показателей содержания РОВ и обобщенных показателей свойств РОВ с указанием принципов, положенных в их основу. Заметна тенденция к диверсификации принципов, что говорит об активном поиске удобных аналитических процедур.

Методы, перечисленные в строках 7, 10...15, интересны тем, что могут быть особенно легко автоматизированы при измерении показателей в потоке пробы.

№	Принцип	Метод определения РОВ	Примечания
1	Химическая деструкция	Определение ХПК по бихроматной окисляемости	Широко применяется
2		Определение ЛОВ по перманганатной окисляемости	Широко применяется
3	Биодеструкция	Определение ЛОВ по критериям БПК <sub>2</sub> , БПК <sub>5</sub> , БПК <sub>полн.</sub>	Широко применяется
4	Термодеструкция	Определение ООУ по выделению CO <sub>2</sub>	Широко применяется
5		Определение ООУ по убыли O <sub>2</sub> (окситермография)	Зуев Б.К., Филоненко В.Г., 2001
6	Потенциометрия	Определение ХПК с диоксидом церия	Дугин Г.В., Писаревский А.М., Полозова И.И., 1985
7		Определение ХПК с помощью системы ИСЭ («Электронный язык»)	Кирсанов Д.О., 2010
8	Фотокаталитическое окисление	Определение ООУ в системе «бихромат-УФ-диоксид титана»	Matthews R.W., Abdu-llah M., Low G.K.-C., 1990
9		Определение ХПК в системе «бихромат-УФ-диоксид титана»	Ai S.Y., Li J.Q., Yang Y., 2004г. Кельина С.Ю., Дедков Ю.М., 2015.
10		Определение ХПК с помощью ПИА при фотолизе РОВ на диоксиде титана	Kim Y.C., Sasaki S., Yano K., 2001
11		Определение ХПК с помощью ионной хроматографии при фотолизе РОВ на диоксиде титана	Гурский В.С., 2012
12	Фотометрия	Определение ХПК по его корреляции с оптической плотностью в УФ-части спектра	Bourdon F., Jestin I.-M., Povarini P., 1986
13	Хемилюминесценция	Определение ХПК по его корреляции с интенсивностью хемилюминесценции при озонолизе РОВ	Воронцов А.М., Никанорова М.Н., 1996
14		Определение ЛОВ/ТОВ методом логарифмической экстраполяции кинетической кривой реакции озонолиза РОВ	Воронцов А.М., Никанорова М.Н., 2000
15		Определение ЛОВ/ТОВ последовательным окислением РОВ пероксидом водорода и озоном («озоно-пероксидный индекс»)	Воронцов А.М., Никанорова М.Н., 2014

## ТЕСТ-ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ НЕКОТОРЫХ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ

*М.К. Габидулина, И.В. Косырева, С.Ю. Доронин*

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

410012. Россия, г. Саратов, ул. Астраханская, 83, I корпус, Тел.: (88452)516960,

E-mail: gabidulina.92@mail.ru

В последнее время возрастает интерес к получению аналитической информации не по отдельным показателям качества того или иного объекта окружающей среды, а интегральных характеристик. Так, например, в природных водах принципиально важно на предварительной стадии химического анализа оценить превышен ли уровень ПДК суммарного содержания тяжелых металлов (ТМ). Постановка такого вопроса дает перспективу для разработки и создания простых и экспрессных вариантов определения суммы ТМ, в частности тест-методов. Применение последних в режиме «on site» сразу позволяет дать ответ: токсична или нет вода природного происхождения; если «нет» - то отсутствует и необходимость селективного и высокочувствительного определения конкретных ТМ с привлечением дорогостоящего оборудования.

Для вышеуказанной цели нами предложены, среди многообразия применяемых для определения ТМ тест-средств, индикаторная бумага на основе целлюлозной матрицы. Выбор реагента (8-оксихинолин), иммобилизованного на указанную матрицу, обусловлен рядом факторов: 1) отсутствием специфического взаимодействия ионов ТМ в фиксированном интервале pH; 2) узким интервалом длин волн ( $\Delta\lambda \leq 30$  нм) образования комплексов (визуальная идентичность окраски); 3) малой растворимостью в воде как самого реагента, так и его комплексов с ТМ; 4) возможностью влиять на характер образования 8-оксихинолинов ТМ растворами ионогенных ПАВ – как модификаторов реакции комплексообразования.

Индикаторную бумагу получали обработкой фильтров разной пористости растворами 8-оксихинолина в присутствии и отсутствие ПАВ (додецилсульфат натрия, цетилпиридиний хлорид) при варьировании концентрации реагента и ПАВ, температуры высушивания, последовательности обработки фильтров, pH, соотношения реагент:ПАВ. Предварительно спектрофотометрически исследованы реакции взаимодействия ионов металлов ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ) с 8-оксихинолином в присутствии и отсутствие ПАВ при варьировании: концентрации реагентов и ПАВ, соотношения реагент-ПАВ, pH. Оптимизированы условия получения 8-оксихинолинов исследуемых ТМ. Показано, что ионогенные ПАВ способны понижать растворимость таких комплексов, что имеет принципиальное значение для снижения пределов обнаружения ионов ТМ и устойчивости аналитических форм, образующихся на целлюлозной матрице. С помощью спектроскопии диффузного отражения показано аналогичное комплексообразование в системе иммобилизованный реагент – ТМ ( $\lambda_{\text{max}}$  в растворе и на бумажном носителе лежит в диапазоне 360-390 нм).

Для количественной оценки индивидуального и суммарного содержания ТМ, полученные индикаторные бумаги, оцифровывали с применением сканер-технологии и обрабатывали при помощи программы Adobe Photoshop CS5. Необходимую часть изображения усредняли до 1 пикселя и оценивали его цветность в стандартных единицах цветности R, G, B. Получены градуировочные зависимости цветометрических характеристик от логарифма концентрации каждого из исследуемых ионов металлов, которые позволили получить интегральную зависимость соответствующего параметра цветности от суммарного содержания ТМ. Полученные тест-средства апробированы на природной воде из реки Волга в районе города Саратова, даны рекомендации практического их применения.

## РОБОТИЗИРОВАННАЯ ИММУНОХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ СИСТЕМА ОБНАРУЖЕНИЯ ОПАСНЫХ ИНФЕКЦИЙ

*П.П. Гладышев, Д.В. Крыльский, С.А. Гуцин, О.С. Моренков,  
А.А. Васильев, В.В. Врублевская, С.В. Дежуров, С.А. Ибрагимова*

Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования  
Московской области «Университет «Дубна»,  
141980, Московская обл., г. Дубна, ул. Университетская, 19.

Экологический анализ предполагает комплексный подход к оценке экологической ситуации. Для анализа состояния окружающей природной среды применяют систему экологических показателей, которая кроме химических, физических и биологических показателей включает наличие патогенных агентов. Окружающий нас мир характеризуется большим химическим и биологическим разнообразием. Определение на этом фоне целевых ингредиентов чаще всего является не простой задачей, в связи чем инструментальная база экологического контроля и мониторинга постоянно развивается. В работе рассматривается возможность применения в экологическом контроле развиваемой авторами новой аналитической платформы и техники двухуровневой иммунохроматографической диагностики особо опасных и резистентных инфекций (ИДОРИ) [1]. В основе концепции ИДОРИ лежит основанный на протеомных технологиях метод иммунохроматографического анализа (ИХА). Первый уровень диагностики осуществляется по месту забора пробы и имеет ограниченный уровень автоматизации. Второй уровень диагностики реализуется в стационарных лабораторных условиях и предназначен для проведения массового анализа и отличается роботизацией аналитических процессов. В обоих уровнях диагностики максимально используются единые стандартные подходы, протоколы, реагенты и расходные материалы. ИДОРИ — модульная конфигурируемая платформа для определения специфических патогенных объектов. Исследования отобранных образцов выполняются одним оператором, и полученные результаты передаются и хранятся в едином банке данных диагностической информации.

При всей простоте применения иммунохроматографических тестов механизм реализации анализа достаточно сложен и включает ряд гомогенных и гетерогенных реакций в неравновесном проточном режиме с участием нанодисперсных носителей [2]. В ИДОРИ в качестве флуоресцентных меток используются коллоидные точки (КТ), флуоресцирующие в ближней ИК области спектра. Достоверность результатов обеспечивается автоматической детекцией комплексов аналита с тест-специфичными белками. Использование в качестве флуоресцентных меток КТ, совершенствование технологий получения высокочувствительных и специфических антител и конъюгатов антител с КТ, а также высокочувствительная техника обнаружения комплексов «антиген-антитело», позволяют разработать новую роботизированную технику клинической диагностики и контроля объектов окружающей среды.

1. П.П. Гладышев, А.А. Васильев, О.С. Моренков и др. Аналитическая платформа иммунохроматографической двухуровневой диагностики опасных и резистентных инфекций на основе протеомных технологий // Современная медицина: актуальные вопросы / Сб. ст. по материалам IМеждународ. науч.-практ. конф. № 1 (45). Новосибирск: Изд. АНС «СибАК», 2016. С. 22-48.
2. С.С. Голубев, Б.Б. Дзантиев и др. Метод калибровочных кривых для иммунохроматографических экспресс-тестов. Ч.1. Иммунохроматографические тесты с коллоидным золотом // Метрология. - 2012. - № 10. - С. 14-29.

*Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда в рамках гранта №15-19-00229.*

СОРБЦИОННО-ВЭЖХ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ И ЕЕ  
ЭФИРОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УГЛЕРОДНЫХ СОРБЕНТОВ: СХЕМЫ  
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СУБКРИТИЧЕСКОЙ ВОДЫ

*Е.Н. Гончарова, И.П. Семенова, М.А. Статкус, Г.И. Цизин*

Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова,  
химический факультет, Россия, Москва, Ленинские горы, 1, 119234

Чувствительность и селективность обращенно-фазной ВЭЖХ могут быть повышены за счет предварительного сорбционного концентрирования. При on-line сочетании сорбция, десорбция и определение объединены в одном непрерывном цикле анализа: поток десорбирующего раствора доставляет вещества в хроматографическую колонку, где происходит их разделение. Однако наряду с увеличением чувствительности определения за счет концентрирования наблюдается увеличение ширины пиков на хроматограмме и ухудшение разрешения за счет «несовместимости» растворителей, используемых для десорбции и разделения.

Для решения этой проблемы нами предложено использовать субкритическую воду (нагретую свыше 100 °С под давлением в несколько десятков атмосфер) в качестве десорбирующего раствора. С использованием этого подхода разработана методика определения фталевой кислоты и ее эфиров в водах, включающая концентрирование аналитов на пористом графитированном углеродном сорбенте Nupercarb, десорбцию субкритической водой в динамическом режиме при температурах 150 – 200 °С и давлениях 30 – 60 атмосфер, фокусирование аналитов на начальном участке ВЭЖХ колонки с октадецилсиликагелем, элюирование смесью ацетонитрил-вода и спектрофотометрическое детектирование.

Для выбора условий десорбции было необходимо изучить устойчивость аналитов к гидролизу в субкритической воде. Установлено, что выбранные фталаты – моно- и ди- метилфталаты, моно- и ди- этилфталаты, монобутилфталат, монобензилфталат, моно-циклогексилфталат и моно-*s*-октилфталат – в разной степени термостабильны и десорбируются по-разному. Так при увеличении температуры десорбции увеличивается степень гидролиза монобутилового, моно-циклогексилового, моноэтилового, монометилового эфиров фталевой кислоты. Диметиловый и диэтиловый эфиры фталевой кислоты количественно десорбируются субкритической водой уже при 150 °С, увеличение температуры не приводит к увеличению степени гидролиза. Для монобензилфталата и моно-*s*-октилфталата предложенный подход не подходит, так как первый уже при 150 °С гидролизует более чем на 50%, а последнему для десорбции недостаточно и 200 °С.

На основании данных по устойчивости аналитов были выбраны условия десорбции субкритической водой фталевой кислоты и ее монометилового, моноэтилового, монобутилового, монобензилового эфиров: минимальный необходимый объем (5 мл), скорость потока (0,5 мл/мин) и температура воды (150 °С). Сопоставлена ширина пиков концентрата при десорбции субкритической водой с шириной пиков концентрата при десорбции смесью ацетонитрил-вода и с шириной пиков при прямом определении. При десорбции субкритической водой ширина пиков в 2 – 3 раза меньше, чем при десорбции классическим способом (смесью ацетонитрил-вода) и сопоставима с шириной пиков при прямом определении.

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАТЕХОЛАМИНОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ МЕТОДАМИ ОПТИЧЕСКОЙ МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАНОСТЕРЖНЕЙ ЗОЛОТА

*М.В. Горбунова, М.А. Баранова, В.В. Апяри,  
А.В. Гаршев, С.Г. Дмитриенко, Ю.А. Золотов*

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, 119991, Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 3, ГСП-1, masha13\_1992@mail.ru

Катехоламины попадают в окружающую среду прежде всего со сточными водами и твёрдыми отходами фармацевтических предприятий или из других источников. В связи с этим необходима разработка методов определения таких веществ. Одним из направлений создания новых методов является использование наночастиц, характеризующихся наличием поверхностного плазмонного резонанса (ППР). Интерес, в частности, представляют нанобъекты несферической формы, например наностержни (НСт) золота, характеризующиеся наличием нескольких полос ППР. Существующая корреляция между составом поверхностного слоя, геометрическими размерами НСт и их спектром ППР обеспечивает возможность разработки принципиально новых способов спектрофотометрического определения различных соединений, способных прямым или косвенным образом вызывать изменение этих параметров. Наряду с наночастицами как таковыми, перспективным представляется создание и изучение нанокompозитных материалов на их основе, которые зачастую позволяют решить проблему стабилизации наночастиц, а также выгодно отличаются по своим эксплуатационным и химико-аналитическим характеристикам.

Цель данной работы заключалась в изучении возможности использования НСт золота, а также композитного материала на основе пенополиуретана (ППУ) и НСт золота для определения катехоламинов в водных средах методами оптической молекулярной спектроскопии.

Установлено, что в результате взаимодействия катехоламинов с нитратом серебра в присутствии НСт золота происходит восстановление ионов серебра и формирование оболочки серебра на поверхности НСт, что проявляется в гипсохромном сдвиге длинноволнового максимума в спектре поглощения НСт и изменении окраски раствора. Разработан способ спектрофотометрического определения добутамина, адреналина, норадреналина и допамина с использованием НСт золота, основанный на зависимости величины сдвига длинноволнового максимума от концентрации катехоламина в растворе. Пределы обнаружения составили 27, 18, 16 и 13 мкг/л соответственно. Изучено влияние аминокислот, органических и неорганических ионов на определение катехоламинов.

Изучена сорбция НСт золота на ППУ из водного раствора и предложен простой способ получения нанокompозитного материала с поверхностным плазмонным резонансом на основе ППУ и НСт золота путём сорбционного модифицирования ППУ. Исследовано влияние катехоламинов и ионов серебра на оптические характеристики полученного нанокompозитного материала. Установлено, что в присутствии 1 мМ  $\text{AgNO}_3$  происходит bathochromный сдвиг максимумов ППР НСт в фазе пенополиуретана, последующее добавление катехоламина в среде глицинового буферного раствора приводит к гипсохромному сдвигу полос ППР, что обусловлено формированием слоя серебра на поверхности НСт. С использованием спектроскопии диффузного отражения разработан способ определения катехоламинов, основанный на корреляции величины сдвига коротковолнового максимума ППР с концентрацией катехоламина в растворе.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 14-23-00012).*

## ОПЫТ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВЫХ МЕТАЛЛОВ В МОРСКОЙ ВОДЕ

*В.В. Гордеев*

ФГБУН Институт океанологии им. П.П. Ширшова Российской Академии Наук,  
117997, г. Москва, Нахимовский просп., 36

Морская (океанская) вода представляет собой очень трудный объект для определения микроэлементов в связи, во-первых, со сложной матрицей, и, во-вторых, из-за исключительно низких концентраций многих элементов (менее  $10^{-6}$ – $10^{-9}\%$ ).

Известный морской геохимик Джон Эдмонд (J. Edmond, MIT, USA) заявил в 1981г., что «данные по следовым металлам в океанской воде, опубликованные до 1973г., практически полностью ошибочны».

Усилия морских химиков по улучшению методик отбора и определения металлов, новые методы анализа (ААС, ICP и др.), а также многочисленные международные интеркалибрации изменили ситуацию к середине 70-х годов прошлого столетия. Были установлены принципы, позволяющие отделить достоверные результаты от ошибочных («oceanographic consistency»):

- 1) вертикальные профили в океане должны быть сглаженными, без резких выбросов;
- 2) должна быть положительная корреляция с другими элементами, у которых те же механизмы контроля (например, с биогенными элементами P, N, Si);
- 3) приемлемая сходимость результатов интеркалибраций.

Доклад посвящен обобщению многолетнего собственного опыта определения микрометаллов в океанской и морской воде, критической оценке различных применявшихся методик и аналитических приборов и краткому изложению результатов последних работ по некоторым морям России.

Уже первые экспедиции автора в Тихий океан на борту крупных исследовательских судов в 70-х годах прошлого века («Витязь», «Академик Курчатов», «Дмитрий Менделеев» и др.) убедили, что работы по определению металлов в морской воде целесообразно проводить непосредственно в судовых условиях, что снимает проблему хранения образцов до анализа.

В первых рейсах использовались две системы жидкостной экстракции: АПДК–МИБК и ГМДТК–ГМА–БА, а также соосаждение с гидроокислами Fe, Mn, Al. Применяли пламенный АА спектрофотометр «Сатурн». Результаты оказались мало приемлемыми. В последующих экспедициях требовались определения  $Mn_{раств.}$  в придонных водах для выявления аномалий под влиянием гидротермальных выходов на дне. Два метода дали хорошие результаты: ААС с вольфрамовым атомизатором «Спираль–5» (В.В.Гордеев, В.Б.Атнашев) после экстракции хлороформом и проточно-инжекционный анализ (И.Я. Колотыркина). Хорошие результаты для других металлов (Cu, Zn, Ni и др.) дало применение нового тогда экстрагента ДЭТАТА (Г.И. Цизин).

В середине 80-х годов мы использовали уникальный лазерный фотоионизационный спектрометр ЛАФИС для определения растворенного золота и других металлов платиновой группы. Концентрации  $Au_{раств.}$  в водах Норвежского моря были на уровне 100 фг моль/л (0,002–0,02 нг/л), т.е. на 2 порядка ниже существовавших тогда оценок, наши результаты были близки только к данным из [Goldberg, 1987; Falkner, Edmond, 1990].

Лабильные формы Cu, Zn, Pb и Cd измерялись нами в водах Карского моря [Кравцов и др., 1994] методом ИВА с использованием амальгамированного серебряного индикаторного электрода.

В последние десятилетия широко применяется ИСП–МС. Хотя матричный эффект обычно для этого метода менее важен, чем для других методов атомной спектроскопии, концентрирование металлов и отделение их от матрицы является важным звеном аналитической процедуры и в этом методе.

КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ КАДМИЯ, СВИНЦА, ХРОМА, ВИСМУТА И БЕРИЛЛИЯ  
В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ НА УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБКАХ В СОЧЕТАНИИ С  
АТОМНО-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

*С.С. Гражулене, Г.Ф. Телегин, Н.И. Золотарёва, З.К. Мильникова*

ФАНО РОССИИ

*Федеральное Государственное бюджетное Учреждение Науки Институт проблем  
технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской Академии Наук  
(ИПТМ РАН)*

142432, г. Черноголовка Московской обл., ул. Академика Осипьяна, д. 6,

E-mail: zol@iptm.ru

Для определения токсичных и жизненно важных элементов в природных водах широко используются простые и экономичные методы спектрального анализа в сочетании с эффективными сорбционными методами концентрирования. В качестве сорбентов привлекательны углеродные нанотрубки (УНТ), перспективность применения которых к настоящему времени продемонстрирована в различных работах /1/. Сорбенты на основе УНТ интенсивно исследуются благодаря высокой сорбционной ёмкости, быстрой кинетике массообмена, полноте сорбции и десорбции, лёгкости регенерации, что позволяет с успехом использовать их как в аналитике, так и для очистки различных технологических сред, а также защиты окружающей среды.

Представленная работа посвящена исследованию возможностей УНТ, полученных при оптимальных условиях синтеза, и окислительно функционализированных обработкой конц.  $\text{HNO}_3$ , для извлечения/концентрирования и определения Be, Bi, Cd, Cr и Pb в водных растворах. Найдены оптимальные условия концентрирования элементов на УНТ для последующего анализа концентрата в виде элюата методом атомно-абсорбционного анализа (ААА) или в виде твердой фазы - извлечённой из колонки УНТ - дуговым атомно-эмиссионным методом анализа (АЭС). Исследована сорбция элементов в зависимости от концентрации растворов, pH, температуры модификации образцов УНТ. Приведены сорбционные характеристики по сравнению с другими традиционными сорбентами. Продemonстрирована высокая степень концентрирования (200-300) и полнота извлечения элементов (выше 95%). Получены более низкие пределы определения (0,02-0,7 нг/мл), Правильность определений подтверждена методом «введено-найдено» и сравнением результатов ААА и АЭС методов. По разработанным методикам выполнены анализы образцов природных вод водоёмов Черноголовки, а также донных осадков.

1. Гражулене С. С., Редькин А. Н. // В кн. Сорбенты на основе углеродных нанотрубок. Нанообъекты и нанотехнологии в химическом анализе. Под ред. С.Н.Штыкова. М., Наука, 2015, с. 375-425.

## СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ КАЧЕСТВА ВОДЫ УГЛИЧСКОГО ВОДОХРАНИЛИЩА ПО ДАННЫМ МОНИТОРИНГОВЫХ НАБЛЮДЕНИЙ

*И.Л. Григорьева\*, И.А. Лупанова\*\*, С.А. Крутенко\*\**

\*Иваньковская НИС Федерального государственного бюджетного учреждения науки  
Институт водных проблем РАН, 171251, Тверская область, г. Конаково, ул.

Белавинская 61А;

\*\* Федеральное государственное учреждение "Управление эксплуатации Угличского  
водохранилища", 152611, Ярославская область, г. Углич, Кашинское шоссе, 65А

Угличское водохранилище расположено в Европейской части России, на р. Волге. Создано в 1939 г. плотиной Угличской ГЭС у г. Углич. Является второй ступенью Волжско-Камского каскада водохранилищ. Полный объем –  $1,25 \text{ км}^3$ , полезный –  $0,674 \text{ км}^3$ , площадь водного зеркала –  $249 \text{ км}^2$ , длина – 146 км, максимальная глубина у плотины – 23 м, средняя – 5.0 м, средняя ширина – 2,2 км, максимальная ширина – 5 км.

Мониторинговые наблюдения за качеством воды водохранилища осуществляют: Дубненская экоаналитическая лаборатория ФГБУ «Центррегионводхоз в 6 створах в пределах Тверской области по 31 показателю и ФГУ «Верхне-Волжскводхоз» в двух створах в пределах Ярославской области по 34 показателю. Регулярные гидрохимические исследования на водохранилище проводятся сотрудниками Иваньковской НИС Института водных проблем РАН в 10-12 створах по 28 показателям.

Воды Угличского водохранилища характеризуются средним абсолютным и относительным содержанием ионов щелочных металлов, сульфатов и хлоридов. Характерно нормальное содержание свободной углекислоты, железа, кремния и других биогенных элементов. К преобладающим ионам относятся кальций и гидрокарбонаты, которые в сумме составляют 65-70%. Некоторое увеличение относительного содержания щелочных металлов и хлоридов отмечается в зимний период, когда наиболее отчетливо проявляется воздействие сточных вод при одновременном уменьшении расхода воды за счет сработки водохранилища. Минерализация воды в течение года колеблется в интервале  $150\text{-}350 \text{ мг/дм}^3$ . Для весеннего половодья речного стока верхней Волги характерно высокое содержание азота и фосфора, что связано со значительной сельскохозяйственной освоенностью площади водосбора, в связи с этим максимальные концентрации минерального азота в воде Угличского водохранилища достигают  $1.5 \text{ мг/дм}^3$ , аммонийного азота –  $4,2 \text{ мг/дм}^3$ , общего фосфора –  $0.11 \text{ мг/дм}^3$ .

Жесткость воды колеблется в диапазоне от 2 до 5 мг-экв/дм<sup>3</sup>. Концентрация хлоридов не превышает  $10 \text{ мг/дм}^3$ , сульфатов –  $27 \text{ мг/дм}^3$ . Цветность воды в период зимней межени достигает 40- 50 градусов, а в период летне-осенних паводков 80-110 градусов Pt-Co шкалы цветности. Концентрации железа общего составляют 2-6 ПДК<sub>рыб</sub>, а марганца – 10-15 ПДК<sub>рыб</sub>, достигая 30 ПДК<sub>рыб</sub> в заросших заливах.

Качество воды водохранилища в большинстве створов наблюдений имеет межгодовую динамику и изменяется, в основном, от класса 3А («загрязненная») до класса 3Б («очень загрязненная») в зависимости от водности периода, в местах выпуска сточных вод качество воды может ухудшаться и соответствовать классу 4-А («грязная»).

**СОДЕРЖАНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ  
В ВОДЕ ИВАНЬКОВСКОГО ВОДОХРАНИЛИЩА**

*И.Л. Григорьева, Л.И. Хрусталева*

Иваньковская НИС Федерального государственного бюджетного учреждения науки  
Институт водных проблем РАН,  
171251, Тверская область, г. Конаково, ул. Белавинская 61А

В условиях все возрастающего антропогенного пресса на окружающую природную среду загрязнение поверхностных вод тяжелыми металлами становится особо острой проблемой. Пристальное внимание исследователей и контролирующих органов привлекают источники питьевого водоснабжения, одним из которых является Иваньковское водохранилище.

Химический состав воды водоема в настоящее время довольно хорошо изучен по таким показателям, как солевой состав, биогены, органическое вещество. Меньше данных имеется по содержанию в воде токсических загрязнителей, в частности тяжелых металлов. Чтобы восполнить этот пробел в 2015 г. авторами были произведены исследования на Иваньковском водохранилище с отбором проб воды, в которых были определены концентрации растворенных форм некоторых тяжелых металлов: железо общее, марганец, цинк, свинец, медь, хром. Определение тяжелых металлов производилось на атомно-абсорбционном спектрофотометре АА-6800F (производитель Корпорация SHIMADZU, Япония) в аттестованной гидрохимической лаборатории Иваньковской НИС Института водных проблем РАН (аттестат аккредитации № РОСС RU.0001.518693). Результаты определений в замыкающем створе водохранилища (Иваньковская ГЭС) представлены в таблице.

Таблица. Концентрации растворенных форм тяжелых металлов (мг/дм<sup>3</sup>) в замыкающем створе Иваньковского водохранилища в различные месяцы 2015 г.

Дата отбора	Железо общее	Марганец	Цинк	Свинец	Медь	Хром
14.04	0.13	0.04	0.0125	-	0.0038	-
07.05	0.24	0.09	0.0228	0.0051	0.0080	0.0071
05.08	0.09	0.02	0.0471	0.0074	0.0263	0.0071
16.09	0.10	0.009	0.0150	0.0043	0.0050	0.0071
28.10	0.11	0.01	0.0158	0.0070	0.0037	0.0011
21.12	0.11	0.06	0.0147	0.0061	0.0039	0.0000

Наибольшие концентрации железа общего и марганца отмечаются весной, когда происходит наполнение водохранилища после сработки уровня. Максимальные концентрации цинка, свинца, меди отмечены летом. Полученные концентрации во всех створах наблюдений не превышали региональных значений. Аномальных зон загрязнения воды водохранилища тяжелыми металлами выявлено не было.

## КОМПЛЕКСНЫЕ РЕШЕНИЯ ДЛЯ АНАЛИЗА И МОНИТОРИНГА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ОТ КОМПАНИЙ SHIMADZU И АНАЛИТ.

*И.Л. Гринштейн, Н.Ю. Исупова, А.В. Хрипун*

ООО «Аналит Продактс»,

199106, Санкт-Петербург, 26 Линия В.О., д.15, кор.2, лит. А, офис 9.08

Усиливающаяся роль антропогенного воздействия на окружающую среду приводит к существенному расширению перечня показателей и параметров, требующих постоянного мониторинга и контроля. При этом природа, свойства и предельно допустимый уровень содержания экотоксикантов в различных экологических объектах могут в значительной степени отличаться. Для их определения необходима проработка различных методических подходов, включающих в себя все стадии анализа: от стадии пробоотбора до интерпретацией получаемых данных.

Компания АНАЛИТ – крупнейший генеральный дистрибьютор Shimadzu, предлагает весь спектр услуг в области анализа и мониторинга объектов окружающей среды: комплексное оснащение лабораторий «под ключ»; разработка методических подходов по определению экотоксикантов любой природы (разработка аттестованных методик); многостадийное обучение персонала и всесторонняя методическая поддержка на базе собственной аккредитованной лаборатории.

Так, например, для определения элементного состава экологических объектов мы предлагаем оборудование, позволяющее контролировать содержание элементов в широчайшем концентрационном диапазоне в любых экологических средах: атомно-абсорбционные спектрофотометры, ИСП-и ИСП-МС-спектрометры, рентгеновские волно- и энергодисперсионные спектрометры, а также все вспомогательное оборудование, необходимое для подготовки проб, реагентов и т.д. В 2016 году компания Shimadzu анонсировала продажу новейшего масс-спектрометра с индуктивно связанной плазмой ICPMS-2030 для определения элементного состава в широком динамическом диапазоне (более 9 порядков), с пределами обнаружения ниже единиц, десятых и сотых долей ppm для большинства элементов. Одновременно компания АНАЛИТ представила на рынок продукт собственного производства – мобильное «Чистое Рабочее Место», позволяющее создать «чистую рабочую зону» в любой лаборатории и существенно снизить вероятность загрязнения пробы на всех стадиях пробоподготовки и приготовления калибровочных растворов.

Для определения молекулярного и биохимического состава экологических объектов мы предлагаем различные модели газовых и жидкостных хроматографов, газовых и жидкостных хроматомасс-спектрометров и МАЛДИ масс-спектрометров фирмы Shimadzu, а также, все необходимое вспомогательное оборудование. Хроматомасс-спектрометры Shimadzu сочетают высочайшие скорости сканирования с высочайшей чувствительностью, что существенно упрощает задачи идентификации и количественного определения компонентов. Сочетание техники термодесорбции с возможностями газовых хроматографов и хроматомасс-спектрометров Shimadzu позволяет с высокой чувствительностью и селективностью исследовать воздушные среды, а применение многомерной хроматографии – идентифицировать источники загрязнений. МАЛДИ масс-спектрометры Shimadzu позволяют быстро идентифицировать в природных средах различные микроорганизмы, а также отслеживать изменения в структуре белковых молекул биологических объектов, происходящие при взаимодействии с экотоксикантами.

Такой же комплексный подход, отрабатываемый в процессе работы нашей аккредитованной лаборатории в Санкт-Петербурге, мы демонстрируем и в других направлениях экоаналитических исследований.

МЕТОДИЧЕСКИЕ ПРИЕМЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРАВИЛЬНОСТИ  
РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭЛЕМЕНТОВ  
В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ

*И.Л. Гринштейн, А.И. Кузин, А.Г. Иванова, Ю.Ф. Кларк-Карская, Д.А. Коркина*

ООО «Аналит Продактс», 199106,

Санкт-Петербург, 26-я Линия В.О., д.15, кор.2, лит. А, офис 9.08

В ряде экологических объектов (незагрязненные природные воды, животные и растительные ткани и жидкости, воздух, атмосферные осадки, льды Арктики и Антарктики) большинство токсичных и биологически активных элементов содержатся в столь низких концентрациях, что, с этой точки зрения, перечисленные объекты можно рассматривать как объекты высокой чистоты.

В природных условиях все эти объекты хорошо защищены от загрязнений соответствующими элементами, благодаря огромным объемам (природные воды, льды) и/или эффективным механизмам естественной очистки (осадки, биологические ткани и жидкости). Проба чистого экологического объекта, отобранная для анализа, в силу малого объема чрезвычайно подвержена загрязнению на всех стадиях отбора, хранения и, особенно, подготовки к проведению непосредственно анализа. То же самое справедливо применительно к различным калибровочным растворам, приготавливаемым и используемым в ходе выполнения измерений. Ситуация дополнительно усугубляется тем, что фоновое содержание элементов в атмосфере большинства лабораторий существенно отличается от естественного. Все это приводит к тому, что результаты определения следовых и ультра-следовых концентраций элементов в различных экологических объектах часто оказываются недостоверными.

Нами предложен ряд простых приемов, базирующихся на создании и использовании в обычной химической лаборатории локальных чистых рабочих мест, защищающих исследуемые пробы от всех лабораторных источников загрязнения, включая самого химика-аналитика, на всех стадиях, предшествующих анализу, и обеспечивающих правильность результатов количественного определения элементного состава, независимо от уровня определяемых концентраций и степени концентрирования пробы.

## ”CLOUD POINT” ЭКСТРАКЦИЯ МИЦЕЛЛЯРНЫМИ ФАЗАМИ ПАВ ДЛЯ ТЕСТ-ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОКСИКАНТОВ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ В ВОДАХ

*А.И. Данчук, Е.С. Жестовская, Е.С. Фомина, С.Ю. Доронин*

ФГБОУ ВПО «Саратовский государственный университет им. Н.Г.Чернышевского»,  
кафедра аналитической химии и химической экологии

Института химии, 410012, г. Саратов, ул. Астраханская, 83, корп.1

Alexandra-danchuk@yandex.ru

Присутствие в природных водах токсикантов различной природы зачастую находится на уровне десятых и сотых долей ПДК. Контроль их содержания на этих уровнях связан с ужесточением требований, регламентирующих присутствие некоторых токсикантов в таких объектах, а также повышением точности методов и методик анализа при определении концентраций токсикантов вблизи ПДК. Вышеуказанное демонстрирует необходимость предварительного концентрирования токсикантов, что может быть достигнуто применением в качестве экстракционных систем мицеллярно-насыщенных фаз различных ПАВ (методология экстракции на основе «точки помутнения»), а также их комбинаций. Эти фазы менее токсичны, практически нелетучи, по сравнению с классическими органическими экстрагентами и обладают хорошей экстрагирующей способностью. Фазовое разделение растворов ПАВ различных типов зависит от ряда факторов: температуры, концентрации ПАВ, различных неорганических и органических высаливателей, pH и др.

Нами предложены pH-индуцированные мицеллярные фазы анионных (додецилсульфат, додецилсульфонат натрия), неионных (полиоксиэтилированные алкилфенолы ОП-10, Тритон X-100, X-114 и X-305, эфиры Синтанол ДС-10, Бридж-35) и катионных ПАВ (хлориды цетилпиридиния, цетилтриметиламмония и октадецилтриметиламмония), а также их комбинации для эффективного концентрирования аналитических форм (derivatизаты) ряда неорганических и органических загрязнителей с последующим их тест-определением.

Для derivatизации органических загрязнителей (альдегиды, кетоны, хиноны, фенолы) предложено получение с последующей мицеллярной экстракцией: аци-форм нитросоединений с 2,4-динитрофенилгидразином; азосоединений с 4-нитрофенилдиазонием. Derivatизацию неорганических токсикантов (ионы тяжелых металлов -  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  и др.) осуществляли реакциями комплексообразования с дитизоном, ПАН, ПАР, а также реакциями diazотирования 4-нитроанилина (определение нитрит- и нитрат-ионов) и азосочетания с дифениламином.

Для каждого аналита и типа реакции подобраны оптимальные комбинации ПАВ неионного и ионного типа, а также условия для быстрого (3-5 мин) получения мицеллярно-насыщенных фаз ПАВ и эффективного концентрирования аналитических форм токсикантов. При этом фазовое разделение достигается при температуре 20-25°C. Экстракция в мицеллярные фазы ПАВ сопровождается: стабилизацией аналитического сигнала, повышающей устойчивость окраски derivatизата во времени; увеличением чувствительности и уменьшением погрешности определений.

Преимуществами определения аналитов при их derivatизации в pH-индуцированные мицеллярные фазы ПАВ являются низкие пределы обнаружения на уровне долей ПДК, экспрессность, мобильность, экономичность, высокая производительность. Даны рекомендации по практическому применению разработанных тест-методов.

## ПОЛУЧЕНИЕ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНОГО НЕТКАНОГО МАТЕРИАЛА ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ И ААС-ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

*А.И. Данчук., Т.М. Махова, С.Ю. Доронин, С.В. Махов, Ю.Е. Сальковский*  
ФГБОУ ВО «Саратовский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского»,  
кафедра аналитической химии и химической экологии Института химии.  
410012, г. Саратов, Астраханская, 83, корпус I., Alexandra-danchuk@yandex.ru

В настоящее время уделяется большое внимание созданию нетканых материалов (НМ), полученных методом электроформования, их применению в качестве сорбентов экотоксикантов, благодаря: высокой удельной поверхности; способности варьировать размеры диаметра волокна, его толщины, межволоконных расстояний; возможности ковалентного импрегнирования селективных и неселективных функциональных групп. Так, известны сорбенты на основе НМ, полученных из хитозана и полиэтиленоксида (ПЭО), ацетата целлюлозы, полиэтиленimina и полиэфирсульфона, поливинилового спирта, полимолочной кислоты, полиакрилонитрила (ПАН) и др., для определения Cu(II), Pb(II), Ni(II), Cr (VI), Cr (III), Cd (II), Th (VI), U(VI), Ag(I), Au(I). При этом в структуру полимера ковалентно встраивают гидроксильную, карбоксильную, амино-, тиоамидную и др. группы, а также адсорбируют органических соединения (анионные красители, биотин, тетрациклин, различные масла, триклозан, 2-хлорэтилсульфид, хлорбензолы, нитрофенолы и т.п.).

Актуально применение НМ для очистки вод от приоритетных загрязнителей объектов окружающей среды, например, от ионов тяжёлых металлов, чему и посвящена настоящая работа. Получены 3 типа образцов НМ. Так, немодифицированный НМ (образец №1) получали растворением ПАН в диметилформамиде (ДМФА) и формованием раствора на установке Nanospider LAB 200S фирмы Elmarco LTD (Чехия). Условия электроформования: Т 30°C, относительная влажность 10 %, межэлектродное расстояние – 18 см, скорость вращения формовочного электрода 4-5 об/мин., подаваемое напряжение – 70 кВ. Второй тип НМ (образец № 2) получен обработкой раствором гидроксиламина немодифицированного НМ при температуре 25°C и времени воздействия (60, 75 и 90 мин). Для синтезированных образцов НМ получены микрофотографии поверхности при помощи атомноэмиссионного сканирующего электронного микроскопа. Установлено, что при варьировании массовой доли полимера от 7 до 15 % и времени электроформования можно изменять диаметр волокна от 90 до 300 нм и толщину НМ, что имеет принципиальное значение для соответствующих сорбционных свойств таких материалов (сорбционная ёмкость, скорость потока водной среды через НМ, способность к регенерации и т.п.).

Нами получены образцы НМ со следующими физико-химическими характеристиками: поверхностная плотность (от 5,7 до 18,2), толщина образцов НМ (от 0,05 до 0,15 мм) и диаметр нановолокна (300±50 нм). Исследованы сорбционные свойства НМ (образцы № 1 и № 2) по отношению к ионам свинца (II) и меди (II). Контроль содержания металлов на уровне ppb осуществляли методом атомно-абсорбционной спектрометрии (спектрофотометр с электротермическим атоизатором, Shimadzu AA-7000). Контроль правильности результатов осуществляли методом «введено» - «найдено» с применением стандартных образцов растворов металлов. Получены соответствующие изотермы сорбции.

Предложен вариант синтеза третьего типа НМ (образец № 3), который состоит в растворении образца № 2 в ДМФА, импрегнировании наночастиц меди реакцией восстановления аммиака меди (II) с последующим электроформованием полученной системы. Такой НМ наряду с сорбционными свойствами обладает и антибактериальной активностью, и может быть предложен для многофункционального его применения.

## МЕТОД АНАЛИЗА ФОРМ НАХОЖДЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В МОРСКИХ ДОННЫХ ОСАДКАХ НА ПРИМЕРЕ БЕЛОГО МОРЯ

Л.Л. Демина, Д.Ф. Будько, В.В. Гордеев

ФГБУ Институт океанологии им. П.П.Ширшова РАН, 117997 Москва, Нахимовский 36

Результаты изучения физико-химических форм нахождения тяжелых металлов позволяют количественно оценить вклад различных геохимических процессов в накопление в осадочном материале (взвесь и материал из седиментационных ловушек) и донных осадках морских бассейнов. При этом важно разделять две принципиально различные формы их нахождения: 1) геохимически подвижная, обеспечивающая обменные и мобилизационные процессы, и 2) геохимически инертная литогенная, содержащая металлы в кристаллических решетках обломочных и глинистых минералов. Для разделения форм нахождения металлов использовали метод последовательной селективной химической экстракции. Выделяли следующие физико-химические формы: **1** – обменный комплекс, представленный элементами, адсорбированными на глинистых и карбонатных частицах (десорбирующий реагент – смесь 25% уксусной к-ты и ацетатного буфера [Luoma, Bryan, 1981]); **2** – аморфные Fe-Mn гидроксиды и связанные с ними микроэлементы (восстановительный реагент  $\text{NH}_2\text{OH HCl}$  [Chester, Hughes, 1967]); **3** – металлы, ассоциированные с органическим веществом (окисляющая смесь 30%  $\text{H}_2\text{O}_2 + 0.1\text{M HNO}_3$ , [Kitano, Fujiyoshi, 1980]); **4** – остаточная (полное кислотное разложение с помощью смеси  $\text{HCl} + \text{HNO}_3 + \text{HF}$ ). Навеска сухих проб осадков для анализа составляла 500 мг, а осадков натуральной влажности – 1000 мг. Анализ физико-химических форм нахождения Fe, Mn, Cu, Cr, Co, Mo, Ni, Pb, Cd и As, выполняли методами масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС) на приборе Agilent-7500 (США). Контроль правильности анализов проводился с помощью международных стандартных образцов донных осадков NIST 2703 и GSD-5. Расхождение между аттестованными и измеренными значениями содержания металлов находилось в пределах 5-18 %.

В окисленных поверхностных донных осадках Белого моря геохимически инертная литогенная форма преобладает для Fe, Cr, Ni, As (68-79% в среднем от общего содержания). Наибольшую геохимическую подвижность проявляет наиболее редокс-чувствительные металлы Mn – в среднем 90% его общего содержания сосредоточено в форме аморфных гидроксидов и связано с карбонатными минералами. Для других тяжелых металлов (Cd, Pb, Co и Cu) также установлено доминирование (70-87% от общего содержания) геохимически подвижных форм, которые участвуют в обменных процессах и изменяются в зависимости от физико-химических условий на дне водоемов. Повышенные содержания геохимически подвижных форм металлов в большинстве случаев определены в тонкодисперсных илах (преобладание частиц размером  $<0.001$  мм), обладающих повышенными адсорбционными характеристиками.

*Luoma S.N., Bryan G.W.* A statistical assessment of the forms of trace metals in oxidized estuarine sediments employing chemical extractants.// Science of the Total Environment. 1981. V. 17. P. 165-196.

*Chester R., Hughes M.J.* A chemical technique for separation of ferromanganese minerals and adsorbed trace metals from pelagic sediments.// Chemical Geology. 1967/ № 3. С. 249-262.

*Kitano Y., Fujiyoshi R.* Selective chemical leaching of Cd, Cu, Mn and Fe in marine sediments // Geochem. Journ. 1980. V.14, 122-128.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 15-05-08372.*

# СОРБЦИОННО-АТОМНО-ЭМИССИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КРЕМНЕЗЕМА С ФУНКЦИОНАЛЬНЫМИ ГРУППАМИ АЛИЗАРИНА С

С.Л. Дидух, А.Н. Мухина

Сибирский федеральный университет,  
660041 г. Красноярск, пр. Свободный, 79

Для группового определения содержания экологически важных ионов металлов в природных водах целесообразно использование многоэлементных методов анализа, в частности атомно-эмиссионной (с индуктивно связанной плазмой) спектроскопии (АЭС ИСП). Для определения сверх низких содержаний элементов и их отделения от матричных компонентов АЭС ИСП комбинируют с сорбционным концентрированием. Использование методик сорбционно-спектроскопического определения элементов определяется доступностью сорбентов, их себестоимостью и простотой получения.

Предложен сорбент на основе кремнезема, последовательно модифицированный полигексаметиленгуанидином (ПГМГ) и ализарином С ( $\text{SiO}_2$ -ПГМГ-АлизаринС). Закрепление ализарина С на аминированной поверхности кремнезема происходит за счет электростатического взаимодействия протонированных положительно заряженных аминогрупп ПГМГ и отрицательно заряженных сульфогрупп ализарина С. Максимальная степень извлечения ализарина С кремнеземом, модифицированным ПГМГ, достигается при pH 2-5 с временем установления сорбционного равновесия не превышающем 10 мин. Сорбционная емкость по органическому реагенту, определенная из горизонтального участка изотермы сорбции, составляет 20 мкМ/г.

$\text{SiO}_2$ -ПГМГ-АлизаринС в статическом режиме количественно ( $\geq 98\%$ ) извлекает из растворов Cu(II), Zn(II), Mn(II), Co(II), Ni(II), Cd(II), Pb(II), Fe(III), Al(III) (рис. 1). Время установления сорбционного равновесия не зависит от природы иона металла и не превышает 5 мин. Заметное извлечение Na(I), K(I), Ca(II), Mg(II), Ba(II) наблюдается при pH > 8.

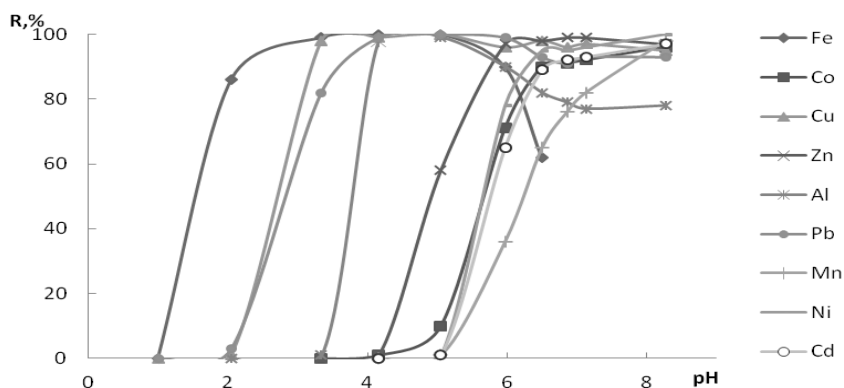


Рисунок 1. Зависимость степени извлечения Cu(II), Zn(II), Mn(II), Co(II), Ni(II), Cd(II), Pb(II), Fe(III), Al(III) сорбентом  $\text{SiO}_2$ -ПГМГ- АлизаринС от pH

В динамическом режиме из растворов с pH 7,5 достигается количественное извлечение ионов цветных металлов и их отделение от преобладающих количеств щелочных и щелочно-земельных металлов. Количественная десорбция элементов достигается 1 М  $\text{HNO}_3$ . Разработанная сорбционно-атомно-эмиссионная методика использована при определении металлов в природных и техногенных водах. Правильность полученных результатов подтверждена методом «введено-найдено».

## ВЫДЕЛЕНИЕ ДНК ИЗ ПОЧВЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СТОЯЧИХ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЛН И МАГНИТНОГО ПОЛЯ

*Р.Х. Дженлода<sup>1</sup>, Д.Г. Петров<sup>2</sup>, В.М. Шкинев<sup>1</sup>,  
Т.В. Данилова<sup>1</sup>, Б.Я. Спиваков<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,  
г. Москва, 119991, ул. Косыгина, 19.

<sup>2</sup>Институт аналитического приборостроения РАН,  
г. Санкт-Петербург, 198095, ул. Ивана Черных, 31-33, лит. А.

Выделение ДНК в молекулярно-биологических методах является одним из важных этапов при анализе объектов окружающей среды. При анализе образцов почв выделение ДНК осложняется большим содержанием разнообразных органических соединений, в частности гуминовых кислот (ГК). ГК являются ингибиторами полимеразной цепной реакции (ПЦР), которая используется при идентификации ДНК. Существующие сорбционные и экстракционные методы выделения ДНК являются статическими и многостадийными, требующими применения длительных процедур. Наиболее часто используемые экстракционные методы выделения ДНК из почвы не позволяют очистить образец от гуминовых кислот и в последующем определить ДНК данным методом ПЦР. Предложенные ранее [1] суспензионные колонки с использованием стоячих ультразвуковых волн использовали для выделения металлов из водных растворов.

В данной работе для извлечения ДНК из водных почвенных вытяжек впервые предложено использование суспензионных колонок, позволяющих удерживать магнитные сорбенты в комбинированном акустическом и магнитном полях. Применение суспензионных колонок позволяет интенсифицировать и автоматизировать сорбционный процесс для ДНК. Удастся добиться более высокого извлечения ДНК из водных почвенных вытяжек и получить пригодные для ПЦР анализа образцы. Использование магнитного поля дает возможность удерживать большую массу сорбента, чем в случае одного акустического поля. Анализировали почвы – дерново-подзолистую супесчаную (ДПС) и черноземную типичную легкосуглинистую (ЧТЛ) на содержание ДНК плазмиды *M.tuberculosis*. Использовали стандартные образцы почв ГНУ ВНИИА. В процессе сорбционного извлечения ДНК было установлено, что для почв ДПС даже из больших объемов образца извлечение составляет до 80%, а для ЧТЛ до 60%, что вполне достаточно для детектирования ДНК. Таким образом, предложен новый проточный способ сорбционного выделения и концентрирования ДНК из почвенных вытяжек с последующим их элюированием в режиме on-line и определением с помощью ПЦР анализа.

1. B.Ya. Spivakov, V.M. Shkinev, T.V. Danilova, N.N. Knyazkov, V.E. Kurochkin, V.K. Karandashev. Suspension column for recovery and separation of substances using ultrasound-assisted retention of bead sorbents. *Talanta* 102 (2012) 88-92.

*Авторы благодарят за финансовую поддержку РФФИ (проект No 16-33-00214, проект No 16-03-00106).*

## ИММУНОАНАЛИТИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ ДЛЯ ДЕТЕКЦИИ ЭКОТОКСИКАНТОВ: ОПЫТ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В РОССИИ И ЗА РУБЕЖОМ

*Б.Б. Дзантиев*

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

В докладе рассматривается современное состояние иммунохимических средств детекции токсичных контаминант окружающей среды и сельскохозяйственной продукции. Исходя из основных групп контаминант, представляющих угрозу для здоровья, обсуждаются возможности иммунодетекции данных соединений, преимущества и ограничения антител как рецепторных элементов. Сопоставляются «ниши», занимаемые в современном экологическом мониторинге хроматографическими, химическими, ферментативными и биорецепторными (в том числе иммунохимическими) методами. Рассматривается отражение этих подходов в нормативных документах, регламентирующих применение различных аналитических методов в России, Евросоюзе, США, Китае. Анализируется практическая реализация концепции двухуровневого (скринингового и подтверждающего) тестирования применительно к разным группам контаминант.

Сопоставлены различные форматы иммунохимического анализа – иммуноферментный анализ, иммунохроматография, разные типы иммуносенсорных систем и др. Обсуждается выбор методических решений, наиболее эффективных применительно к особенностям проб, тестируемых при контроле природных объектов и сельскохозяйственной продукции. Дается оценка чувствительности и трудоемкости наиболее распространенных форматов иммуноанализа экотоксикантов, требований к их приборному обеспечению, к пробоотбору и пробоподготовке. Рассматриваются подходы, используемые для повышения чувствительности и производительности иммунохимических тест-систем. Представлен анализ новых разработок в области иммуноанализа. Обсуждаются факторы, лимитирующие внедрение в массовую практику альтернативных аналитических технологий.

Дается общая характеристика мирового рынка иммуноаналитических систем для контроля токсичных контаминант в объектах окружающей среды, продукции растениеводства и животноводства. Рассмотрен ассортимент тест-систем, предлагаемых ведущими производителями. Характеризуется представленность иммуноаналитических средств в отечественных госзакупках. На примерах средств контроля пестицидов, микотоксинов, антибиотиков обсуждаются возможности интеграции существующих иммуноаналитических систем в агротехнологические цепочки, их потенциал для контроля почвы, водных ресурсов, кормов и продуктов питания.

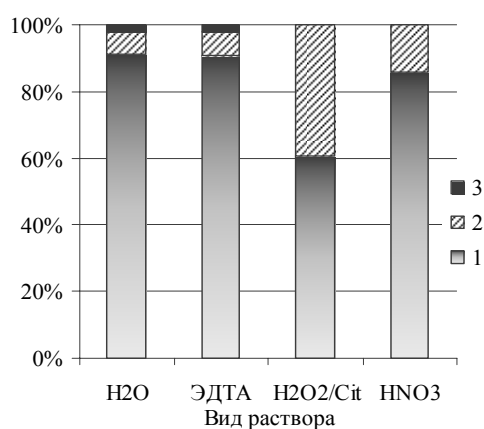
На основании представленного материала дается оценка ближне- и среднесрочных перспектив применения иммуноаналитических систем для контроля токсичных контаминант.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОРМ НАХОЖДЕНИЯ НИКЕЛЯ В ОБРАЗЦАХ ТЕХНОГЕННОГО ИЛА

С.В. Дрогобужская, И.П. Кременецкая

Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья  
им. В.И. Тананаева КНЦ РАН, 184209, Апатиты, Академгородок 26а,  
drogo\_sv@chemistry.kolasc.net.ru

Деятельность медно-никелевых предприятий приводит к накоплению тяжелых металлов (ТМ) не только вокруг комбинатов, но и в технологических отстойниках, из которых возможна их миграция в сообщающиеся водные объекты. В ходе данной работы изучено накопление никеля в северной части (с.ч.) оз. Нюдъявр, отделенного дамбой от технологического отстойника и снабженного системой перетока. Озеро расположено возле комбината «Североникель» Кольской ГМК. Отбор проб проводился по всей акватории и на разной глубине. Результаты валового анализа показали неравномерность распределения никеля по акватории озера и его накопление в застойной зоне вблизи впадения р. Кумужья, отчетливо выражена тенденция снижения его концентрации по мере увеличения глубины отбора проб. Установлено, что валовое содержание никеля в пробах ила различается на три порядка ( $0,02 \div 2,6$  %). Ил представляет собой комплекс техногенных и природных продуктов и включает частицы пылевых выбросов, шлака, а также фазу, которая образуется при осаждении взвешенных веществ, поступающих через трубы перетока из южной части озера. Нами поставлена задача определить в донных отложениях формы никеля, которые имеют разную реакционную способность и степень перехода в раствор под воздействием различных факторов. В образцах иловых отложений никель может содержаться в следующих формах: водорастворимый ( $\text{NiSO}_4$  и комплексы с ОБ), гидроксокарбонаты, образующиеся при осаждении соединений никеля в щелочной среде ( $x\text{NiCO}_3 \cdot y\text{Ni(OH)}_2$ ); свежесосажденный аморфный  $\alpha\text{-NiS}$ , образующийся при участии сульфатредуцирующих микроорганизмов; окристаллизованный  $\beta\text{-NiS}$ , силикатные формы и связанные с силикатной матрицей сульфиды. Фазовый анализ потребовал хорошего усреднения образцов. Ил использовали в воздушно-сухом состоянии, первую фракцию извлекали водой (Т:Ж=1:10) в течение 20-ти часов, суспензию разделяли на мембранном фильтре (0,45 мкм), осадок высушивали и использовали для дальнейших экспериментов. Сумму гидроксоформ и аморфных сульфидов извлекали ЭДТА, окристаллизованные и растворимые сульфиды – цитратным раствором с добавлением  $\text{H}_2\text{O}_2$ , сумму реакционноспособных форм – 1Н  $\text{HNO}_3$  при Т:Ж = 1:100. Анализ полученных



растворов проводили методом масс-спектрометрии на ELAN 9000 DRC-e (Perkin Elmer). В итоге проведена оценка массовой доли различных форм никеля в образцах ила, для чего потребовалась многократная обработка растворами выщелачивания (на рис. 3-кратная). Для разделения форм ЭДТА - растворимого никеля следует контролировать массовую долю серы и её концентрацию в растворе, а также углерод, оценивая его происхождение (карбонатный или органический). Низкое содержание в образцах карбонатного углерода позволило отнести ЭДТА - растворимый никель

преимущественно к  $\alpha\text{-NiS}$ . При выполнении анализа желательно определять концентрацию кремниевой кислоты в растворе, что даст возможность контролировать процесс растворения силикатов в процессе выщелачивания.

## ПОСТУПЛЕНИЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ В ОКРУЖАЮЩУЮ СРЕДУ ВОКРУГ МЕДНО-НИКЕЛЕВОГО КОМБИНАТА

*С.В. Дрогобужская, И.П. Кременецкая*

Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья  
им. В.И. Тананаева КНЦ РАН, 184209, Апатиты, Академгородок 26а,  
drogo\_sv@chemistry.kolasc.net.ru

Одним из источников поступления в окружающую среду благородных металлов (БМ) являются выбросы медно-никелевых комбинатов. При пирометаллургической переработке сульфидного медно-никелевого сырья образуются значительные количества металлургической пыли, которую, в основном, улавливают и возвращают в оборот, но при этом годовое поступление пыли в окружающую среду составляет тысячи тонн [1]. Вокруг медно-никелевых комбинатов сформировались техногенные геохимические аномалии. Поступающие в окружающую среду компоненты газопылевых выбросов содержат соединения не только тяжелых, но и благородных металлов. При мониторинге основных пирометаллургических переделов установлено, что ряд продуктов аккумулирует БМ. Прежде всего, это пыль металлургического производства, образующаяся при рудной электроплавке, конвертировании и обжиге никелевого и медного концентратов. Изучение вещественного и элементного состава тонкой пыли металлургических комбинатов Кольской ГМК проведено нами ранее [2]. Наиболее богатыми по БМ являются продукты обжига никелевого концентрата в печах кипящего слоя (до 0,016 % Pd и 0,22 % Ag) и пыли отражательной плавки медного концентрата (до 0,0047 % Pd и 0,016 % Ag), пыли обогащены родием (по сравнению с исходными продуктами).

Для оценки поступления БМ в окружающую среду производили отбор грунта (минерального и органогенного) и растений (трав) на разных площадках при максимальной удаленности от комбината «Североникель» на 1,3 км. Для анализа использовали метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Измерения проводили на ELAN 9000 DRC-e (Perkin Elmer), контролируя также Ni, Cu для учета их масс-спектральных наложений при определении родия и рутения. Анализ почв и растений осуществляли после автоклавного микроволнового разложения образцов смесью кислот на установке MW 4 (Berghof, Германия) в автоклавах DAC 100. Анализ растений осуществляли до и после промывания водой. Применение разработанных методик анализа загрязненных почв и растений позволило оценить поступление благородных металлов, связанных с пылевых выбросами предприятия «Североникель». Массовая доля благородных металлов в грунтах колеблется от 5,7 до 38,6 мг/кг, в песчаных почвах их концентрация несколько ниже по сравнению с торфом. Наблюдается корреляция между суммарной концентрацией БМ и концентрацией меди и никеля в почве, при этом для никеля она более выражена. Проведенные исследования позволили также оценить степень извлечения БМ растениями из техногенного грунта во время вегетационного периода и степень накопления ими этих элементов в виде пыли на поверхности.

1. Касиков А.Г. Загрязнение природной воды выбросами комбината «Североникель» и пути его снижения. //Сб. статей V Між. кон. «Екологічна безпека: проблеми і шляхи вирішення». Х: Райдер. 2009. Т. С.259-263.

2. Дрогобужская С.В., Касиков А.Г. Определение токсичных элементов в металлургической пыли Кольской ГМК //«Экоаналитика-2014» Тез. докл. IX Всероссийской конференции по анализу объектов окружающей среды. Светлогорск, 22-28 июня 2014г., Калининград: изд-во БГАРФ. С.72.

## ХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ВОДНЫХ СРЕД

*Е.С. Евдокимова, И.И. Тимофеева, К.С. Вах, А.В. Булатов, Л.Н. Москвин*  
Санкт-Петербургский государственный университет, Институт Химии,  
кафедра аналитической химии,  
Россия, 198504

Хемилюминесценция является экспрессным и высокочувствительным методом химического анализа, обеспечивающий широкий диапазон определяемых концентраций. Явление хемилюминесценции сопровождается преобразованием химической энергии в электромагнитное излучение за счет протекания химической реакции, основанной на окислительных, восстановительных или каталитических свойствах аналита.

В подавляющем большинстве случаев хемилюминесцентные реакции протекают с высокой скоростью, порядка нескольких секунд, поэтому точность анализа в значительной степени зависит от условий смешения растворов реагентов и детектирования аналитического сигнала, в связи с чем, наибольшей эффективности измерений удастся достичь при применении автоматизированных систем.

Несмотря на неоспоримые достоинства хемилюминесценции, ее основным недостатком является низкая селективность. Для решения этой проблемы химики-аналитики зачастую прибегают к методам разделения и концентрирования.

В представленной работе, рассмотрены основные направления хемилюминесцентного анализа водных сред, включающих стадию выделения/концентрирования целевого аналита. На примере определения фенола в воде рассмотрена возможность сочетания хемилюминесценции и газодиффузионного выделения аналита в условиях проточного анализа (рис 1).

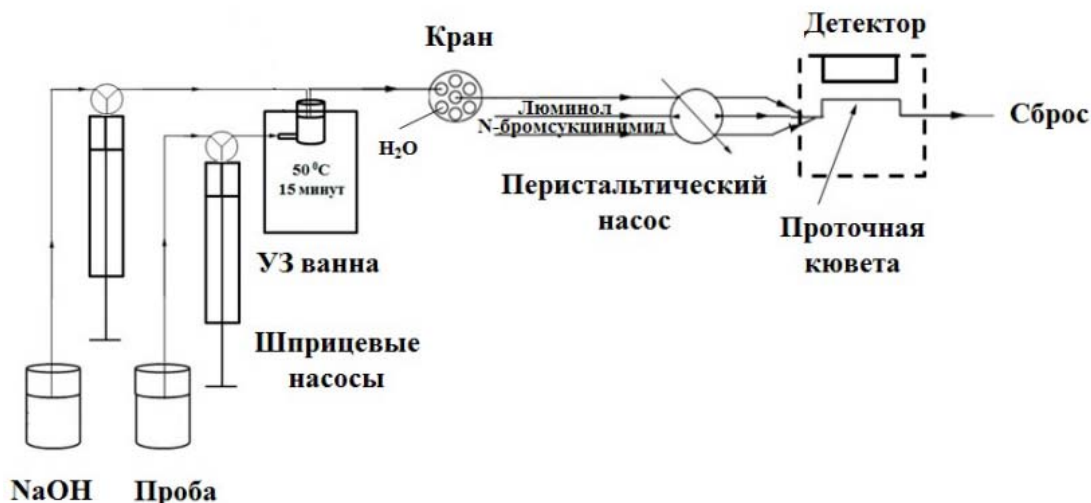


Рисунок 1. Автоматизированная схема хемилюминесцентного определения фенола в водных средах.

*Авторы выражают благодарность Российскому научному фонду (Грант № 16-13-10117) за поддержку проводимых исследований.*

## ВОЗМОЖНОСТИ ИОННО-ПУЧКОВОГО АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

*В.К. Егоров<sup>1</sup>, Е.В. Егоров<sup>1</sup>, М.С. Афанасьев<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>ИПТМ РАН, 142432, Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна, 6,

<sup>2</sup>ИРЭ РАН, Москва

Методы ионно-пучкового анализа материалов основаны на регистрации результатов взаимодействия ионных пучков средних энергий с ядерной и электронной подсистемами изучаемых объектов [1]. Важной особенностью ионно-пучковой диагностики является неdestructивность выполняемых измерений. Базовым методом этой диагностики является спектрометрия резерфордовского обратного рассеяния (РОР) ионов, которая является единственной абсолютной, т.е. не требующей наличия стандартов, инструментальной диагностической процедурой определения элементного состава исследуемого материала. Метод РОР позволяет проведение многоэлементного концентрационного профилирования по глубине для элементов от лития до урана с разрешением до 2 нм. Метод характеризуется пределами обнаружения примесей на уровне 0.1% ат. Его дополнение регистрацией выхода характеристической рентгеновской флуоресценции, возбуждаемой ионным потоком, позволяет понизить пределы обнаружения примесей до уровня  $10^{-6}$ % ат. При этом важно отметить, что сечение возбуждения рентгенофлуоресценции легких элементов в условиях ионно-пучкового возбуждения оказывается на несколько порядков выше в сравнении с функциями возбуждения электронными пучками, а также потоками жесткого рентгеновского и гамма излучений [2]. Это особенно существенно при анализе различных экологических объектов, продуктов питания, медицинских и биологических проб, а также технических отходов. В работе представлены результаты экспериментальных исследований вод различной экологии, нефти и нефтепродуктов, медицинских препаратов и технологических объектов, выполненных с использованием уникальной научной установки – аналитического ионно-пучкового комплекса Сокол-3 (УНУ №45). Особое внимание уделено приготовлению жидких и твердых экспериментальных проб, пригодных для исследований с помощью установки Сокол-3.

[1] Ф.Ф. Комаров, М.А. Кумахов, И.С. Тапшылов. Неразрушающий анализ поверхностей твердых тел ионами пучками. Минск: Унив. (1987) 256 с.

[2] B. Schmidt, K. Wetzig. Ion beams in material proceeding and analysis. Wien: Springer (2013) 418p.

*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проекты №№15-08-02618 и 16-08-00665).*

## ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫЕ РЕАКЦИОННЫЕ СИСТЕМЫ АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ЭКОТОКСИКАНТОВ И БИОГЕНОВ В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ

*Е.В. Елипашева, Е.В. Фадеева, Г.М. Сергеев, Р.Г. Сироткин*

Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет  
им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород

Целью исследования являлась разработка теоретических основ и решение проблемы повышения чувствительности и избирательности ионохроматографического и фотометрического анализа питьевой воды на содержание токсичных и биогенных форм веществ малобюджетными средствами аналитического контроля, информативно дополняющими друг друга.

Рекомендуемые высокоэффективные реакционные системы и новые методологические подходы заключаются в следующем:

- использование в полисорбентной ионной хроматографии (сменные колонки с различными матрицами) ион-парных взаимодействий (аналит – сорбент – растворитель) и многоканального детектирования ( $F^-$ ,  $Cl^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $HPO_4^{2-}$ ,  $Br^-$ ,  $NO_3^-$ ,  $NO_2^-$ ,  $ClO_2^-$ ,  $ClO_3^-$ ,  $ClO_4^-$ ,  $BrO_3^-$ ,  $HSO_3^-$ ,  $HS^-$ ,  $HCOO^-$ ,  $CH_3COO^-$ ,  $CH_2ClCOO^-$ ,  $CHCl_2COO^-$ ,  $CCl_3COO^-$ ;  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Li^+$ ,  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $NH_4^+$ );

- в дифференциальной редокс-индикаторной фотометрии проведение окислительно-восстановительных реакций и реализация условий образования ионных ассоциатов оксоформ хлора, брома, иода и селена ( $ClO^-$ ,  $ClO_2^-$ ,  $ClO_3^-$ ,  $ClO_4^-$ ,  $BrO_3^-$ ,  $IO_3^-$ ,  $IO_4^-$ ,  $SeO_3^{2-}$ ,  $SeO_4^{2-}$ ) с деструктивными (катиногенными) индикаторами;

- использование металлокомплексного ионного ассоциата сурьмы(V) в экстракционной фотометрии ( $I^-$ ,  $SeO_3^{2-}$ ,  $SeO_4^{2-}$ ,  $AsO_3^{3-}$ ,  $AsO_4^{3-}$ ,  $TeO_3^{2-}$ ,  $TeO_4^{2-}$ ).

Показано, что альтернативой затратным методам ионной хроматографии с высокоэффективными коммерческими колонками и масс-спектрометрическим окончанием, а также атомной абсорбционной и эмиссионной спектроскопии является доступная для широкого круга пользователей полисорбентная ионная хроматография с кондуктометрическим и УФ-детектированием наряду с фотометрией, использующей деструктивные редокс-индикаторы или ионный ассоциат сурьмы(V).

По сравнению с известными рекомендациями ГОСТ перечень определяемых в питьевой воде токсичных и биогенных ионов увеличен в 4 раза, пределы обнаружения аналитов уменьшены на 1 – 2 порядка, избирательность анализа возросла более чем в 100 раз. Относительная погрешность в зависимости от области концентраций и числа ионов в пробе составляет 5 – 15 %.

Установлены особенности химического состава вод популярных природных источников (природные и антропогенные факторы) и их соответствие нормативным показателям.

Предлагаемые способы реализации ранее не используемых взаимодействий в ионной хроматографии и фотометрии являются высокоэффективными для решения проблемы повышения достоверности и точности многокомпонентного вещественного анализа водных объектов независимыми методами.

## ИММУНОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ

С.А.Еремин

Химический факультет, МГУ имени М.В.Ломоносова, Ленинские Горы 1, 119991  
Москва, saeremin@gmail.com

Одними из основных загрязнителей окружающей среды являются пестициды и другие органические вещества, стойкие к разложению. Количество таких веществ и их токсичность для человека и животных все больше возрастает. Причем их количество и концентрация пестицидов в объектах окружающей среды варьируется от очень низких (нг/л) до огромных (мг/мл). Поэтому, для определения пестицидов необходимы высокочувствительные и высокопроизводительные аналитических методы анализа. Такой массовый скрининг на многочисленные пестициды должен проводиться быстро, просто, дешево и количественно. Сейчас для определения пестицидов используются в основном хроматографические методы, которые позволяют определять сотни веществ за один анализ, однако не позволяют проводить анализ большого количества образцов. Для скрининга и непрерывного мониторинга уровня пестицидов все больше находят применение биохимические, и в частности иммунохимические методы, основанные на использовании антител как специфических распознающих веществ. В докладе будут рассмотрены последние достижения по разработке иммунохимических методов на пестициды.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ (проект № 15-53-46015 СТ\_а).*

Публикации:

*Морозова В.С., Левашова А.И., Еремин С.А.* Определение пестицидов методом иммуноферментного анализа. Журн. аналит. хими, 60(3), 230-246 (2005).

*David S. Smith and Sergei A. Eremin.* Fluorescence polarization immunoassays and related methods for simple, high-throughput screening of small molecules. Anal. Bioanal. Chem., 391(5), 1499-1507 (2008).

*Xiping Cui, Panpan Wu, Dan Lai, Shengwu Zheng, Yingshan Chen, Sergei A. Eremin, Wei Peng, and Suqing Zhao.* Development of a Highly Specific Fluorescence Immunoassay for Detection of Diisobutyl Phthalate in Edible Oil Samples. J. Agric. Food Chem., 63(42), 9372–9378 (2015).

*Jin-Yi Yang, Yan Zhang, Hong Wang, Zhen-Lin Xu, Sergei A. Eremin, Yu-Dong Shen, Qing Wu, Hong-Tao Lei, Yuan-Ming Sun.* Development of fluorescence polarisation immunoassay for carbofuran in food and environmental water samples. Food Agric. Immunol. 26(3), 340-355 (2015).

*Pinong Huang, Suqing Zhao, Sergei A. Eremin, Shengwu Zheng, Dan Lai, Yingshan Chen and Bin Guo.* A fluorescence polarization immunoassay method for detection of the bisphenol A residue in environmental water samples based on a monoclonal antibody and 4'-(aminomethyl)fluorescein. Anal. Methods, 7(10), 4246-4251 (2015).

*Xi Tian, Yaqing Dong, Yufen Wang, Zhaorui Song, Meng Meng, Sergei A. Eremin, Chuan Deng, Yongmei Yin & Rimo Xi.* Quantification of Diethyl Phthalate by a Rapid and Homogenous Fluorescence Polarization Immunoassay. Anal. Lett. 48(18), 2843-2855 (2015).

# СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ СПОСОБА ИДЕНТИФИКАЦИИ ЛЕТУЧИХ КОМПОНЕНТОВ ПРИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ РАВНОВЕСНОЙ ПАРОВОЙ ФАЗЫ ЛЕКАРСТВЕННЫХ РАСТЕНИЙ

*Н.В. Ермакова, Ю.И. Арутюнов, Л.А. Онучак, И.А. Платонов, Л.В. Павлова*

Самарский государственный аэрокосмический университет  
имени академика С.П. Королева, 443086, г. Самара, Московское шоссе, 34

Газо-жидкостная хроматография с масс-селективным детектированием в настоящее время широко применяется для стандартизации лекарственного растительного сырья (ЛРС) и определения его подлинности. Метод основан на идентификации большого числа летучих и среднелетучих компонентов, присутствующих в равновесной паровой фазе (РПФ), экстрактах или эфирном масле. Применение прямого парового анализа в сочетании с ГХ/МС снимает трудоемкость исследования и возможность внесения посторонних веществ, так как при подготовке пробы исключаются стадии экстракции или получения эфирного масла. Однако при анализе РПФ воздушно-сухого сырья методом ПФА/ГХ/МС начальные участки хроматограмм содержат пики наиболее летучих компонентов, идентифицируемых с малой вероятностью ( $Q$ ). Поэтому нами разработан подход [1], заключающийся в том, что результаты, полученные методом ГХ/МС, сопоставляются с результатами анализа методом ГХ/ДИП на колонках с малополярной и полярной неподвижными фазами. Соответствие хроматографических пиков одному и тому же летучему компоненту пробы определяют по равенству их относительных концентраций в пробе ( $h_{отн\ i}$ ) на двух колонках. Для увеличения вероятности соответствия пиков анализ проводят как с исходной пробой, так и после экстракции части полярных компонентов РПФ с помощью предколонки с полярным сорбентом. По результатам этих анализов определяют индексы удерживания компонентов при линейном программировании температуры ( $I_i^T$ ), которые сопоставляют с базой данных NIST.

Предлагаемый подход был применен при анализе РПФ лекарственного растения «пижма обыкновенная» (ОАО «Красногорсклексредства»). В таблице в качестве примера представлены результаты идентификации трех летучих компонентов РПФ этого растения.

Компонент	ГХ/МС	ГХ/ДИП неполярная колонка				ГХ/ДИП полярная колонка			
	$Q, \%$	$I_i^T_{NIST}$	$I_i^T_{эксп}$	$h_{отн\ i}, (\%)$	$h_{отн\ i\ после\ экстр.}, (\%)$	$I_i^T_{NIST}$	$I_i^T_{эксп}$	$h_{отн\ i}, (\%)$	$h_{отн\ i\ после\ экстр.}, (\%)$
Пропаналь	5	472	470±5	1,43±0,4	0,64±0,1	762	760±3	1,25±0,3	0,45±0,1
Пентадиен-1,4	46	480	482±5	4,82±1,2	13,3±3,3	646	645±5	4,40±1,1	12,09±3,0
Пропанол-2	62	516	517±5	1,75±0,4	0,58±0,1	938	940±5	2,05±0,5	0,50±0,1

Совпадение величин  $I_i^T$  с базой данных NIST и  $h_{отн\ i}$  на обеих колонках позволяет утверждать об однозначной идентификации указанных компонентов, которые идентифицируются с помощью масс-спектров с малой вероятностью ( $Q = 5-62\%$ )

1. Пат. 2556759 Российская Федерация, МПК<sup>7</sup>G01N30/02. Способ определения соответствия хроматографических пиков одному и тому же летучему компоненту пробы и устройство для его осуществления [Текст] / Арутюнов Ю.И., Онучак Л.А., Ермакова Н.В. и др.; заявитель и патентообладатель Самарский государственный университет. – № 2014123333; заявл. 6.06.2014; опубл. 20.07.2015, Бюл. №20.

*Работа выполнена при поддержке гранта №4.110.2014/к в рамках выполнения госзадания Министерства образования и науки РФ.*

## ФРАКЦИОНИРОВАНИЕ НАНО- И МИКРОЧАСТИЦ ПРИ ОЦЕНКЕ СОСТАВА И СВОЙСТВ УЛИЧНОЙ ПЫЛИ

*М.С. Ермолин, П.С. Федотов*

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, 119991

Москва, ул. Косыгина, д. 19;

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,

119991 Москва, Ленинский проспект, д. 4.

Уличная пыль современного города является сложным полидисперсным объектом окружающей среды, имеющим одновременно естественное и антропогенное происхождение. Промышленные и автотранспортные выбросы могут приводить к необратимым изменениям химического состава пыли. Известно, что свойства и поведение частиц зависят от их размера. Так, нано- и субмикронные частицы пыли обладают наибольшей подвижностью в окружающей среде, могут длительное время оставаться во взвешенном состоянии в атмосфере и проникать в нижние отделы дыхательных путей человека. Таким образом, тонкодисперсные частицы пыли требуют особого аналитического контроля.

Проточное фракционирование частиц во вращающейся спиральной колонке (ВСК) является эффективным методом разделения нано-, субмикро- и микрочастиц образцов окружающей среды. Так, фракционирование частиц в ВСК позволило нам изучить распределение различных элементов между фракциями московской городской пыли размером <0.3, 0.3-1.0, 1-10 и 10-100 мкм. Было показано, что элементы, вероятно имеющие антропогенное происхождение (Cr, Ni, Zn), концентрируются главным образом во фракциях нано- и субмикронных частиц. При этом их содержание во фракции наночастиц пыли может быть на порядок выше валового содержания. В отношении редкоземельных элементов, имеющих, как правило, естественное происхождение, наблюдалась обратная зависимость, т.е. их концентрация снижалась с уменьшением размера частиц пыли.

На основе предложенного метода фракционирования частиц в ВСК был разработан комплексный подход к оценке состава и свойств пыли, апробированный на примере образцов уличной пыли, находящейся под воздействием пылегазовых выбросов медеплавильного комбината. Комплексный подход основан на фракционировании нано-, субмикро- и микрочастиц пыли в ВСК, изучении фракций частиц методами статического светорассеяния, сканирующей электронной микроскопии в сочетании с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией, анализе фракций нано- и микрочастиц методами МС-ИСП и АЭС-ИСП, а также выделении и элементном анализе водорастворимой фракция пыли. Показано, что в водорастворимые формы переходит до 46% серы, 16% цинка, 10% кадмия, 2% меди, 2% мышьяка и 0.5% свинца. Элементы, находящиеся в водорастворимой форме, могут легко смываться дождем или талой водой и включаться в биогеохимический цикл.

Предложенный комплексный подход к изучению распределения элементов, в том числе токсичных, между водорастворимыми формами и нано/микрочастицами уличной пыли может быть также использован при анализе почвы и пепла как эффективный инструмент оценки миграции элементов и степени антропогенной нагрузки на окружающую среду.

*Авторы признательны Министерству образования и науки РФ (программа повышения конкурентоспособности НИТУ "МИСиС", проект № К2-2015-072) и РФФИ (проект № 14-03-00128) за финансовую поддержку.*

## ТЕСТ-СИСТЕМА КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ВОДЫ НА ИОНЫ МЕДИ(II) И МАРГАНЦА(II) «ON-SITE»

*В.В. Жаркова, Л.А. Бобкова*

Национальный исследовательский Томский государственный университет,  
634050 Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36

Одной из основных проблем химической экологии является контроль ионов металлов, включая  $\text{Cu}^{2+}$  и  $\text{Mn}^{2+}$ , в большом числе водных объектов. При решении проблемы массового анализа качества воды во внелабораторных условиях (on-site) используются простые и недорогие тест-системы. Особо значимым является возможность тест-определения в одной пробе воды двух и более ионов одновременно, что снижает время проведения анализа и его трудоемкость. Нами установлено, что эффективной основой для самой простой тест-системы, такой как индикаторная трубка, может служить макросетчатый карбоксильный катионит КБ-2Э-16. Катионит обладает высокой избирательностью к ионам  $\text{Cu}^{2+}$  и  $\text{Mn}^{2+}$  ( $K_d \sim 10^3$ ), незначительно меняет объем при изменении солевой формы, при поглощении окрашенных в растворе ионов металла приобретает соответствующий им цвет. Длина окрашенных зон ионов зависит от концентрации катионов в сорбенте и служит визуальным аналитическим сигналом, устойчивым во времени. Катионит синтезирован Кемеровским ООО ПО «ТОКЕМ» на основе полиметакрилата и дивинилового эфира диэтиленгликоля.

Цель данной работы – оценка возможности одновременного определения ионов  $\text{Cu}^{2+}$  и  $\text{Mn}^{2+}$  из одной пробы воды тест-индикаторной трубкой, заполненной карбоксильным катионитом КБ-2Э-16. Исследование сорбции ионов металлов проводили в динамическом режиме в колонках с высотой слоя катионита 2,6 – 3,8 см, скоростью пропускания раствора – 1 мл/мин, pH ~ 4,5 и ионной силой 0,1 ( $\text{NaNO}_3$ ). Эксперимент показал, что оптимальная высота слоя сорбента КБ-2Э для сорбции  $\text{Cu}^{2+}$  и  $\text{Mn}^{2+}$  составляет 3,4 см. Выбор оптимальной высоты слоя проводили с учетом условий формирования четких границ хроматографических зон ионов.

Анализируемый раствор со смесью ионов  $\text{Cu}^{2+}$  и  $\text{Mn}^{2+}$  пропускали через трубку заполненную сорбентом КБ-2Э-16. Определение ионов проводили в две стадии. После сорбции измеряли длину окрашенного в синий цвет слоя, соответствующую хроматографической зоне  $\text{Cu}^{2+}$ . Для получения окрашенной зоны ионов  $\text{Mn}^{2+}$  катионит обрабатывали небольшим объемом раствора реагента формальдоксима (3-5 капель) в щелочной среде, образующего с  $\text{Mn}^{2+}$  комплекс коричневого цвета.

Диапазон определяемых концентраций (содержаний) для  $\text{Mn}^{2+}$  составляет 0,03 – 1 мг/л, для  $\text{Cu}^{2+}$  – 0,095 – 3,18 мг/л. Предел обнаружения (ПрО) ионов рассчитывали как отношение утроенного стандартного отклонения, найденного по методу наименьших квадратов для минимально определяемой концентрации, к тангенсу угла наклона градировочной прямой. Для  $\text{Mn}^{2+}$  ПрО составляет 0,003 мг/л, для  $\text{Cu}^{2+}$  – 0,046 мг/л. Правильность определения  $\text{Cu}^{2+}$  и  $\text{Mn}^{2+}$  в модельных растворах и водопроводной воде оценивали методами «введено – найдено». Величина относительного стандартного отклонения в модельном растворе не превышает ~ 0,3, в водопроводной воде ~ 0,13. Не мешают определению 10-кратный избыток ионов  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  и 3-кратный - ионов  $\text{Al}^{3+}$ . Ионы  $\text{Fe}^{2+}$  и  $\text{Fe}^{3+}$  при содержании более 0,05 мг/л необходимо маскировать 0,1М NaF. Таким образом, разработанная методика одновременного определения ионов  $\text{Cu}^{2+}$  и  $\text{Mn}^{2+}$  из одной пробы воды тест индикаторной трубкой на основе катионита КБ-2Э-16 может быть использована для анализа реальных объектов.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 16-33-00374-мол\_a).*

ИЗМЕНЕНИЕ КАЧЕСТВА ВОДЫ ИЗ СКВАЖИН ИНФИЛЬТРАЦИОННОГО  
ВОДОЗАБОРА ПОД ВЛИЯНИЕМ ДЕКОЛЬМАТАЦИИ  
РУСЛОВЫХ ОТЛОЖЕНИЙ Р. УФЫ

*А.В. Жигалова<sup>1</sup>, А.Р. Холова<sup>2</sup>, М.Ю. Воздаева<sup>2</sup>, Л.И. Кантор<sup>2</sup>,  
Н.В. Труханова<sup>2</sup>, И.А. Мельницкий<sup>2</sup>, Е.А. Кантор<sup>1</sup>, О.А. Шнигун<sup>3</sup>*

<sup>1</sup>Ufa state oil technical university, 1 Komarova St., Ufa, Russia

<sup>2</sup>Enterprise of water treatment Ufavodokanal, 157/2 Rossiyskaya St., Ufa, Russia,  
(vozhdaveva@mail.ru)

<sup>3</sup>Lomonosov Moscow State University, GSP-1, Leninskie Gory, Moscow, Russia

Изучено влияние процесса декольматации (удаления) затвердевших донных отложений (ДО) р. Уфа на изменение качества воды из скважин инфильтрационного водозабора (ИВ), расположенного на берегу этой реки. Показано, что ДО с одной стороны могут служить естественным барьером, препятствующим проникновению органических соединений техногенной природы (алкилбензолы, фталаты и др.) из речной воды в скважинную. С другой, являются причиной создания анаэробных условий в фильтрующих пластах ИВ, что приводит к интенсификации процессов биохимической деструкции органических соединений в них с накоплением продуктов биоразложения – карбоновых кислот, эфиров, кетонов, альдегидов, изо-, цикло-, непредельных углеводородов, азотсодержащих соединений, сквалена.

Рассматриваемый в данной работе процесс декольматации русловых отложений сводился к механическому разбиванию ДО без дополнительной обработки, в результате чего, происходил унос илистых образований со дна вниз по течению реки. При достаточной скорости течения воды в реке этим способом можно добиться значимого увеличения удельного дебита лучевых водозаборов и снижения жесткости подземной воды за счет увеличения в ней доли более мягкой инфильтрованной речной воды.

Выявлены следующие основные эффекты от проведения декольматации русловых отложений на качество подрусловой воды:

- в течение первых 2-4 месяцев после проведения декольматации наблюдалась дестабилизация качественного и количественного состава ограниченно-летучих органических загрязнителей воды;

- после периода дестабилизации фиксировалось стабильное снижение интенсивности процессов биодеструкции органических соединений, что отражено в уменьшении концентраций продуктов этих процессов;

- содержание фталатов в воде из скважин оставалось на стабильно низком уровне после проведения декольматации. Данный эффект объясняется тем, что ДО в последние годы служили барьером для их проникновения из речной воды. После проведения декольматации улучшилась относительная сорбционная активность пластов, «очищенных» анаэробными процессами биотрансформации. В результате чего фталаты лучше задерживаются фильтрующими слоями скважин. Подобного не наблюдалось для другого инфильтрационного водозабора г. Уфы, расположенного на берегу р. Уфы в месте, где декольматация не проводилась;

- в отношении алкилбензолов, основной вклад в содержание которых вносят летучие представители (толуол, ксилол, этилбензолы и др.), декольматация сыграла отрицательную роль. Стали фиксироваться повышенные значения концентраций этих соединений в подземной воде, аналогичные речной;

- заметного снижения значений показателя жесткости в подземной и питьевой воде в ближайшие месяцы после проведения декольматации не выявлено. Вероятно, необходим более длительный период «отмывания» фильтрующих пластов ИВ от неорганических солей и восстановления в них окислительно-восстановительного потенциала.

## УСТАНОВКА ДЛЯ КИСЛОТНОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБ РАЗЛИЧНОГО ТИПА В ОТКРЫТОЙ СИСТЕМЕ

*А.В. Жилкина, В.П. Колотов, В.И. Широкова*

Институт геохимии и аналитической химии им.В.И. Вернадского РАН,  
119991 Москва, Косыгина 19, zhilkina@geokhi.ru

Разработана установка для кислотного разложения геологических образцов различного типа в стандартизуемых условиях. Установка представляет собой нагревательный блок из дюралюминия с гнездами для вкладышей, изготовленных из тонкостенного фторопласта, и двух типоразмеров для решения различных задач. Дно вкладышей представляет собой полусферу. При такой геометрии сосудов разлагаемая смесь сконцентрирована в основании, что ведет к уменьшению требуемого объема кислот для разложения и контролируемому упариванию. Нагревательный блок установлен на плитке с программатором температуры, дополнительно температура блока контролируется термопарой. Рабочий диапазон температуры системы разложения до +240° С. Блок обеспечивает равномерный нагрев всех вкладышей, в том числе и по высоте. Нагревательный блок с боковых сторон и сверху отделан толстостенными (1 см) фторопластовыми пластинами, что обеспечивает хорошую термоизоляцию. Конструкция нагревательного блока обеспечивает проведение разложения проб всех вкладышей строго в одинаковых условиях, при возможности задания профиля температуры во времени. Всё это способствует разработке регламента разложения во времени, минимизируя участие химика и способствуя улучшению метрологических параметров анализа.

Установка была апробирована на геологических образцах различной природы. Анализировали стандартные образцы с различной концентрацией оксида кремния: базальты (BIR-1, BCR-2, BHVO-2), гранит (GS-N), диорит (DR-N), серпентинит (UB-N). В качестве базовой методики разложения использовали методику НСАМ №499-АЭС/МС (редакция 2015 г.). Как показали эксперименты, для разложения стандартных образцов базальта (100 мг) упомянутая методика НСАМ хорошо работает. Однако, при разложении образцов UB-N, GS-N и DR-N были обнаружены проблемы, связанные с неполнотой разложения, поэтому методика была модифицирована. Для разложения 100 мг UB-N потребовалось увеличить количество кислот и, следовательно, увеличить время разложения. Для разложения образцов DR-N и GS-N (по 100 мг) использовали 0,5 мл H<sub>2</sub>O, 0,5 мл HClO<sub>4</sub>, 0,5 мл HNO<sub>3</sub> и 3 мл HF. Смесь нагревали до 140° С и упаривали до появления белых интенсивных паров. После чего пробы остужали до комнатной температуры, добавляли 1 мл HF и 0,25 мл HClO<sub>4</sub>, оставляли на 25 мин при комнатной температуре и далее упаривали в течение 30 мин при температуре 140° С до появления интенсивных белых паров. Вкладки вынимали, охлаждали, к их содержимому добавляли 2 мл H<sub>2</sub>O и продолжали упаривать еще 55 мин. до объема 1 мл. На следующем шаге добавляли 0,2 мл 0,1М H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> и 2 мл HCl, блок нагревали до 140° С и упаривали содержимое до 1 мл. Полученные растворы переносили в полипропиленовые пробирки для разбавления и последующей масс-спектрометрии.

*Работа ведется при поддержке РФФИ: грант № 16-03-01079.*

## ВЛИЯНИЕ ХЛОРИДА КОБАЛЬТА (II) НА СЕЛЕКТИВНОСТЬ СТАЦИОНАРНЫХ ФАЗ В ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

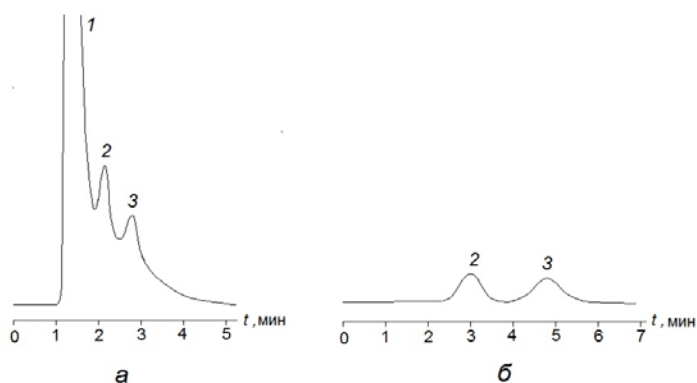
*Г.А. Журавлёва, О.В. Родинков*

Институт химии Санкт-Петербургского государственного университета,  
198504, Россия, Санкт-Петербург, г. Петродворец, Университетский пр. 26

При всем многообразии стационарных фаз, применяемых в газовой хроматографии, остается практически не решенной проблема селективного выделения отдельных групп анализов, а также группового разделения кислородсодержащих органических веществ и веществ, содержащих другие гетероатомы. В этом плане наиболее привлекательны высокополярные стационарные фазы, позволяющие проводить разделение летучих органических веществ (ЛОВ), прежде всего, за счет различной интенсивности диполь-дипольного и донорно-акцепторного взаимодействия со стационарной фазой.

Модификация стационарных фаз хлоридом кобальта создает благоприятные предпосылки для отделения кислородсодержащих соединений от других полярных органических веществ [1]. Это свойство может быть использовано, например, при анализе микропримесей в полярных кислородсодержащих растворителях, в частности, в этаноле. Следует отметить возможность применения модифицированных фаз также в газохроматографических методиках с сорбционным концентрированием ЛОВ при анализе объектов окружающей среды, когда низшие спирты используются для десорбции анализов из сорбционной колонки.

При использовании модифицированной хлоридом кобальта фазы пики определяемых микропримесей на хроматограмме элюируются до пика основного компонента, который таким образом не препятствует их определению. Пик этанола на хроматограмме (б) появляется через 20 минут (см. рис. 1).



**Рис. 1.** Хроматограммы, полученные при газохроматографическом анализе (150°C) этанола с примесями хлороформа (200 мг/л) и бензола (50 мг/л) при использовании насадочных колонок длиной 1 м, заполненных полисорбом-1 (а) (размер частиц 0,25 – 0,50 мм) и с тем же сорбентом, модифицированным 5%  $\text{CoCl}_2$  (б).

1 – этанол; 2 – хлороформ; 3 – бензол.

1. Родинков О.В., Журавлёва Г.А., Бугайченко А.С., Москвин Л.Н. Патент №2564344//Б.И., 2015, № 27.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-33-60099 мол\_а\_дк.*

## ОЦЕНКА ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ПОЧВ КАРАКАНСКОГО БОРА НОВОСИБИРСКОЙ ОБЛАСТИ

*И. С. Журкова*

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

Караканский бор, площадь которого составляет 99000 га[1], располагается в Новосибирской области за старинным селом Завьялово, представляет собой сочетание ленточных боров Алтая и приобских лесов, здесь произрастают растения, входящие в Красную книгу, редкие виды мхов, а так же грибы и ягоды, которые ежегодно в летне-осенний период собирают местные жители и туристы.

Исследование посвящено оценке экологической обстановки Караканского бора, в ходе которого определено содержание тяжелых металлов (Cu, Zn, Ni, Pb, Cd, As) в почвах. Отбор проб проводился стальным кольцом, применяемым при экогеохимических исследованиях, в местах удаленных от трассы. Подготовка проб выполнена по схеме: высушивание – измельчение – квартование – взвешивание – озоление – разложение кислотами. Атомно-абсорбционный анализ проведен на спектрометре SoolarM6 (фирмы ThermoElectron, Англия) с Зеемановским и дейтериевым корректором фона. Аналитические работы выполнены по аттестованным методикам в Аналитическом центре и лаборатории геохимии редких элементов и экогеохимии ИГМ СО РАН (аналитики Л.Н.Букреева и Л.Д.Иванова).

В таблице приведены средние значения валового содержания и значения ПДК (ОДК) [2] для изучаемых металлов в почве. Количество проб равно 12.

Показатель	Cu	Zn	Ni	Pb	Cd	As
Min, мг/кг	9,1	56,0	12,0	23,8	0,19	3,5
Max, мг/кг	12,0	67,4	15,0	28,2	0,30	5,7
Среднее содержание, мг/кг	10,2	59,8	14,3	27,0	0,25	4,6
Стандартная ошибка	0,50	2,2	0,57	0,48	0,02	0.39
ПДК (ОДК)	55,0	100	85	30	0,5	2,0

Установлено, что содержание меди, цинка, никеля и кадмия ниже предельно-допустимой концентрации в почве, показатели свинца ниже уровня ПДК, но близки к нему. Значение мышьяка превышает установленный уровень ПДК для валового содержания в два раза, более информативным в оценке загрязнения служили бы содержания подвижных форм мышьяка. Поскольку вокруг отсутствуют автомагистрали и промышленные предприятия, поступление токсичных металлов в почвы и растительность Караканского бора происходит за счет атмосферных осадков и лесных пожаров, которые периодически протекают на этой территории, приводя к активному перераспределению химических элементов[3]. В целом, экологическая обстановка Караканского бора находится в пределах нормы и благоприятна для населения.

1. Грицкевич О. В., Ушакова Е.В. Развитие рекреационного потенциала территории на примере Караканского бора Ордынского района Новосибирской области // Интерэкспо Гео-Сибирь. 2015. №1, Т.3, С. 46 – 51

2. Шубина А. Г., Синютина С. Е. Содержание тяжелых металлов, мышьяка и радионуклидов в почве ряда районов Тамбовской области // Вестник ТГУ. 2009. Т. 14, №1, С.85 –87

3. Щербов Б. Л., Лазарева Е. В., Журкова И. С. Лесные пожары и их последствия. 2015. ГЕО. 154 с.

ПРЕВРАЩЕНИЯ МИКРОЦИСТИНОВ В ВОДНОЙ СРЕДЕ:  
АНАЛИТИЧЕСКИЕ И КИНЕТИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ

*И.К. Журкович<sup>1</sup>, Н.Г. Ковров<sup>1</sup>, Н.В. Луговкина<sup>1,2</sup>, Б.Л. Мильман<sup>2</sup>*

<sup>1</sup> ФГБУН «Институт токсикологии» ФМБА РФ,  
192019, Санкт-Петербург, ул. Бехтерева, 1;

<sup>2</sup> ФГБНУ «Институт экспериментальной медицины» РАН,  
197376, Санкт-Петербург, ул. акад. Павлова, 12

Хозяйственная деятельность человека приводит к нарушению устойчивого элементного баланса в природных водоемах (эвтрофикация). В этих условиях цианобактерии как составная часть фитопланктона продуцируют разнообразные цианотоксины, обладающие гепато-, нейро- и дерматотоксическим действием. Процессы эвтрофикации развиваются также при искусственном разведении рыбы и моллюсков. Особую опасность для здоровья человека и животных представляют микроцистины - циклические гептапептиды. Пути биоаккумуляции и биотрансформации микроцистинов достаточно хорошо изучены, однако имеется немного сведений об их химических превращениях в водной среде.

В докладе представлены обзор рассматриваемой проблемы и собственные аналитические и физико-химические подходы к изучению поведения микроцистинов в воде. Проведенные авторами исследования, способствующие расширению научных представлений о процессах, протекающих в гидросфере, и надежной оценке безопасности природных водоемов, включают:

- создание справочной библиотеки tandemных масс-спектров токсичных циклопептидов с целью их идентификации в объектах окружающей среды;
- разработку методики одновременного количественного определения четырех микроцистинов (-LR, -RR, -YR и -LA) в воде методом ультраэффективной жидкостной хроматографии - масс-спектрометрии;
- изучение химической кинетики гидролиза микроцистинов в модельных растворах в условиях стресс-тестов;
- идентификацию продуктов гидролиза микроцистинов методом масс-спектрометрии и установление механизма гидролиза;
- изучение влияния основных кинетических факторов (температура, pH, УФ-облучение и др.) на деградацию микроцистинов в водных растворах.

Методики идентификации и количественного определения, параметры которых подробно охарактеризованы, прошли необходимую внутрилабораторную валидацию. Применение разработанных аналитических подходов привело к следующим выводам:

- реакция гидролиза микроцистинов имеет псевдопервый порядок; применимы уравнения, описывающие кинетику мономолекулярных реакций;
- гидролиз микроцистинов LR, RR, YR и LA протекает по одному механизму, включающему изначально образование ациклического линейного гептапептида;
- ускорению деградации микроцистинов способствуют специфический кислотный гидролиз, а также присутствие в растворах окислителей и комплексообразующих соединений.

Аналитические методики имеют широкий спектр использования. Полученные кинетические результаты могут быть полезны при прогнозировании периода естественной очистки природных водоемов, загрязненных микроцистинами, или в процессе их искусственной детоксикации.

МОНИТОРИНГ И АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА  
ЛИНЗОВОГО И ЛОВУШЕЧНОГО НЕФТЕПРОДУКТОВ

*И.И. Занозина<sup>1,2</sup>, И.В. Спиридонова<sup>1</sup>, М.В. Бабинцева<sup>1</sup>, Т.С. Хлопцева<sup>1</sup>, И.Ю. Занозин<sup>1</sup>*  
ПАО «Средневольтский научно-исследовательский институт по нефтепереработке»<sup>1</sup>,  
446200, Новокуйбышевск, ул. Научная, д.1, zanozinaii@svniinp.ru  
ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет»<sup>2</sup>,  
443100, Самара, ул. Первомайская, д.18, кафедра «ХТПНиГ», zanozinaii@mail.ru

Первоочередной задачей служб охраны окружающей среды (ООС) предприятий нефтепереработки и нефтехимии является сокращение вредных выбросов в воздушный и водный бассейны. Экологические проблемы решаются комплексно путем модернизации и оптимизации технологических процессов, а также вовлечения «отходов» производства во вторичную переработку. За «отходы» производства в данном случае примем сточные воды различных технологических установок нефтеперерабатывающих заводов (НПЗ), поступающие на очистные сооружения предприятия, образующие в итоге линзовый и ловушечный нефтепродукты (ЛЛНП).

Объекты, изучаемые службой ООС, неоднородны, нестабильны. Отсюда требуется постоянный мониторинг состава ЛЛНП с детальным изучением усредненных проб с целью принятия решения реального вовлечения нефтесодержащего компонента в переработку. Мониторинг осуществляется согласно графику отбора и анализа объектов ООС. Перечень и описание методов лабораторного контроля сточных вод определен отраслевыми Методическими рекомендациями на основе классического химического анализа. Тогда как детальный анализ ЛЛНП проводится с применением инструментальных методов и с предварительной пробоподготовкой. Исследование обезвоженного ЛЛНП – творческий процесс: комплекс физико-химических методов может включать ряд методов разделения – дистилляционная разгонка, хроматография, диализ; спектральный, электрохимический анализ и др.. По результатам исследований принимается конкретное решение по накопленному и обезвоженному ЛЛНП: либо вовлечение в переработку, либо использование в качестве компонента товарного продукта типа печное топливо, мазут топочный или битум, в зависимости от фракционного состава и регламентированных показателей качества.

Роль постоянно-действующего мониторинга сточных вод и в итоге квалифицированной оценки качества ЛЛНП значима для любого НПЗ вне зависимости от профиля производства (топливный, топливно-масляный, топливно-нефтехимический вариант переработки). В ходе формирования базы данных (БД) уточняется перечень ингредиентов и нормируемых показателей качества ЛЛНП, пополнение БД обеспечивает надежность и достоверность результатов. Необходимо подчеркнуть, что только совместные действия инженерно-технического персонала НПЗ и аналитиков природоохранных лабораторий дают положительные результаты в форме оперативного контроля и устранения нештатных ситуаций на производстве (идентификация утечек технологического оборудования и т.п.) и рациональном экономически обоснованном использовании ЛЛНП.

СОВМЕСТНЫЙ РОССИЙСКО-КИТАЙСКИЙ МОНИТОРИНГ КАЧЕСТВА ВОД  
ТРАНСГРАНИЧНЫХ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ БАССЕЙНА р. АМУР (2006-2015 г.) —  
УСПЕШНЫЙ ОПЫТ МЕЖДУНАРОДНОГО СОТРУДНИЧЕСТВА

*М.А. Запезалов*

ФГБУ «НПО «Тайфун», ул. Победы, 4, г.Обнинск, Калужской обл., 249038

E-mail: zapevalow@mail.ru

Совместный российско-китайский «План совместного мониторинга качества воды трансграничных водных объектов» бассейна р. Амур был разработан и принят в 2006 году. С российской стороны участниками программы являются четыре региональные лаборатории Росгидромета, подведомственные Дальневосточному УГМС (г.Хабаровск, г.Благовещенск), Приморскому УГМС (г.Владивосток) и Забайкальскому УГМС (г.Чита). С китайской стороны работы параллельно с российскими проводят шесть лабораторий: четыре в провинции Хэйлунцзян (станции мониторинга городов Хэйхе, Цзямусы, Сяньцзян, Цзиси, и Муданьцзянь) и две в провинции Внутренняя Монголия (станция мониторинга г. Хулунбуир).

Ежегодная Программа совместного российско-китайского мониторинга предусматривает:

- согласованные створы совместного наблюдения, этапы отбора проб (как правило, отбор проводят на 9 створах четыре раза в год в основные гидрологические фазы);
- перечень контролируемых показателей качества вод (в зависимости от положения створов контролируются от 30 до 40 показателей) и донных отложений (пять показателей);
- организацию отбора проб (технические вопросы);
- обмен данными мониторинга и их оценку;
- контроль качества - обмен шифрованными пробами и оценку результатов контроля;
- координацию работ (как стороны действуют в случае разногласий).

Отобранные в ходе совместных экспедиционных работ одни и те же пробы воды и донных отложений российская и китайская стороны анализируют отдельно в своих лабораториях по национальным (методикам) стандартам. Ежегодный объем измерений в 2007-2009 годах составлял около 4300 определений, в 2010-2015 годах увеличился до 5800 определений. В состав контролируемых показателей входят основные гидрохимические показатели, нефтепродукты, тяжелые металлы, а также токсичные органические загрязняющие вещества (пестициды, полихлорированные бифенилы, хлорфенолы, фталаты, летучие органические соединения).

Для контроля качества измерений стороны используют практику обмена шифрованными пробами. По согласованному перечню показателей каждая из сторон готовит шифрованные пробы, анализ которых проводит противоположная сторона. Оценку качества результатов анализа шифрованных проб проводят с использованием согласованных нормативов.

Результаты совместного российско-китайского мониторинга ежегодно обобщаются в виде аналитических отчетов, составляемых каждой из сторон по «своим» данным. Затем совместная рабочая группа экспертов по материалам отчетов сторон дает согласованную оценку качества трансграничных вод.

Выполненные за период 2006-2015 гг. наблюдения показывают тенденцию стабилизации или улучшения качества трансграничных вод бассейна р.Амур, подтвержденную независимо данными мониторинга российской и китайской сторон.

## ЦИКЛИЧЕСКОЕ ИНЖЕКЦИОННОЕ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТ - И НИТРАТ-ИОНОВ В СЛАБОМИНЕРАЛИЗОВАННЫХ ВОДАХ

*В.М. Захаренко\*, А.В. Мозжухин\*, А.Л. Москвин\*\*, Ю.С. Худяков\**

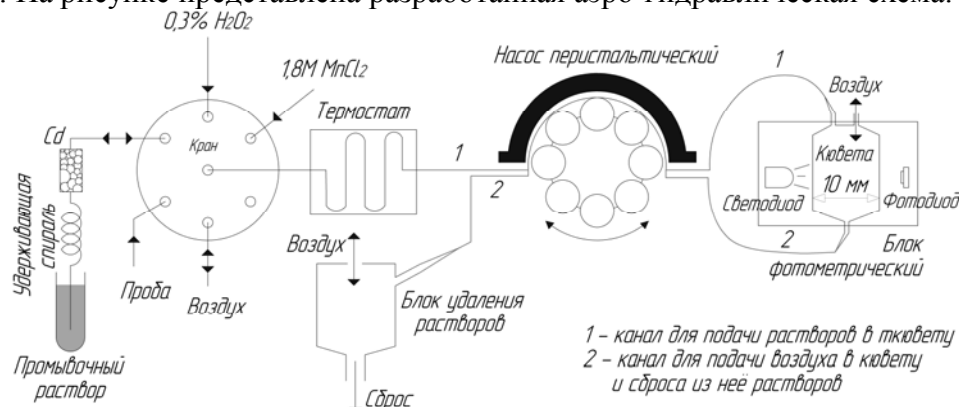
\*ЗАО НПО «Гранит-НЭМП», 193091, Санкт-Петербург, Октябрьская наб. д. 6

\*\*СПбГУ, Институт Химии,

198504, г. Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр. д. 26

В настоящее время активно разрабатываются приемы автоматизации циклического инъекционного анализа (ЦИА), имеющего большой потенциал для использования в зеленой аналитической химии. Одной из главных проблем ЦИ методик по сравнению с широко используемыми в экологии проточно-инжекционными (ПИ) методиками, является большая длительность времени анализа особенно методик с вспомогательными устройствами, к которым относятся и редуccionные колонки. Целью настоящей работы являлась разработка ЦИ схемы с редуccionной колонкой с минимально возможным временем анализа на примере методики последовательного определения нитрит- и нитрат-ионов.

Методика основана на реакции окисления ионов  $Mn(II)$  пероксидом водорода, катализируемой нитрит-ионами. Определение нитрат-ионов производили после их восстановления на  $Cd$ -редукторе. В качестве реагентов использовали: 0,3 % раствор  $H_2O_2$  в  $10^{-3}$  М  $H_2SO_4$ ; 1,8 М раствор  $MnCl_2 \cdot 4H_2O$  в 0,05 М растворе комплексона III;  $Cd$  гранулированный (Россия). В качестве промывочного раствора для  $Cd$  использовали  $8 \cdot 10^{-4}$  М раствор комплексона III с  $7,5 \cdot 10^{-4}$  М  $NH_4Cl$  в  $5 \cdot 10^{-4}$  М  $H_2SO_4$ . Растворы готовили на деионизованной воде. Диапазоны определяемых концентраций  $2,5 \cdot 10^{-2}$  – 0,75 мг/л для нитрит-ионов, и 0,1 – 5 мг/л для нитрат-ионов с пределами обнаружения  $5 \cdot 10^{-3}$  мг/л и 0,02 мг/л соответственно. Оптическую плотность растворов измеряли при  $\lambda$  520 нм. На рисунке представлена разработанная аэро-гидравлическая схема.



Методику последовательного определения нитрит- и нитрат-ионов проверяли при помощи аттестованных во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева ПИ методик определения нитрит-ионов (№ 242/25-2007) и нитрат-ионов (№ 242/24-2007). Также методику проверяли на различных типах вод методом добавок. Во всех случаях значения относительной случайной погрешности измерения не превышали 20 %. Предлагаемую ЦИ схему можно также использовать для раздельного определения нитрит- и нитрат-ионов. Время определения нитрит-ионов, нитрат-ионов и их последовательного определения в режиме ПИА – 4,5; 5 и 6 мин. соответственно; время определения по стандартной ЦИ схеме – 8; 8 и 14 мин. соответственно; время определения с использованием представленной ЦИ схемы 4; 5 и 9 мин. соответственно.

## ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОРМ МЫШЬЯКА: ПРОБЛЕМЫ И ДОСТИЖЕНИЯ

*Э.А. Захарова, С.Г. Антонова, Г.Н. Носкова*

Томский политехнический университет, г. Томск, пр. Ленина 30

Около 200 миллионов человек в 70 странах мира подвергаются риску отравления питьевой водой, загрязненной мышьяком, в результате чего возникают серьезные хронические и смертельные раковые заболевания. ВОЗ установила норму ПДК As в водах 10 мкг/л. Европейский виртуальный институт EVISA (<http://www.speciation.net>) осуществляет координацию усилий ученых по решению проблем, связанных с очисткой и мониторингом вод, загрязненных As. При этом важным является определение форм As (speciation), которые различаются по токсичности, биоусвояемости, подвижности и т.д. При определении форм As возможно изменение их под воздействием температуры, pH, ок/вос потенциала окружающей среды. Следовательно, speciation анализ должен быть экспрессным, чувствительным и проводиться «на месте». Среди большого числа аналитических методов лидером в анализе форм As является ВЭЖХ в сочетании с ИСР-МС. Однако приборная база их не дешева, а анализ может быть проведен только в лабораторных условиях. Электрохимические методы, в частности, вольтамперометрия (ВА), зарекомендовали себя как наиболее дешевые и портативные для определения следов As в водах «на месте». Пробоподготовка отсутствует или минимальна (картриджи с ионитами), не требуется использование токсичных и дорогих реактивов. Анализ вод может проводиться автоматически в потоке, с электродами по screen-printed технологии и длится 15-20 мин. В России для определения мышьяка широко используется портативный ВА-анализатор ПАН-As, (НПП «Томьаналит», г.Томск). Анализ литературы по теме «As speciation» за 2005-2015гг выявил тенденции ВА-анализа форм As: создание новых модифицированных электродов, замена Au и Pt на более дешевые композиты, содержащие наночастицы соединений Fe, Mn, Sn, Ru, Th; устранение мешающего влияния матрицы. Разработаны схемы косвенного и прямого ВА-определения неорганических форм As. Широко распространен прием селективного определения As(III), затем общего мышьяка после восстановления As(V–III) химическим или фотохимическим путем и определение содержания As(V) по разности. Авторами развиваются прямые ВА-методы определения As(III) и As(V) в одном растворе на фоне Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> (pH 9): способ 1 - с использованием медиаторной системы Mn(II)/Mn(0) [1]; способ 2 - фотохимическое восстановления As(V) в растворе Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> [2], а также их сочетание [3]. Принцип способов: получают селективный сигнал As(III), затем в раствор вносят катализирующую добавку или облучают УФ светом и измеряют увеличение сигнала As(III) - при наличии формы As(V) - пропорциональное ее концентрации. Предложенные способы определения форм As отличаются высокими чувствительностью, воспроизводимостью и селективностью к неорганическим формам As.

1. *Zakharova E.A., Noskova G.N., Antonova S.G., Kabakaev A.S.*// Int. J. Environ. Anal. Chem. 2014. V.94. № 14 – 15. P. 1478.
2. *Zakharova E.A., Noskova G.N., Moskaleva M.L., Elesova E.E. and Wildgoose G.G.*// Electroanalysis. 2015 V. 27. № 4. P. 890.
3. *Захарова Э.А., Антонова С.Г., Носкова Г.Н., Скворцова Л.Н., Тё А.В.* //Журн.аналит.химии. 2016. Т. 71. №8.

## МИКРОПЛАЗМЕННЫЕ АТОМНО-ЭМИССИОННЫЕ СЕНСОРЫ И ИХ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНИТЕЛЬНО К АНАЛИЗУ ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТОВ

Б.К. Зуев, В.В. Ягов, А.В. Травкина, А.А. Жирков

Институт геохимии и аналитической химии РАН им. В.И. Вернадского,  
119991, ГСП-1, Москва В-334, ул. Косыгина.19

Для проведения элементного анализа природных вод в ходе экологических исследований в полевых условиях нужны мобильные системы с небольшим энергопотреблением. Желательно, чтобы принципы, заложенные в основу таких устройств, позволяли им работать автономно без присутствия человека. Традиционные источники атомизации и возбуждения для спектрального анализа, как правило, достаточно громоздки, требуют значительного энергопотребления и потока газа. С другой стороны появление портативных спектрометров (в частности, приборов Ocean Optics, США) создает возможность создания атомно-эмиссионного сенсоров, пригодных для применения в полевых условиях. Для этого, однако, требуются подходящие экономичные источники атомизации и возбуждения. В настоящей работе в качестве таких источников предложены импульсные разряды между жидкими поверхностями анализируемого раствора. Предлагается использовать капельно-искровой разряд (КИР) и разряд при вскипании в канале (РВК). КИР возникает при сближении разноименно заряженных свободных поверхностей электролита в атмосфере газа. РВК образуется внутри жидкости между двумя жидкими электродами. Для РВК необходима двухэлектродная электрохимическая ячейка, заполненная раствором электролита, с пространствами, разделенными диэлектрической мембраной с узким отверстием (каналом). При замыкании высоковольтной электрической цепи вследствие омического нагревания в канале, происходит вскипание жидкости и образуется паровой пузырь. Канал перекрывается паровой пробкой и между ее жидкими стенками возникает газовый разряд, что сопровождается эмиссией света. Интенсивность линий металлов в факеле разряда служит аналитическим сигналом. Синхронные кинетические измерения силы тока и интенсивности света позволили выявить основные стадии КИР и РВК. Изучено влияние концентрации и природы фонового электролита, температуры, скорости потока, температуры и органических примесей на сигнал, определены оптимальные условия работы источников.

Показана возможность определения более чем двух десятков элементов, в первую очередь, легкоатомизируемых и легковозбудимых металлов. Сенсоры на основе КИР и РВК пригодны для определения К, Na, Ca, Mg во всех типах природных вод. Существенной особенностью РВК является возможность безреагентного анализа морской воды, что создает предпосылки для его применения в автономных подводных аппаратах. Сенсоры на основе КИР и РВК использовались для анализа природных и питьевых вод, технологических растворов, биологических жидкостей. Изучено распределение элементов в снегу вблизи трассы с интенсивным движением, а также в области геохимического барьера река-море. Перспективы атомно-эмиссионных сенсоров с источниками на основе КИР и РВК связаны с задачами анализа жидкости в потоке и применением в автономных подводных аппаратах.

*Данная работа была выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы» (Соглашение № 14.604.21.0095 УИС RFMEFI60414X0095).*

## ЧИСТОЕ РАБОЧЕЕ МЕСТО КАК СПОСОБ УСТРАНЕНИЯ ФОНОВОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПРИ ЭКОЛОГИЧЕСКОМ МОНИТОРИНГЕ

*А.Г. Иванова, Д.А. Коркина, Ю.Ф. Кларк-Карская,*

*А.И. Кузин, А.М. Захарова, И.Л. Гринштейн*

ООО «Аналит Продактс»,

199106, Санкт-Петербург, 26-я Линия В.О., д.15, кор. 2, лит. А, офис 9.08.

Задача определения элементного состава разнообразных типов природных вод является одной из актуальнейших в экологическом мониторинге. Водные образцы, как объекты анализа достаточно многообразны. Например, это могут ультрапресные воды, образцы снежного покрова с чрезвычайно низким содержанием элементов. Часто для таких типов объектов возникают исследовательские задачи определения низких концентраций элементов (на уровнях десятков мкг/л, и ниже). С другой стороны, это могут быть различные подземные и морские воды, рассолы. В таких типах объектов содержания матричных компонентов очень высоко, и в тоже время часто возникают задачи определения микропримесей. Современные высокочувствительные методы элементного анализа: атомно-абсорбционный (ААС), атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС) и масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС) позволяют решить практически любую задачу элементного анализа в таких объектах.

Одна из наиболее распространенных проблем при проведении анализа микрокомпонентов – возможность загрязнения пробы и градуировочных растворов в процессе подготовки к измерениям. К источникам загрязнения анализируемых растворов относятся воздух лаборатории, вода, реактивы, посуда, аппаратура и сам аналитик.

Для уменьшения ошибки определения, связанной с загрязнениями, необходим комплекс мер для их минимизации: контроль чистоты посуды, воды и реактивов, исключение влияния атмосферы лаборатории. Одним из наиболее универсальных средств уменьшения всех загрязнений является подготовка проб в так называемых чистых комнатах. Но приобретение, обустройство и эксплуатация таких помещений является технически сложным, дорогостоящим и не всегда целесообразным. Компанией ООО «Аналит Продактс» разработана простая, эффективная, удобная и экономичная замена чистой комнате – Чистое Рабочее Место (ЧРМ) для проведения элементного анализа.

В работе было проведено исследование по выявлению влияния загрязнений из окружающей среды лаборатории на результаты анализа образцов воды. Проведена оценка влияния использования ЧРМ на случайную и систематическую составляющую погрешности определения концентрации распространенных элементов при приготовлении градуировочных растворов. Выявлен уровень загрязнения градуировочных растворов при хранении их в ЧРМ и в обычных лабораторных условиях, а также оценены загрязнения при проведении пробоподготовки (концентрирования) проб воды различного типа. Установлено, что загрязнение растворов железом, кальцием, магнием и цинком не существенно на уровне концентраций 1-5 мкг/л, но становится заметным при анализе растворов на уровне концентраций < 0,5 мкг/л. Отмечено, что ошибка определения массовой доли железа, алюминия, цинка достигала 20% в случае приготовления растворов в помещении лаборатории. Также использование ЧРМ позволило снизить систематическую и случайную ошибки при построении градуировочных зависимостей.

# ОДНОВРЕМЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛАТОВ И НАФТАЛИНОВ В ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ХРОМАТОМАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

*О.Н. Изосимова, А.Г. Горшков*

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Лимнологический институт Сибирского отделения Российской академии наук,  
664033, г. Иркутск, ул. Улан-Баторская, 3

Современные методы мониторинга стойких органических загрязняющих веществ (СОЗ) для озера Байкала как источника питьевой воды мирового значения имеют огромное практическое значение. Среди СОЗ, обнаруженных в водной экосистеме озера, диэфиры-*о*-фталевой кислоты (фталаты) и полициклические ароматические углеводороды (ПАУ), в частности нафталины, отличаются максимальными концентрациями, достигающих уровней 2.2-4.5 и 0.10-0.21 мкг/л, соответственно. Тем не менее, их определение затруднено вследствие высокой вероятности «вторичного» загрязнения проб воды фталатами и высокой летучести нафталинов.

Для анализа байкальской воды предложен способ, основанный на экстракции поллютантов из воды *n*-гексаном с последующим прямым анализом экстрактов методом хроматомасс-спектрометрии. Хроматография на капиллярных колонках (DB-5ms, 5 %-фенил-метилполисилоксан, 30 м × 0.25 мм или Agilent, США или HT-8, 1,7-дикарба-клозо-додекарборан фенилметилсилоксан, 30 м × 0.25 мм, SGE, Ink., Austin, США) и детектирование аналитических пиков в режиме выбранных ионов дает возможность регистрировать гомогенные пики определяемых поллютантов. Отсутствие мешающих и минимальное число пиков сопутствующих компонентов позволяет проводить определение фталатов и нафталинов одновременно при детектировании ионов с *m/z* 149 (фталаты), 128 и 142 (нафталин и метилнафталины). Для количественного определения использован метод изотопного разбавления с использованием в качестве внутренних стандартов диоктилфталата-*d*<sub>4</sub> (*m/z* 153) и нафталина-*d*<sub>8</sub> (*m/z* 136). Нижние пределы определяемых концентраций фталатов и нафталинов оценены значениями равными 0.2 мкг/л и 0.02 мкг/л при *S/N* ≥ 10 для фталатов и для нафталинов (при объеме пробы воды равном 1 л) и погрешности измерения не более 10 % в диапазонах концентраций 0.2-1.8 и 0.02-0.15 мкг/л, соответственно. Отсутствие в методике стадии концентрирования экстрактов дает возможность проводить экстракцию *n*-гексаном с содержанием фталатов, не превышающим предела их определения в экстрагенте, а в случае нафталинов – устранить возможные потери аналита при концентрировании экстрактов под вакуумом.

Содержание фталатов и ПАУ в поверхностных водах

Район и время отбора проб	Содержание СОЗ, мкг/л			
	Σфталатов	ДЭГФ	ΣПАУ	Σнафталинов
оз. Байкал, 2014 г.	2.2-4.5	≤ 1.3	0.16-0.31	0.10-0.21
оз. Байкал, 1996 г.	-	1.0-1.2 <sup>1</sup>	-	-
оз. Байкал, 2006 г	-	-	≤ 0.03-0.43 <sup>2</sup>	0.16 <sup>2</sup>
оз. Куньмин, Чаоху Китай, 2015	0.4-4.1 <sup>3</sup>	≤ 0.2 <sup>3</sup>	-	-
Побережье Далянь, Китай, 2010	-	-	0.04-0.12 <sup>4</sup>	0.04-0.12 <sup>4</sup>
Реки Франции, 2015	0.23-2.1 <sup>3</sup>	0.3-1.7 <sup>3</sup>	1.0-5.4 <sup>5</sup>	0.7-2.3 <sup>5</sup>

<sup>1</sup> Барам Г.И. и др., ЖАХ, 2000, 55(8), 834-839; <sup>2</sup> Горшков А.Г. и др., Химия в интересах устойчивого развития, 2010, 18(6), 711-718; <sup>3</sup> Net S., at al., Environmental Science & Technology, 2015, 49, 4019-4035; <sup>4</sup> Liu X., at al., Ecotoxicology and Environmental Safety, 2013, 90, 151-156; <sup>5</sup> Rabodonirina S. at al., Environmental Pollution, 2015, 206, 38-48.

# ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ НА СИЛИКАГЕЛЕ, ПОСЛОЙНО МОДИФИЦИРОВАННОМ 6,10-ИОНЕНОМ И СУЛЬФАТОМ ДЕКСТРАНА

*А.Н. Иоутси, Е.Н. Шаповалова, И.А. Ананьева, О.А. Штигун*

Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова,  
Химический факультет, 119991, г. Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, строение 3

Разделение и определение ФКК в природных объектах остается важной и интересной задачей, которую чаще всего решают высокоэффективной жидкостной хроматографией. Получение новых стационарных фаз для ВЭЖХ, активно развивающееся направление в ВЭЖХ, особое внимание привлекают сорбенты для разделения маленьких полярных молекул, таких как ФКК. Нам предложен способ получения новых сорбентов для разделения полярных соединений на основе методики послойного нанесения, включающий в себя первичное модифицирование поверхности силикагеля поликатионом с последующей иммобилизацией полианиона. В качестве поликатиона использовали 6,10-ионен, который обладает высокой плотностью заряда цепи и средней гидрофобностью, что очень важно при создании полиэлектролитного покрытия для разделения полярных органических соединений. Ионены способны образовывать полиэлектролитные комплексы (ПЭК) с анионными полисахаридами, которые широко применяются для разделения полярных соединений и их энантиомеров. В работе синтезирован и исследован силикагель, послойно модифицированный 6,10-ионеном и сульфатом декстрана. Этот сорбент позволяет успешно за 10-15 минут разделять смеси 5-8 ФКК. Кислоты элюировали смесями цитратного или фосфатного (ФБ) буферного раствора и полярных органических растворителей. Изучено влияние природы и содержания органического модификатора, pH и концентрации буферного раствора на удерживание и разделение ФКК. Показано, что лучшее разделение ФКК получено для подвижной фазы: 15 мМ ФБ (pH 4.8)/метанол (90:10). Цитрусовый мед улучшает работу пищеварительной системы, облегчает кашель, оказывает активную помощь при сердечнососудистых заболеваниях, варикозном расширении вен, гриппе. В состав цитрусового меда входят фенолкарбонные кислоты (ФКК), например, кофеиновая, кумаровая, феруловая, ванилиновая и бензойная. Содержание сорбиновой, галловой, п-кумаровой и кофеиновой кислот определяли методом внешнего стандарта в образце абхазского цитрусового меда. Оно составило 5.10, 0.31, 0.42 и 0.70 мкг/мл для сорбиновой, галловой, п-кумаровой и кофеиновой кислот соответственно. Правильность определения кислот в цитрусовом меде подтверждали методом добавок.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ №15-03-05979а.*

ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКОЕ СОПРОВОЖДЕНИЕ В ОЦЕНКЕ УРОВНЯ  
ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЛИХЛОРИРОВАННЫМИ БИФЕНИЛАМИ  
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ Г. УСТЬ-КАМЕНОГОРСКА

*С.К. Кабдрахманова, Е. Шаймардан, К. Акатан, А.М. Жилкашинова, А.В. Троеглазова*  
Восточно-Казахстанский университет имени Сарсена Аманжолова,  
070020, г. Усть-Каменогорск, ул. Амурская, 18/1

Полихлорированные бифенилы (ПХБ) относятся к одним из наиболее опасных антропогенных загрязнителей окружающей среды, входящих в группу стойких органических загрязнителей (СОЗ), которые в виду своей токсичности и устойчивости, способности мигрировать на большие расстояния в воздухе, воде и накапливаться в живых организмах, оказывают неблагоприятное воздействие на окружающую среду и здоровье населения. На территории республики Казахстан расположено огромное количество разрушенных и заброшенных участков, загрязненных ПХБ.

Цель работы – исследование современного уровня загрязнения ПХБ в объектах окружающей среды под влиянием их долговременного применения.

Для оценки масштабов загрязнения ПХБ по выявлению закономерностей распределения их в объектах окружающей среды и современного уровня загрязнения под влиянием их долговременного применения было проанализировано 112 проб почв, вод, донных отложений, рыб и растительности. Пробы почв высушивали, просеивали через сито (400 mesh) и гомогенизировали. Высушенные до постоянной массы донные отложения гомогенизировали. Мышечную ткань и внутренности рыб, а также биомассу растений гомогенизировали и хранили при температуре 70 °С до проведения анализа. ПХБ из твердых матриц экстрагировали чистым органическим растворителем н-гексаном при кипячении с несколькими порциями растворителя в аппарате Сокслета. Экстракты пропускали через колонку с безводным сульфатом натрия, который затем промывали н-гексаном. Растворители из объединенных экстрактов удаляли в вакууме на роторном испарителе при температуре не выше 45 °С. Реэкстракцию органических соединений, оставшихся после упаривания растворителей в виде сухого остатка или масла, проводили смесью этилацетат:дихлорметан (1:1), объемом 1 мл. Полученные экстракты использовали для идентификации и определения ПХБ на хромато-масс-спектрометре Agilent 7890A/5975C (США) Пики ПХБ на масс-хроматограммах идентифицировали по относительным временам удерживания и отношениям площадей пиков изотопных молекулярных ионов.

В результате анализа почвенных проб, отобранных в различных функциональных зонах г. Усть-Каменогорска (городская свалка твердых бытовых отходов, близлежащие к «горячим» точкам земли сельскохозяйственного назначения, территории горно-металлургических комплексов и электроэнергетических секторов) установлено, что содержание ПХБ колеблется в пределах 0,022-171,192 мг/кг. Наиболее высокие уровни загрязнения почв выявлены на территории пруда-накопителя АО «УККЗ». Максимальные значения ПХБ в пунктах сельскохозяйственного назначения составляет 0,022 мг/кг. Это связано с тем, что различные загрязняющие вещества распространяются различными миграционными потоками, в т.ч. воздушными, что характерно для всех групп СОЗ. Не исключено также перемещение с частицами почвы и метелевыми переносами.

Все исследуемые материалы в зависимости от содержания в них ПХБ можно расположить в следующий ряд: донные отложения>водоросли>почва>рыба (мышцы)>рыба (внутренние органы)>растения.

## КАПИЛЛЯРНО-ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛКИЛАМИНОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ

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

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии  
198504, г. Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр. 26

Поиск подходов для одновременного определения широкого перечня низкомолекулярных алкиламинов, нормируемых в водных объектах, с использованием доступного большинству лабораторий инструментального оформления, по сей день остается актуальной задачей.

Целью настоящей работы являлось изучение возможности одновременного определения методом капиллярного электрофореза нескольких низкомолекулярных алкиламинов после отгонки с водяным паром по ГОСТ 31869-2012 (метод Б).

Исследовано электрофоретическое поведение определяемых алкиламинов (метиламина, диметиламина, этиламина, *n*-пропиламина, изопропиламина, *n*-бутиламина, изобутиламина, диэтиламина, *трет*-бутиламина и триэтиламина) и потенциально мешающих компонентов: катионов металлов и часто используемых органических азотистых соединений с высокими значениями ПДК в питьевой воде (этаноламин, диэтаноламин, триэтаноламин, диэтилендиамин, триэтилендиамин, уротропин). Выбраны оптимальные условия электрофоретического разделения алкиламинов. Состав ведущего электролита 20 мМ бензимидазола, 5 мМ винной кислоты, 2 мМ 18-краун-6. Условия гидродинамического ввода пробы - 30 мбар 15 с. При выбранных условиях разделения проанализированы модельные растворы после отгонки летучих алкиламинов с водяным паром. Оценена степень извлечения аналитов, которую учитывали расчете концентрации алкиламинов в анализируемых растворах.

Диапазон линейности градуировочных графиков 0.2–5 мг/л сохраняется для метиламина, диметиламина, этиламина, *n*-пропиламина и изопропиламина, 0.4–5 мг/л – для диэтиламина, *n*-бутиламина, изобутиламина, *трет*-бутиламина и триэтиламина.

Разработана методика определения органических аминов в питьевой и сточной водах методом капиллярного электрофореза. Для косвенного фотометрического детектирования в качестве ведущего электролита выбран смешанный раствор бензимидазола и винной кислоты. Ввод пробы – гидродинамический. Методика опробована на образцах питьевой и сточной вод. Правильность результатов подтверждена способом введено–найдено. Диапазон определяемых концентраций 0,25–5 мг/л. Время выполнения одного анализа 4–5 мин.

*Авторы благодарят за поддержку настоящей работы РНФ (грант 16-13-10117).*

## ОЦЕНКА ТОКСИЧНОСТИ ВОДЫ В ТЕРМИНАХ БИОТЕСТИРОВАНИЯ С ПОМОЩЬЮ МУЛЬТИСЕНСОРНЫХ СИСТЕМ

Д.О. Кирсанов, О.А. Задорожная, А.В. Легин

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии,  
190034, г. Санкт-Петербург, Университетская наб.7/9, Менделеевский центр

Проблема загрязнения водной среды является в настоящее время одной из самых серьезных для человечества. Для своевременного выявления загрязнений необходимо развитие методов оперативного мониторинга водных объектов. Веществ, являющихся потенциальными загрязнителями, сейчас насчитывается свыше 70000 и их число постоянно увеличивается. Разумеется, в такой ситуации индивидуальное определение всех потенциальных загрязнителей в каждой пробе воды не представляется возможным. В связи с этим особое значение приобретают аналитические методы группового определения различных загрязнителей, а также методы интегральной оценки качества воды. Среди последних наибольшее распространение в настоящее время получили методы оценки токсичности с помощью биотестирования – изучения реакций различных живых организмов, помещенных в исследуемую пробу. В качестве биологических реакций могут выступать выживаемость (дафнии), плодовитость (водоросли), хемотаксис (инфузории). Биотестирование не предоставляет информации о наличии и концентрациях индивидуальных токсикантов, однако, дает интегральную оценку качества воды и степени ее опасности для живых организмов, что делает его удобным методом мониторинга. Тем не менее, методы биотестирования страдают от ряда существенных недостатков: необходимость использования живых организмов, которые должны культивироваться в определенных условиях; длительное время анализа (в некоторых случаях до 72 часов). Инструментальное определение токсичности без использования живых организмов явилось бы крайне востребованной альтернативой традиционным методам биотестирования.

В настоящем докладе описаны результаты наших недавних исследований [1, 2], посвященных применению потенциометрических мультисенсорных систем в сочетании с методами машинного обучения для прогнозирования токсичности промышленных стоков и образцов воды из природных водоемов. Подход основан на использовании массива (набора) химических сенсоров с высокой перекрестной чувствительностью к различным группам загрязнителей. На большом количестве различных образцов показано наличие надежных корреляций между откликом массива потенциометрических сенсоров и биологическими реакциями различных организмов (рачки *Daphnia magna*, бактерии *Vibrio fischeri*, инфузории *Paramecium caudatum*, водоросли *Chlorella vulgaris*). В ходе потенциометрических измерений длительностью 3 минуты можно прогнозировать значение токсичности анализируемого образца воды в шкалах одного из биообъектов с относительной ошибкой на уровне 15-20%. Разрабатываемая методика представляется крайне привлекательной альтернативой методам биотестирования при решении задач экологического мониторинга.

[1] D. Kirsanov, E. Legin, A. Zagrebin, et al., *Analytica Chimica Acta* 824 (2014) 64.

[2] O. Zadorozhnaya, D. Kirsanov, I. Buzhinsky, et al., *Sensors And Actuators B: Chemical* 207 (2015) 1069.

НОВЫЕ МАГНИТНЫЕ СОРБЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ СО СТРУКТУРОЙ  
«ЯДРО – МНОГОСЛОЙНАЯ ОБОЛОЧКА»: СИНТЕЗ, СВОЙСТВА, ВОЗМОЖНОСТИ

*М. С. Киселева, Д.В. Пряжников, И.В. Кубракова*

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и Ордена  
Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии  
им. В.И. Вернадского Российской академии наук, 119991, г. Москва, ул. Косыгина, 19

Перспективным способом реализации процесса концентрирования является твердофазная экстракция с применением материалов, обладающих магнитными свойствами.

Разработаны новые подходы к созданию сорбентов на основе наноразмерного магнетита путем микроволнового синтеза [1,2]. С помощью ковалентной и/или нековалентной иммобилизации модифицирующих реагентов на поверхности магнитного носителя получены полифункциональные сорбенты со структурой «ядро - многослойная оболочка». Избирательность сорбентов по отношению к органическим загрязнителям (на примере фенола, 4-нонилфенола [3], 2,4-динитрофенола, бисфенола А) и ионам тяжелых металлов (на примере  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ) достигнута путем функционализации наночастиц магнетита бромидом цетилтриметиламмония и кремнийорганическими полимерами (ТЭОС, МПТЭОС). Состав, структура и сорбционные свойства новых материалов зависят от способа функционализации поверхности.

Полученные материалы сохраняют магнитные свойства носителя, устойчивы в водных средах различного состава и пригодны для одновременного или последовательного концентрирования и количественного элюирования компонентов различной природы в течение 30-40 минут. На примере определения следовых количеств фенольных производных и тяжелых металлов в водах показана эффективность полученных сорбентов для экологических исследований.

1. *И.В. Кубракова, И.Я.Кощеева, Д.В.Пряжников, Л.Ю.Мартынов, М.С.Киселева, О.А.Тютюнник.* Микроволновый синтез, свойства и аналитические возможности наноразмерных сорбционных материалов на основе магнетита // Журн. аналит. химии. 2014. Т. 69. №4. С. 378-389.

2. *D. V. Pryazhnikov, I.V. Kubrakova, M. S. Kiseleva, L. Yu. Martynov, I.Ya. Koshcheeva.* Preparation and structural characterization of nanosized magnetic solid-phase extractants// Mend. Comm. 2014. V. 24. №. 2. P. 130-132.

3. *Д.В. Пряжников, М.С. Киселева, И.В. Кубракова.* Поверхностно-модифицированный магнитный наноразмерный сорбент для МТФЭ-ВЭЖХ-УФ определения 4-нонилфенола в природных водных объектах // Аналитика и контроль. 2015 г. Т. 19. №3. С. 220-229.

# ПРЯМОЙ АНАЛИЗ СУСПЕНЗИЙ ПОЧВЫ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ДВУХСТАДИЙНОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ

*Ю.Ф. Кларк-Карская\*, А.М. Захарова\*, И.Л. Гринштейн\*,  
Ю.А. Захаров\*\*, Д.С. Ирисов\*\**

\*ООО «Аналит Продактс», Российская Федерация,  
199106, Санкт-Петербург, 26-я Линия В.О., д. 15, корп. 2, лит. А, офис 9.08

\*\*Казанский (Приволжский) федеральный университет,  
Российская Федерация, 420008, г. Казань, ул. Кремлевская, 18

Среди многих негативных последствий хозяйственной деятельности человека особое место занимает загрязнение окружающей среды тяжелыми металлами. Эти элементы являются чрезвычайно токсичными даже в минимальных количествах. В отличие от органических веществ, подвергающихся процессам разложения, металлы способны лишь перераспределяться между природными средами. Они концентрируются в живых организмах, вызывая при этом различные патологии. В связи с этим, контроль содержания тяжелых металлов в почвах остается важной проблемой.

Большинство существующих методик основаны на определении кислоторастворимых форм металлов, а не валового их содержания из-за сложности пробоподготовки, а именно разложения и перевода в раствор алюмосиликатов. Кроме того, при многостадийной пробоподготовке увеличивается погрешность анализа, риск загрязнения пробы и потерь элементов. Прямой анализ проб позволил бы обойти все эти проблемы. Ранее были попытки прямого ввода проб в атолизатор в виде суспензий, но из-за сильных фоновых влияний матрицы провести количественный анализ оказалось невозможно, и метод не получил широкого распространения.

В данном исследовании предложен способ прямого анализа почв в виде водных суспензий методом атомно-абсорбционной спектроскопии. Он основан на применении двухступенчатой атомизации, осуществляемой с помощью приставки АТЗОНД-1 к стандартной графитовой печи атомно-абсорбционного спектрофотометра Shimadzu AA-7000. Пробу в виде суспензии дозируют напрямую в графитовую кювету, где она атомизируется при 1500-3000°C в потоке аргона. При помощи вольфрамового зонда, помещаемого над дозировочным отверстием кюветы, осуществляется улавливание элементов. Затем кювету отжигают, и вводят зонд для вторичной атомизации элементов и измерения аналитического сигнала без помех.

В ходе исследования были подобраны условия анализа, позволяющие минимизировать матричные влияния. Реализована регулировка чувствительности для прямого измерения элементов, концентрации которых на несколько порядков превышают стандартный рабочий концентрационный диапазон спектрофотометра. Обеспечена корректность градуировки спектрометра методом добавок независимо от природы анализируемых образцов. Время, требуемое на измерение сигнала, не превышает двух минут.

Таким образом, метод двухстадийной атомизации позволяет расширить возможности и область применения атомно-абсорбционного спектрофотометра, а также значительно ускорить и упростить анализ за счет исключения химической пробоподготовки.

## ТОЧНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА МЕТОДОМ ИСП-МС

*В.П. Колотов, А.В. Жилкина, И.Н. Громяк, Е.С. Торопченова, Д.С. Гроздов*  
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,  
119991 Москва, ул. Косыгина 19, kolotov@geokhi.ru

Развитие фундаментальных исследований в геохимии, космохимии, во многих случаях определяется качеством полученных результатов анализа образцов, определяющих достоверность геохимических, петрологических исследований. В случае элементного анализа речь идет о достижении предельно возможных значений точности и правильности. Анализ методом ИСП-МС обычно состоит из трех основных этапов: пробоподготовки, измерения, обработки результатов масс-спектрометрии.

Пробоподготовка является ключевым этапом анализа, во многом определяющей метрологические параметры результатов анализа в целом. Для проведения разложения проб в открытой системе в ГЕОХИ РАН разработана и апробирована установка, обеспечивающая проведение операций разложения большого числа проб одновременно в одинаковых строго контролируемых условиях. Масс-спектрометрия полученных растворов проводится с использованием внутренних стандартов для коррекции возможного дрейфа чувствительности спектрометра. Разрабатывается программное обеспечение «iPlasmaProQuad» для обработки результатов квадрупольной масс-спектрометрии. Задача программного обеспечения состоит в проведении градуировок спектрометра, коррекции результатов анализа на различного рода интерференции, оценке вклада погрешности на каждом этапе измерения, оценки неопределенности результатов анализа (в том числе и единичного измерения), расчета предела обнаружения и т.д. Особенностью пакета является то, что вся входная и выходная информация, хранится в реляционной БД, что обеспечивает целостность данных, возможность прослеживания истории результатов, проводить корректирующие действия для улучшения правильности анализа.

На текущем этапе поставлена задача выхода на целевой метрологический уровень прецизионности и правильности при анализе геохимических образцов в 3-5% для большинства элементов. Контроль достижения этого уровня зависит от наличия стандартных образцов, содержание большинства элементов, в которых аттестовано не хуже упомянутого порога. В этой связи проведен частотный статистический анализ данных сертификатов ряда стандартных образцов, используемых для тестирования качества анализа. Среди них геологические образцы различного типа: ультраосновные породы (UB-N), основные породы (BHVO-2, BIR-1, BCR-2, DR-N), кислые породы (GS-N). Показано, что для образца UB-N в интервал погрешности аттестации от 0 до 5% попадает 4 элемента, для BHVO-2 – 15 элементов; BIR-1 – 16 элементов; BCR-2 – 23 элемента; DR-N – 16 элементов; GS-N – 20 элементов. В докладе приведены результаты анализов перечисленных образцов и показано, что по большинству элементов поставленные требования по прецизионности и правильности достигнуты.

*Работа ведется при поддержке РФФИ: грант № 16-03-01079.*

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЦЕТАМИПРИДА В СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПРОДУКЦИИ

*А.С. Комарова, Т.Д. Черменская, В.В. Человечкова*

ФГБНУ Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений,  
196608, Санкт-Петербург, г. Пушкин, ш. Подбельского, 3;

ООО «Инновационный центр защиты растений»,  
196607, Санкт-Петербург, г. Пушкин, ул. Пушкинская, д. 20, лит. А, пом. 7-Н.

Загрязнение пестицидами окружающей среды является негативным последствием деятельности человека. Пестициды и их метаболиты обладают высокой токсичностью, многие из них способны накапливаться в живых организмах. Пестициды относятся к загрязняющим веществам, контроль за которыми обязателен во всех объектах окружающей среды, согласно ФЗ РФ 109 «О безопасном обращении с пестицидами и агрохимикатами».

Целью данной работы была разработка и апробация методики определения остаточных количеств ацетомиприда, относящегося к классу неоникотиноидов, в сахарной свекле.

В аналитической лаборатории ВИЗР была разработана методика определения ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Работа выполнялась на хроматографе Acquity (Waters) с диодно-матричным детектором. Решены вопросы выбора оптимальной методики пробоподготовки, оптимальных параметров хроматографирования, определены рабочие диапазоны методики, установлены метрологические характеристики количественного анализа.

В разработанной методике установлен предел обнаружения ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы 0.05 мг/кг.

Эффективность предложенной методики продемонстрирована при анализе динамики разложения ацетамиприда, входящего в состав современного инсектицида Декстер, КЭ (106 г/л лямбда-цигалотрина + 115 г/л ацетамиприда), применяемого на сахарной свекле против свекловичных блошек, долгоносиков, тлей и лугового мотылька. Действующее вещество обнаружено в день обработки в целом растении в количестве от 0.14 до 0.29 мг/кг, в зависимости от региона проведения испытаний. В последующих точках отбора проб содержание ацетамиприда постепенно снижалось и на 30 сутки в целом растении составило от 0 до 0.01 мг/кг. При сборе урожая в корнеплодах и ботве сахарной свеклы ацетамиприд не обнаружен.

Данная методика утверждена Роспотребнадзором (МУК 4.1.3188-14) и внесена в Федеральный реестр методик измерений (ФР.1.31.2015.19370).

## КОМПЛЕКСНАЯ ЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ВОДЫ РЕКИ ТВЕРЦЫ (ИВАНЬКОВСКОЕ ВОДОХРАНИЛИЩЕ)

*А.Б. Комиссаров*

Иваньковская научно-исследовательская станция, Институт водных проблем РАН,  
171251, Тверская область, город Конаково, ул. Белавинская, д.61а

Река Тверца – главный приток Иваньковского водохранилища, на долю которой приходится 24 % его баланса. Длина реки – 188 км, площадь водосбора – 6 510 км<sup>2</sup>, среднегогодежный расход воды – 60 м<sup>3</sup>/с. Водосбор р.Тверцы относится к категории среднеоблесённых – доля лесов составляет около 30 %. Болота расположены в основном в верхней части бассейна и занимают менее 10 % его территории. В прибрежной зоне река зарастает водной растительностью, пойма местами заболочена.

Антропогенная нагрузка складывается за счёт поступления сточных вод от промышленных предприятий и объектов жилищно-коммунального хозяйства. Всего в бассейн реки сбрасывается около 13 млн.м<sup>3</sup> сточных вод, из которых 6 млн.м<sup>3</sup> сбрасывается непосредственно в р.Тверцу, а 7 млн.м<sup>3</sup> – в её притоки.

Воды р.Тверцы по своему гидрохимическому составу относятся к гидрокарбонатному классу кальциевой группы, по степени минерализации – к ультрапресным (верхнее течение) и пресным водам (среднее и нижнее течение), по степени жёсткости – к мягким, по величине pH – к нейтрально-слабощелочным. Для р.Тверцы характерны повышенные концентрации общего железа и высокие значения перманганатной окисляемости и цветности воды, что позволяет отнести её к мезо- и полигумозным водным объектам. По содержанию общего фосфора, минерального азота и величине общей биомассы фитопланктона воды р.Тверцы можно охарактеризовать как мезотрофно-эвтрофные.

Анализ экологических данных фитопланктона показал, что большинство видов и разновидностей водорослей относится к бетамезосапробам, однако за период исследования с 2009 по 2011 гг. наблюдалась тенденция снижения доли олигосапробов (показатели чистых, незагрязнённых вод) и увеличение доли альфамезосапробов (показатели загрязнённых вод).

Величина индекса сапробности изменялась от 1.5 до 2.2, что соответствовало по системе Сладечека 3-му классу качества воды «умеренно загрязнённая» и β-мезосапробной зоне. Величина индекса загрязнения воды (ИЗВ) изменялась от 0.5 (чистые воды) до 1.6 (умеренно-загрязнённые воды), однако среднегодовые значения ИЗВ составляли 1.0-1.4, что соответствовало 3-ему классу качества воды «умеренно-загрязнённые воды».

Оценка качества воды р.Тверцы проводилась по комплексной экологической классификации качества поверхностных вод, разработанной в Институте гидробиологии НАН Украины включает в себя эколого-санитарные (взвешенные вещества, цветность, pH, ионы аммония, нитриты и нитраты, фосфаты, общий фосфор, перманганатная окисляемость, биохимическое потребление кислорода, общая биомасса фитопланктона, сапробность) и эколого-токсикологические показатели (общее железо и марганец).

Было установлено, что по содержанию взвешенных веществ, значениям pH и концентрации общего фосфора воды р.Тверцы можно было охарактеризовать как «вполне чистые», по значениям перманганатной окисляемости – «сильно загрязнённые», по величине цветности – «грязные». По большинству остальных показателей вода характеризовалась как «удовлетворительно чистая» (3-ий класс качества). В целом, воды р.Тверцы можно классифицировать как «слабо загрязнённые» и отнести к β-мезосапробной зоне.

## РТУТЬ В НАЗЕМНЫХ И ВОДНЫХ ЭКОСИСТЕМАХ ЕВРОПЕЙСКОЙ ТЕРРИТОРИИ РОССИИ

*В.Т. Комов*

ФГБУН Институт биологии внутренних вод им. И.Д. Папанина РАН,  
152742, п. Борок Ярославской обл.

Токсический эффект ртутиорганических соединений для позвоночных животных неоднократно подтвержден в экспериментальных исследованиях. Данные по накоплению ртути (Hg) в животных, населяющих наземные, водные и околоводные экосистемы России немногочисленны и, как правило, ограничиваются изучением рыбы и отдельных гидробионтов. В связи с этим целью настоящей работы было определение уровней содержания ртути в тканях рыб, птиц и млекопитающих Европейской части России и оценка возможного риска для благополучного существования отдельных популяций, а также выявление территорий, где вероятность такого риска высока.

Для представителей грызунов Воронежской, Рязанской, Вологодской, Новгородской и Псковской областей характерны минимальные среди млекопитающих уровни содержания ртути. У пашечной полевки, желтогорлой, полевой и лесной мыши, рыжей полевки абсолютные концентрации Hg по всем органам и тканям с минимальными между ними различиями измеряются тысячными долями мг/кг сырой массы. У бурозубок, отловленных в Воронежской и Новгородской областях, содержание ртути было в среднем на порядок выше, чем у грызунов, и приближалось к уровням, характерным для рыб (0,1 мг/кг). Различия в концентрациях металла по органам и тканям были четко выражены: больше всего Hg содержалось в почках и печени, меньше – в мышцах и еще меньше – в мозге. В органах и тканях бурозубок из увлажненных биотопов, почвы которых содержали больше ртути, концентрации металла были выше, чем у животных из относительно сухих биотопов. Виды, обитающие в водоемах или около них, накапливали Hg более интенсивно. Так концентрации металла в почках и печени обыкновенной кутеры (Новгородская обл.) достигала 2-5 мг/кг, а в печени русской выхухолы (Липецкая обл.) – десятков мг/кг (максимально зарегистрированная величина – 60 мг/кг). Представители мелких куньих (ласка, горностай) содержали ртуть в органах в меньших количествах (до 0,3 мг/кг), чем крупные (норка, выдра, хорь). У последних среднее содержание металла в мышечной ткани составило 0,3-0,5, печени и почках – 0,5-0,7 мг/кг сырой массы. В то время как куница из западных районов Вологодской обл. (регион насыщен водоемами, заболоченными территориями и располагает промышленными предприятиями) накапливала ртути в 3 раза больше (в мышцах 0,6 мг/кг), чем животные из восточных районов.

Минимальные абсолютные концентрации ртути были зарегистрированы в органах и тканях галки и вороны: около 0,1 мг/кг. У чаек, крачек, чомги и цапли значения показателя выше. Самые высокие концентрации Hg были отмечены у крохали – в мышцах около 1, а в печени около 5 мг/кг сырой массы. Содержание ртути в белке яиц разных птиц отличалось больше, чем на порядок. У чайки серебристой и озерной уровень содержания ртути в белке яиц не превышал 0,1 мг/кг. У малой и черной крачек – составил около 0,2 мг/кг, а у сизой чайки – почти 1 мг/кг.

Концентрация ртути в мышечной ткани окуня (0,02 - 1,11 мг/кг) статистически значимо зависела от уровня pH воды ( $r = -0,63$ ,  $p < 0,02$ ). Рекордные уровни металла в мышцах были зафиксированы у рыб из озер Темное Вологодской обл. (3,01 мг/кг), Большое Горещкое Новгородской обл. (2,4 мг/кг) и Вуонтоленьеярви Республики Карелия (2,0 мг/кг).

# ФОРМИРОВАНИЕ АНАЛИТИЧЕСКОГО СИГНАЛА СЕНСОРА НА ОСНОВЕ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ С ТОКСИЧНЫМИ НЕПОЛЯРНЫМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ

*А.Н. Корешкова<sup>1</sup>, А.А. Козлов<sup>2</sup>, С.Д. Абдуллаев<sup>2</sup>, А.В. Иванов<sup>1</sup>, В.М. Карпов<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, химический факультет; 119992, Москва, Ленинские горы, д.1., стр.3;

<sup>2</sup>Московский институт тонкой химической технологии имени М.В.Ломоносова, 119571, Москва, пр-т Вернадского, д.86

Упорядоченные наноструктуры - фотонные кристаллы - благодаря изменению своих спектральных характеристик при взаимодействии с различными веществами (растворителями, кислотами, ПАВ, неорганическими ионами и др.) уже находят применение в химическом анализе. Аналитическим сигналом служит сдвиг максимумов спектров отражения, что в тест-варианте может быть визуализировано даже без использования приборов, по изменению цвета основы сенсора.

Фотонные кристаллы из полистирольных микросфер (диаметр частиц 230 или 170 нм) получали методом самосборки в результате испарения водной суспензии на поверхности стеклянной или акриловой подложки с нанесенной фторопластовой текстурой [1]. Сверху наносили слой смеси жидкого полидиметилсилоксана (ПДМС) с отвердителем. После застывания реакционной смеси получали твердую пленку ПДМС.

В итоге образуются органические композиционные структуры с регулярной упаковкой и хорошо воспроизводимыми спектральными свойствами: максимумы спектров зеркального и диффузного отражения лежат в области 520-540 нм (для фотонных кристаллов с размером микросфер 230 нм) и 440-450 нм (размер микросфер 170 нм). Полуширина максимумов спектров зеркального отражения составляет ~25 нм.

Данные композиционные материалы использованы как основа сенсоров на токсичные неполярные растворители. После нанесения на поверхность сенсора пробы (5-20 мкл) толуола, бензола, *о*-ксилола и др. в течение ~5 мин происходит изменение цвета обработанной области. ПДМС, набухая под действием неполярного растворителя, сдвигает верхний слой микросфер; растворитель проникает внутрь фотонного кристалла, заполняя межчастичное пространство в упорядоченной упаковке и вытесняя воздух. Полистирольные микросферы при взаимодействии с неполярным токсичным растворителем также могут набухать, увеличивая межчастичное пространство. В результате меняется период упаковки фотонного кристалла - аналогично увеличению периода дифракционной решетки, что видно по изменению цвета основы сенсора: из зеленого – в желто-красный (диаметр микросфер 230 нм) и из фиолетового – в сине-зеленый (диаметр 170 нм). Максимумы спектров диффузного отражения сдвигаются в область 610-620 нм и 490-510 нм, соответственно.

С помощью спектроскопии диффузного отражения изучена кинетика формирования отклика фотонных кристаллов (изменение спектральных характеристик). Максимум спектра отражения сдвигается через 10-15 мин после нанесения пробы растворителя, тогда как визуальный отклик возникает через 3-6 мин в зависимости от толщины слоя органического композиционного материала (0,1 – 1 мм).

Визуально с помощью предложенных сенсоров на основе фотонных кристаллов возможно обнаружить  $2,8 \cdot 10^{-5}$  моль толуола, методом спектроскопии диффузного отражения – до  $0,7 \cdot 10^{-5}$  моль.

1. Козлов А.А., Абдуллаев С.Д., Грицкова И.А., Иванов А.В., Флид В.Р., Корешкова А.Н. // Тонкие химические технологии. 2015. Т.10. № 6. С.58-63.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОМПОНЕНТОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ  
В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

*В.Е. Котова<sup>1,2</sup>, Ю.А. Андреев<sup>1,2</sup>, М.С. Черновьянц<sup>2</sup>*

ФГБУ «Гидрохимический институт»

344090, Ростов-на-Дону, пр. Стачки, 198

ФГАОУ ВО «Южный федеральный университет», химический факультет,

344090, Ростов-на-Дону, ул. Зорге, 7, [Valentina.E.Kotova@gmail.com](mailto:Valentina.E.Kotova@gmail.com)

Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) как компоненты нефтепродуктов являются объектом пристального внимания уже многие годы. Выделяют группу из 16 приоритетных ПАУ, которые обладают мутагенными и канцерогенными свойствами.

Источники поступления ПАУ и углеводородов (УВ) в окружающую среду достаточно многочисленны и имеют как природный, так и антропогенный характер. Допустимое содержание компонентов нефтепродуктов в объектах окружающей среды нормируется как по суммарному показателю, так и по минимальным значениям для отдельных ПАУ, которое, например, для донных отложений составляет 1 нг/г сухого вещества.

Для определения столь низких количеств индивидуальных веществ наиболее оптимальны хроматографические методы с различными вариантами детектирования. Изучение групп веществ нефтепродуктов проводили с помощью ВЭЖХ с флуоресцентным детектором Agilent 1260 InfinityLC и ГХ-МС Agilent 6850/5975С. Посредством варьирования длин волн возбуждения и испускания подобраны условия для измерения максимального аналитического сигнала по каждому ПАУ методом ВЭЖХ [1]. Исследование других групп органических веществ (преимущественно УВ) проводили методом ГХ-МС в режиме сканирования диапазона масс.

При анализе использовали способы определения компонентов нефтепродуктов, представляющие собой сочетание разных аналитических процедур: экстракционное извлечение их из матрицы образца с последующей очисткой и разделением сконцентрированного экстракта при помощи колоночной хроматографии на силикагеле Davisil (Grade 635)[2]. В результате проведенной работы установлена процедура количественного разделения и определения фракций алифатических УВ и ПАУ, оценены степени извлечения аналитов, составляющие более 70 % и 80 % (кроме нафталина и аценафтена), соответственно. При оценке пределов обнаружения по разработанной процедуре результаты составили от 0,2 нг/мл для бензо[а]пирена до 2 нг/мл для фенантрена и 0,5 мкг/мл для н-алканов (C<sub>10</sub>-C<sub>32</sub>).

Предложенный вариант анализа применен для донных отложений, отобранных из озера Байкал в 2013-2015 гг., массовые доли ПАУ составили 0,1-153,7 нг/г сухого вещества, а УВ – 14 мкг/г для C<sub>27</sub> и 32 мкг/г для суммы УВ (C<sub>21</sub>-C<sub>31</sub>). Разработанная схема анализа позволяет проводить одновременную идентификацию состава и определение содержания компонентов нефтепродуктов в объектах окружающей среды.

1. В.Е. Котова, Ю.А. Андреев, М.С. Черновьянц // тезисы докладов Всероссийской конференции «Теория и практика хроматографии» с международным участием, посвященная памяти проф. М.С. Вигдергауза. Самара, 2015 г. С. 52.
2. В.Е. Котова, Ю.А. Андреев // материалы научной конференции (с международным участием) «Современные проблемы гидрохимии и мониторинга качества поверхностных вод». Часть 2. Ростов-на-Дону, 2015 г. С. 33-37.

## ОБОГАЩЕНИЕ СЕЛЕНОМ РАСТИТЕЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ В ЗОНЕ ДЕФИЦИТА ЭЛЕМЕНТА

К.Ю. Кравец

Институт геохимии и аналитической химии им.В.И. Вернадского РАН

119991, Москва, ул. Косыгина, 19

Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова

Россия, Москва Gildules@gmail.com

Еще в 1992 году, Ермаков В.В. отмечал, что в Европейской части нечерноземной зоны России наблюдается дефицит селена, несмотря на тот факт, что в почве данного региона он находится в нормальном количестве. Так как основной причиной нехватки селена в геобиоценозе в данном регионе является слабая ассимиляция селена растениями из подзолистых и торфяных почв[1], то в данном исследовании было решено увеличивать его содержание, посредством фолиарного внесения селена в виде раствора селенита натрия. Таким образом, целью эксперимента, была оценка данного способа внесения, как способа обогащения продукции селеном.

Объектом исследования был выбран яровой ячмень сорта Раушан (*Hordeum vulgare* L.). Эксперимент представлял собой классический двухфакторный опыт, в котором первым фактором являлось количество азото-фосфорно-калийных удобрений (1NPK (100мг д.в./кг) и 2NPK(200мг д.в./кг)), а вторым – концентрация раствора селенита натрия внесенного на листья (контроль, 0,005%Se, 0,01%Se, 0,05%Se). Опыт проводился в сосудах Митчерлиха, фолиарная подкормка проводилась на стадии кущения. После сбора урожая, была проведена надлежащая пробоподготовка, для дальнейшего определения селена методом модифицированного флуориметрического анализа (МУК 4.033.11.95). Метод основан на мокром сжигании образца смесью азотной и хлорной кислоты, восстановлении шестивалентного селена до  $Se^{4+}$  и конденсации образующейся селенистой кислоты с 2.3-диаминонафталином с образованием флуоресцирующего комплекса – пиазоселенола.

Эксперимент показал, что по мере увеличения концентрации раствора селенита, концентрация селена в растении (как в соломе, так и в зерне) растет по экспоненте. Стоит отметить, что при более низком количестве внесенных минеральных удобрений, концентрация селена в растении (как в соломе, так и в зерне) выросла значительно сильнее, несмотря на то, что без фолиарного внесения селена, содержание селена в растении статистически значимо не отличается. Несмотря на это, следует отметить, что гигиенически допустимая концентрация селена (700 мкг/кг) в растении оказалась только при отсутствии или минимальной дозе селеновых удобрений (0,005% Se). Это говорит о том, что данный метод может быть применен для наших целей, но требует четкого соблюдения концентраций и дозирования.

1. Ermakov V.V. Biogeochemical regioning problems and the biogeochemical selenium provinces in the former USSR// Biol.Trace Element Res. 1992. Vol.33. N 3. P.171-185.

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФИРОВ  
о-ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ В СЛАБОАЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКАХ  
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОЭКСТРАКЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

*В.А. Крылов, П.В. Мосягин, А.А. Ермаков*

Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского,  
603950г. ГСП-20, Нижний Новгород, пр. Гагарина, д. 23, k658995@mail.ru

Эфиры *о*-фталевой кислоты (*о*-фталаты) являются распространенными токсикантами; они приводят к возникновению раковых опухолей, заболеваниям печени, почек, нарушениям репродуктивной функции. Появление *о*-фталатов в слабоалкогольных напитках связано с поступлением из пластифицированных полимерных уплотнений, тары и трубопроводов. В настоящем исследовании впервые в России разработано высокочувствительное хромато-масс-спектрометрическое определение *о*-фталатов в слабоалкогольных напитках (красное и белое вино, шампанское) с использованием микроэкстракционного концентрирования с ультразвуковым эмульгированием экстрагента. В качестве экстрагентов предложены экологически безопасные углеводороды – *n*-октан и гексан.

Анализ экстрактов проводили с использованием квадрупольного хромато-масс-спектрометра Thermo Scientific Focus DSQ II. Для экспрессного хроматографического разделения аналитов предложено использовать тонкопленочную колонку с толщиной неподвижной фазы DB-5ms 0.1 мкм, что в 2.5–3.5 раза меньше, чем у традиционно используемых. Это позволило в 1.5 раза сократить время анализа. Хромато-масс-спектрометрическую идентификацию примесей проводили в режиме полного ионного тока с использованием базы данных масс-спектров NIST-2005. Определение примесей проводили в режиме селективного ионного мониторинга по наиболее интенсивным линиям масс-спектра исследованных компонентов ( $m/z=163$  для диметилфталата и  $m/z=149$  для других *о*-фталатов). Обработка результатов хромато-масс-спектрометрического анализа проведена с помощью программного обеспечения X-Calibur. Для снижения пределов обнаружения введением больших проб (до 5 мкл) использовали термофокусирование *о*-фталатов на начальном участке хроматографической колонки.

В работе исследованы источники возможных систематических погрешностей определения: поступление *о*-фталатов из хроматографических септ; недостаточная чистота растворителей, влияние этилового спирта на экстракцию *о*-фталатов. Предложены способы учета и устранения систематических погрешностей. Проведен анализ реальных образцов слабоалкогольных напитков отечественного и зарубежного производства. Содержание *о*-фталатов составило 0.06-0.3 мг/л. Достигнутые пределы обнаружения токсикантов в слабоалкогольных напитках находятся на уровне  $10^{-5}$ – $10^{-6}$  мг/л, что не уступает лучшим мировым достижениям. Относительная расширенная неопределенность определения *о*-фталатов составляет 13–30 %.

# ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОЕ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФИРОВ ОРТОФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ В ВОДЕ С ЖИДКОФАЗНЫМ МИКРОЭКСТРАКЦИОННЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ

*В.А. Крылов, П.В. Мосягин, А. Мешергуй, Д.А. Барминов*

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского  
603950, Нижний Новгород, ГСП-20, пр. Гагарина, 23, k658995@mail.ru

Эфиры ортофосфорной кислоты (трихлорпропил-, трибутил-, триизобутил-, дибутилфенил-, трифенил-, дикрезилфенилфосфат и др.) используются как пеногасители в красках, эмульсиях, клеях, в качестве антифрикционных добавок к машинным маслам, антипиренов, пластификаторов, компонентов гидравлических жидкостей, гербицидов, синтетических моющих средств, экстрагентов для извлечения редких металлов. Столь широкое применение эфиров ортофосфорной кислоты привело к загрязнению данными веществами окружающей среды, в том числе объектов гидросферы.

Гигиенические нормативы лимитируют содержание эфиров ортофосфорной кислоты в воде на уровне  $1 \cdot 10^{-2} - 4 \cdot 10^{-4}$  мг/л. Для определения столь низких концентраций необходимо использовать сочетание высокочувствительных аналитических методов с предварительным концентрированием.

Нами разработана методика газохроматографического определения алкилфенил-о-фосфатов с предварительным жидкофазным микроэкстракционным концентрированием с ультразвуковым диспергированием экстрагента. В качестве экстрагентов исследованы бензол, гексан, четыреххлористый углерод. Хроматографическое разделение примесей осуществляли в капиллярной колонке с привитой слабополярной неподвижной фазой НР-5, а регистрацию – масс-селективным и пламенно-фотометрическим детекторами

Достигнуты коэффициенты концентрирования 40–380. Наибольшие коэффициенты концентрирования характерны для наименее растворимых в воде эфиров – трикрезил-, трифенил- и дикрезилфенилфосфата. Для снижения относительного предела обнаружения разработана методика введения больших проб, позволяющая вводить в хроматографическую колонку нескольких микролитров образца. Применен метод термодесорбционного концентрирования. Начальная температура колонки (80°C) поддерживалась в течение 2 минут, за это время основной компонент удалялся из колонки, а высококипящие аналиты, сконцентрированные на начальном участке колонки, разделялись после запуска программирования температуры. Благодаря сочетанию жидкофазного микроэкстракционного концентрирования и введения больших проб удалось значительно понизить пределы обнаружения примесей в воде, которые составили  $(1-4) \cdot 10^{-4}$  мг/л, что значительно меньше гигиенических нормативов, и находятся на уровне ведущих мировых результатов. Разработанная методика позволяет определять эфиры ортофосфорной кислоты в воде задолго до наступления критической ситуации.

Представлены результаты анализа воды различного происхождения: водопроводной, речной, водоемов промышленных зон, а также образцов снега. Содержание эфиров ортофосфорной кислоты составило  $(8-30) \cdot 10^{-4}$  мг/л. В наибольших концентрациях присутствуют трибутил-, трихлорпропил- и триизобутилфосфат в водоемах промышленных районов и в снежном покрове вблизи автомагистралей.

## ОЦЕНКА ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ВОДОЁМОВ

*В.А. Кудрявцева, Р.Л. Левит, Т.А. Попова, Т.Д. Шигаева*

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Санкт-Петербургский научно-исследовательский центр экологической безопасности Российской академии наук, Россия, 197110, г. Санкт-Петербург, ул. Корпусная, д.18

Донные отложения (ДО) можно рассматривать как один из наиболее информативных объектов при оценке экологического состояния водоемов из-за их способности накапливать загрязнения, поступающие с водосборов длительное время. Изучение состава и свойств ДО позволяет установить неблагоприятные в экологическом отношении участки водоемов, выявить и нейтрализовать источники загрязнения.

Проведено комплексное исследование донных отложений 13 станций северного и южного побережий восточной части Финского залива, координаты которых установлены и отслеживались при помощи спутниковой навигационной системы GPS. В летний период 2012, 2014 и 2015 гг. отбирались верхние слои осадков и пробы придонной воды. После соответствующей пробоподготовки определены валовые концентрации тяжелых металлов (Zn, Cd, Pb, Cu, Fe) в ДО методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ICP-MS) и содержание подвижных форм тяжелых металлов (ТМ), выделяемых при экстракции ацетатным буферным раствором с величиной pH 4,8, при этом анализ фильтратов проводился инверсионно-вольтамперометрическим методом (ИВ) на анализаторе АВА-3. Методом ИВ определены общее содержание ТМ (при pH 2,0) и концентрации подвижных форм в широком градиенте значений pH в пробах придонной воды, изучены сорбционные свойства ДО. Кроме этого, выполнен гранулометрический анализ всех проб ДО на лазерном анализаторе Horiba Partica LA-950 (Япония) и измерены ферментативные (дегидрогеназная и каталазная) активности (ФА) осадков.

Поверхностный слой ДО состоит в основном из песка, небольшое количество пелитовых фракций (5%) наблюдается на двух станциях. В целом уровень загрязненности тяжелыми металлами донных осадков, характеризуемый суммарным показателем загрязнения, был невысоким, за исключением ДО в районе Приморска, Мартышкино и Стрельны. За последние годы наметилась тенденция к ухудшению данного показателя практически по всем точкам отбора. Концентрации подвижных форм ТМ в ДО коррелируют с валовыми (коэффициент корреляции 0,99-0,78), при этом относительные содержания подвижных форм составляют 6,2; 32; 1,0; 5,2 % для Zn, Cd, Pb, Cu соответственно. Очевидно, что самый подвижный металл – Cd, а Pb связан с ДО наиболее прочно. Также наблюдается корреляция между содержанием подвижных форм ТМ в придонной воде и валовой концентрацией ТМ в ДО. Определённые сорбционные емкости осадков относительно невелики (~1 мг ионов ТМ/кг осадка), что можно объяснить слабой сорбционной способностью песчанистых грунтов. В то же время подтверждена высокая сорбционная способность аморфных оксидов железа по отношению к ионам ТМ. Сопоставление величин ФА осадков с концентрациями ТМ (как валовыми, так и подвижных форм) не показало заметной связи. Так как величина ФА определяется совокупностью природных и антропогенных факторов (геохимического класса, гранулометрического состава ДО, содержания органики, адаптации микроорганизмов к ТМ и др.), то для окончательного вывода о связи ФА с загрязнением ДО тяжёлыми металлами требуются дополнительные исследования.

Результаты исследования имеют значение при оценке угроз экологической безопасности водоемов, связанных с миграцией лабильных форм тяжелых металлов.

## РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ КОНТРОЛЯ ИНДИКАТОРОВ И ИХ КОМПОЗИЦИЙ В ПЛАСТОВЫХ ВОДАХ ДЛЯ ГЕОФИЗИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

*О.К. Кузьмина, Е.Д. Грибова, И.В. Мухина*

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

Основным методом повышения нефтеотдачи является заводнение. Для регулирования и контроля этого процесса используют индикаторные исследования. Результаты этих исследований используют для создания геологических и гидродинамических моделей нефтяных месторождений, определения остаточной нефтенасыщенности пласта, составления проектов для разработок месторождений и получения информации о направлении движения пластовых жидкостей.

В качестве индикаторов (трассеров) используют флуоресцентные красители (уранин, эозин, родамины С и Ж), ионные индикаторы (тиоцианаты, нитраты, фосфаты, карбамид и тиокарбамид) и органические индикаторы (спирты С1-С3). Использование в одном эксперименте нескольких (6 – 9) индикаторов одновременно значительно расширяет возможности метода, позволяет экономить время и средства. А также дает более полную информацию для оценки фильтрационной неоднородности месторождения и остаточной нефтенасыщенности пласта.

Однако, при одновременном использовании нескольких индикаторов значительно возрастает сложность их количественного химического анализа. Флуоресцентные красители оказывают мешающее влияние на спектрофотометрическое определение ионных индикаторов, так как происходит наложение их спектров поглощения на спектры поглощения комплексов ионных индикаторов. Поэтому важнейшей стадией химического анализа индикаторов в пластовой воде, влияющей на правильность результатов анализа, будет проведение сорбционного разделения индикаторов. Это позволяет значительно упростить сам анализ, улучшить его аналитические показатели (достоверность и точность) и сократить время его проведения.

Нами разработан алгоритм проведения анализа с использованием процедуры ТФЭ, оптимизированы условия разделения флуоресцентных красителей и ионных индикаторов. Показано, что флуоресцентные красители сорбируются на сорбционных патронах ДИАПАК С16, С8 и ИДК. Для КХА флуоресцентных красителей выбраны условия их элюирования, проведения измерений и режим обработки спектра.

Исследовано взаимное влияние выбранных индикаторов и состава пластовой воды на правильность результатов количественного химического анализа. Показано, что многокомпонентный состав водной матрицы не влияет на правильность количественного химического анализа тимочевины, мочевины и тиоцианат-иона фотометрическим методом.

Полученные в работе результаты показали, что использование разделения индикаторов методом ТФЭ позволяет одновременно определять тиомочевину, мочевины, тиоцианат-ион, уранин, эозин и родамин С в пластовой воде, позволяет значительно упростить процедуру пробоподготовки и сократить время анализа по сравнению с опубликованными в литературе методами в три раза. Диапазоны определяемых концентраций, полученные в нашей работе шире, чем опубликованные ранее в литературных источниках.

Использование на стадии пробоподготовки процедуры разделения ионных и флуоресцентных индикаторов позволило проводить анализ шести индикаторов при их совместном присутствии, в то время как в опубликованных методиках с использованием интерполяционного метода определяют не более четырех.

## АКТУАЛЬНЫЕ ПРАКТИЧЕСКИЕ ПРОБЛЕМЫ ЛАБОРАТОРИЙ ПРИ АНАЛИЗЕ ВОДЫ

*Н.К. Куцева*

Аналитический центр ЗАО «РОСА», 119297, Москва, ул. Родниковая, д.7, стр.35

В соответствии с ФЗ РФ N 416 «О водоснабжении и водоотведении» производственный контроль качества питьевой воды, качества горячей воды имеют право проводить лаборатории «аккредитованные в соответствии с законодательством Российской Федерации об аккредитации в национальной системе аккредитации». Аналогичное требование устанавливает ПП РФ № 525 относительно контроля сточных вод. По этим причинам, а также принимая во внимание тот факт, что анализ воды весьма востребован, многие лаборатории включают воду как объект анализа в область аккредитации.

Однако на практике, если лаборатория планирует широко заниматься анализом воды, следует принимать во внимание ряд факторов.

1. В России действует большое количество нормативных документов, которые устанавливают требования к различным типам воды. Нормативная база по воде настолько многообразна и запутана, что не всегда позволяет правильно выбрать методику анализа и способ подготовки проб.

2. Реальные содержания одного и того же показателя могут сильно варьироваться (от сотен и даже тысяч мг/л до нескольких мкг/л и даже нг/л, т.е. до 6-8 порядков), поэтому применяемые методы (методики) анализа должны иметь широкие диапазоны определяемых содержаний.

3. При выполнении анализа воды огромное значение в обеспечении достоверности результатов анализа имеет отбор проб.

4. Большинство показателей качества воды неустойчивы, срок хранения проб на отдельные показатели составляет несколько часов, поэтому важно организовать работу лаборатории так, чтобы до минимума сократить время от отбора пробы до начала анализа и предусмотреть способы консервации. Некоторые показатели необходимо определять непосредственно на месте отбора.

5. При организации контроля качества анализов необходимо учитывать специфику анализа различных типов воды.

Если лаборатория является структурным подразделением предприятия и выполняет анализы для нужд своего предприятия, то в этом случае обычно заранее определены перечни контролируемых показателей, точки отбора проб и периодичность отбора, выбраны методики анализа, не всегда требуется оформление протоколов исследований - данные могут передаваться в соответствии с установленным на предприятии порядком. Если же лаборатория оказывает услуги сторонним заказчикам, желательно определять более широкий перечень показателей, иметь автотранспорт и обученный персонал для выезда к заказчикам для отбора проб. Для многих таких заказчиков очень важно правильное оформление протоколов исследований.

Отдельная категория заказчиков – частные лица, работа с которыми имеет свою специфику: анализы выполняются за наличный расчёт, при этом часто вместе с протоколом анализа заказчики хотят получить дополнительные разъяснения и рекомендации.

Особо следует отметить различные задачи экологического мониторинга и определения фоновых уровней загрязнения водных объектов, а также гидрохимические исследования, когда отдельные анализы нужно выполнять на месте отбора, а для определения низких содержаний компонентов иметь дорогостоящее оборудование и особо чистые реактивы и материалы.

## РАСПОЗНАВАНИЕ ЗАПАХА ВОЗДУХА ПРИ ЭКОМОНИТОРИНГЕ

*Т.А. Кучменко*

Воронежский государственный университет инженерных технологий,  
394036, г. Воронеж, пр. Революции, 19

Наиболее динамично изменяющейся частью биосферы и особенно сложной для мониторинга является атмосфера. И хотя принято считать, что воздух не видимый и в идеале состоит из газов и паров без запаха, но именно запах воздуха является самым простым сигнализирующим фактором об изменении его качественного и количественного состава. Наиболее опасны изменения, которые невозможно зафиксировать наиболее удобным детектором – носом человека. В этом случае экологическая нагрузка со стороны жизненно необходимой части биосферы чрезвычайно велика и опасна. В соответствии с Федеральным Законом «Об охране атмосферного воздуха» под атмосферным воздухом понимается «жизненно важный компонент окружающей среды, представляющий собой естественную смесь газов атмосферы, находящуюся за пределами жилых, производственных и иных помещений» государство обязано контролировать в воздухе уровень содержания опасных и токсичных для человека веществ. Список таких соединений определен, введены нормы допустимого их содержания в воздухе. Часто ощущение какого-либо запаха, а особенно неприятного, тревожит человека больше всяких цифр и информации – по принципу – «не чувствую – не воспринимаю, а если чувствую – доверяю себе». При наличии в населенных пунктах и вблизи их различных производств жители часто жалуются на появление того или иного запаха, в этот момент резко возрастает число звонков в соответствующие службы экологического надзора и контроля.

Если природа запаха идентифицируется быстро (в случае обучения ранее человека по веществам в процессе жизнедеятельности), то быстро устанавливается и источник проблемы, принимаются ликвидационные меры. Однако далеко не всегда идентификация пахнущих веществ доступна широким слоям населения, а уж оценить реальную угрозу этого фактора сложно даже специалистам. Во многих странах мира ведётся разработка мобильных и доступных систем распознавания запаха воздуха, систем дистанционного контроля над содержанием наиболее опасных или масштабных легколетучих соединений. Так же, как в других сферах деятельности, где важен и информативен состав легколетучих фракций сложных образцов (анализ сырья и пищевых продуктов, непивших изделий из любых видов материалов природного и искусственного происхождения, воды различной природы, почвы, биопроб человека и животных) решение проблемы идёт по нескольким направлениям:

- 1) тренировка экологических «нюхачей» (по аналогии с флейвористами), что в случае экологического мониторинга не является безопасным или удачным решением;
- 2) создание улучшенных систем ольфактроники с возможностью отбора проб воздуха в любом месте, переноса их в лабораторию, идентификации основных одорантов и предложением решения по устранению неприятных запахов;
- 3) разработка улучшенных методов детектирования сложных смесей путем совмещения газовых хроматографов и одорометрического способа распознавания запаха отдельных фракций газов;
- 4) разработка мобильных комплексов по оценке уровня запаха (система «мобильный эколог»), но не всегда с возможностью его распознавания (чем пахнет?);
- 5) систем на основе массивов разнородных (мультисенсорные) или однородных (полисенсорные) измерительных элементов;
- 6) машин-роботов с более сложной организацией систем регистрации и распознавания запахов и принятием решения по выбору последующего действия.

# КЛАССИФИКАЦИЯ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ГРУППЫ ОПАСНОСТИ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МИКРОВЗВЕЩИВАНИЯ ПАРОВ

*Т.А. Кучменко, Е.В. Дроздова*

ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий»,  
394036, г. Воронеж, пр. Революции, 19 E-mail: DEvtn13@mail.ru

В состав полимерных материалов вводятся отвердители, пластификаторы, стабилизаторы и другие вспомогательные вещества, кроме макромолекул и добавок присутствуют остатки незаполимеризованных мономеров, катализаторы полимеризации или поликонденсации, продукты деструкции. Содержание свободных токсичных и опасных соединений (мономеры, остатки растворителя) в изделиях из полимерных материалов, контактирующих с пищей, строго нормировано. Однако, на сегодняшний день контроль эмиссии токсичных веществ и определение безопасности необходим для пластмасс любого назначения. Цель работы - разработка шкалы ранжирования пластмасс на группы опасности по результатам детектирования легколетучих органических соединений (ЛОС) массивом пьезосенсоров.

По откликам 8-ми пьезосенсоров при детектировании ЛОС при нормальной температуре ( $20 \pm 5$  °C) в РГФ над полимерами без разрушения предложен алгоритм классификации изделий на группы опасности. За основу взята классификация твердых бытовых отходов: I группа – чрезвычайно опасные; II группа – высоко опасные; III группа – умеренно опасные; IV группа – малоопасные; V группа – практически неопасные.

Для отнесения изделия к одному из этих групп из идентифицируемых в нем ЛОС выбирают вещество с наивысшим классом опасности, например, если в РГФ идентифицируется фенол, толуол, бензол и ацетон, то за основу расчета выбираем фенол, как вещество с наивысшим классом опасности, и учитывают содержание веществ. Условной границей содержание предложены уровни 5 и 10 ПДК<sub>с.с.</sub>. Превышение 10 ПДК<sub>с.с.</sub> для веществ низких классов опасности позволяет отнести изделие к более высокому уровню классификации (таблица).

Таблица. Критерии ранжирования образцов на группы опасности

Группы опасности		Алгоритм оценки опасности полимеров	
		Класс опасности детектируемого соединения	Уровень их содержания (по $\Delta F_{max}$ )
Высоко опасные	II	2	От 5 ПДК <sub>с.с.</sub> и выше
		3	От 10 ПДК <sub>с.с.</sub> и выше
Умеренно опасные	III	3	От 5 ПДК <sub>с.с.</sub> и выше
		4	От 10 ПДК <sub>с.с.</sub> и выше
Малоопасные	IV	2 или 3	До 5 ПДК <sub>с.с.</sub>
		4	От 5 ПДК <sub>с.с.</sub> и выше
Практически неопасные	V	2 или 3	Ниже уровня ПДК <sub>с.с.</sub>

В качестве количественных критериев для нахождения концентрации идентифицированных соединений используют максимальные сигналы наиболее специфических сенсоров к выбранным анализам. Принятый алгоритм применен для ранжирования по группам опасности образцов изделий из полимерных материалов.

Установлено, что для всех образцов изделий из фенолформальдегидных и полистирольных полимеров наблюдается превышение ПДК<sub>с.с.</sub> по специфическим вещества-маркерам (фенол, стирол) и они соответствуют II группе опасности. Применение массива 8-ми сенсоров приводит к существенному сокращению времени испытаний (120 с) и получению общей, но важной первичной информации о состоянии образца, не требуют сложной подготовки пробы к анализу, применения вспомогательных реактивов и дорогостоящих устройств.

## СОРБЦИОННО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОФЕНОЛОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ

*А.А. Кушнир, П.Т. Суханов, Е.В. Чурилина, Ю.А. Сальникова, Г.В. Шаталов*<sup>1</sup>

Воронежский государственный университет инженерных технологий

<sup>1</sup>Воронежский государственный университет

394036, Россия, г. Воронеж, проспект Революции, 19.

Нитрофенолы (НФ) могут содержаться в природных водах и промышленных стоках предприятий и образовываться при деградации некоторых видов фосфорорганических пестицидов.

В связи с содержанием НФ в водных средах на уровне микро- и ультрамикрореконцентраций, предварительное концентрирование остается необходимой стадией большинства аналитических методик определения.

Цель работы состояла в разработке способа определения нитрофенолов спектрофотометрическим методом после сорбционного концентрирования.

Для концентрирования НФ применен сорбент (ПС), полученный радикальной сополимеризацией функционального мономера – N-винилпирролидон (ВП) и сшивающего агента – этиленгликольдиметакрилат (ЭГДМА) в присутствии инициатора полимеризации (динитрил азобисизомасляной кислоты, AIBN) с соотношением ВП – ЭГДМА 1:1.

Образцы водопроводной и речной воды предварительно фильтровали для удаления взвешенных частиц и подкисляли HCl до pH 3. С помощью перистальтического насоса через концентрирующий патрон, заполненный ПС, со скоростью 2 – 5 мл/мин пропускали 1 л подготовленной воды. Патрон промывали 1,5 мл дистиллированной воды (элюат отбрасывали) и 5,5 мл 5 %-ного раствора аммиака со скоростью 0,5 мл/мин.

Десорбцию НФ с концентрирующего патрона необходимо проводить не позднее 15-20 мин по окончании пропускания раствора через колонку. Концентрирующий патрон, заполненный ПС, легко регенерируется для повторного применения и может применяться без потери сорбционных свойств не более 8 циклов «сорбция – десорбция».

Определение суммарного содержания НФ проводили на примере смесей, содержащих разные количества 4-нитрофенола, 2,4-динитрофенола и 2,4,6-тринитрофенола, наиболее часто присутствующих в водных объектах окружающей среды. Выбор стандартного вещества ( $X_{ст}$ ) для расчета суммарного содержания НФ в воде проводили по величине погрешности определения.

В зависимости от состава модельной смеси погрешность спектрофотометрического определения изменялась от 8 до 14 % ( $X_{ст}$  – 2,4-ДНФ). Если пересчет вели на 4-НФ или 2,4,6-ТНФ относительная погрешность изменялась от 62,15 до 6,3 % и от 30,5 до 0,7 % соответственно. Таким образом, в качестве стандартного вещества для оценки суммарного содержания НФ с минимальной погрешностью следует применять 2,4-динитрофенол.

Применение концентрирования обеспечивает снижение пределов обнаружения нитрофенолов в среднем на три порядка по сравнению с прямым спектрофотометрическим определением.

*Работа выполнена в рамках НИОКР по ГК № 4.2186.2014/К по теме «Разработка и конструирование мобильного комплекса для экологического мониторинга состояния водных объектов с возможностью концентрирования органических и неорганических загрязнителей "на месте"» от 17.07.2014 г.*

## ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЭКОЛОГО-АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ПРОЦЕССА ПОДГОТОВКИ ФЛОКУЛЯНТОВ ДЛЯ ОЧИСТКИ ПИТЬЕВОЙ ВОДЫ

*С.В. Лапина, Р.А. Сафьянова, Г.С. Ананьева, Е.В. Марянина*

ПАО «Казаньоргсинтез», 420051, г. Казань, ул. Беломорская 101, clo@kos.ru

Загрязнение природных вод - основных источников водоснабжения населения, нерациональное использование запасов пресной воды становится с каждым годом все большей проблемой. Обеспечение населения России качественной питьевой водой рассматривается как задача общегосударственного масштаба. В связи с этим одним из приоритетных направлений развития водохозяйственного комплекса ПАО «Казаньоргсинтез» является совершенствование технологии подготовки питьевой воды.

Система очистки питьевой воды предусматривает стадии коагулирования, отстаивания, фильтрования, обеззараживания. Интенсифицируют процесс коагулирования добавлением флокулянтов. Ввод флокулянтов в обрабатываемую воду позволяет улучшить качество воды: улучшается осветление воды, снижается общая щелочность, содержание железа, взвешенных веществ. Использование флокулянтов даже в незначительных количествах (0,01-0,5 мг/л) позволяет ограничить дозировку коагулянтов до минимального размера. В качестве флокулянта на ПАО «Казаньоргсинтез» используется PRAESTOL-органическое, синтетическое высокомолекулярное соединение на основе полиакриламида. Данный флокулянт может содержать остаточное количество акриламида (до 0,025%), который по степени воздействия на организм человека относится к 1 классу опасности, максимально-разовая ПДК в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м<sup>3</sup>, среднесменная - 0,05 мг/м<sup>3</sup>. Акриламид обладает раздражающим воздействием на слизистые оболочки, адсорбируется кожей. Поэтому важен контроль воздуха производственных помещений, в которых проводятся работы по приготовлению растворов флокулянтов.

В Центральной лаборатории Общества разработана и внедрена в аналитический контроль санитарно-промышленной лаборатории методика измерения акриламида в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом, который основан на реакции окисления акриламида до формальдегида смесью йодной кислоты и марганцовокислого калия с последующим взаимодействием формальдегида и хромотроповой кислоты с образованием соединения пурпурного цвета. Интенсивность окраски измеряют фотометрически при длине волны  $\lambda=590$  нм. Диапазон измеряемых концентраций от 0,03 мг/м<sup>3</sup> до 40,0 мг/м<sup>3</sup>. Подобраны оптимальные условия измерений, позволяющие определять концентрацию акриламида на уровне  $\frac{1}{2}$  ПДК: использован метод предварительного концентрирования, подобраны объем пробы, концентрация поглотителя, условия проведения реакции окисления акриламида и взаимодействия с хромотроповой кислотой.

Методика аттестована Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009.

## ИЗУЧЕНИЕ НАКОПЛЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ МЫШЕЧНОЙ ТКАНЬЮ РЕЧНЫХ МОЛЛЮСКОВ

В.В. Левинский, К.И. Тетерина, О.А. Тютюнник\*, М.С. Киселева \*

Тверской государственный технический университет (ТвГТУ)

170005, г. Тверь, наб. Аф. Никитина, 22;

\*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и  
Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии  
им. В.И.Вернадского (ГЕОХИ РАН), 119991, Москва, ул. Косыгина, 19

Целью работы является обоснование выбора организмов–биоиндикаторов, позволяющих выявить приоритетные загрязнители водных объектов. Объектом изучения стали донные отложения (ДО) р. Тьмаки (г. Тверь) и моллюски вида *Unio pictorum* и *Gastropoda*, занимающие разные экологические ниши водотока.

Тьмака – малая река, правый приток Волги, являющаяся рыбохозяйственным водным объектом второй категории. На всем протяжении Тьмака подвергается антропогенному воздействию, типичному для урбанизированного центрального региона России. Совместные комплексные гидрохимические и геохимические исследования ТвГТУ и ГЕОХИ РАН ведутся на протяжении 2010–2015г.г. в 4 створах наблюдения, которые характеризуют уровень антропогенной нагрузки на различных участках реки.

В июне 2015 г. был проведен отбор ДО и моллюсков (*Unio pictorum* и *Gastropoda*) в 1-ом и 4-ом створах наблюдения. *Unio pictorum* – типичный бентосный представитель пресноводных двустворчатых моллюсков, обитающих, преимущественно, в прибрежной зоне рек на песчано-иловатом грунте. *Gastropoda* – перифитонный моллюск, нуждающийся в постоянстве условий места обитания, благоприятном кислородном режиме и развитой водной растительности.

Методами АЭС-ИСП и ЭТААС в ГЕОХИ РАН были проведены исследования содержания тяжелых металлов (ТМ) в ДО и в мышечной ткани *Unio pictorum* и *Gastropoda*, т.к. по данным различных исследователей, именно мышцы моллюсков, в отличие от их раковины и внутренних органов, в большей степени накапливают ТМ.

Уровень загрязнения ДО Тьмаки в устьевой зоне в 2015 г. по отношению к «условно фоновому» участку представлен следующим рядом аккумуляции элементов: Pb(88)>Cu(6,4)>Zn(3,0)>P(2,6)>Sr(2,6)>Cr(1,8)>Mo(1,60)>Ni(1,3)>S(1,21)>Se(1,2).

По результатам расчетов коэффициента бионакопления  $K_b$  (отношение концентрации элементов в мышечной ткани моллюсков к их содержанию в донных отложениях), установлено, что для *Unio pictorum* ряд биологической аккумуляции составляют элементы (в скобках приведены  $K_b$ ): Se (4,4)>Zn(2,3)>Na(1,9)>P(1,2)>S(1,1). В то же время *Gastropoda* являются концентраторами меньшего перечня элементов, по сравнению с *Unio pictorum*: Se (3,7)>Na (2,7). Исходя из полученных данных, можно отнести моллюски вида *Unio pictorum* к макроконцентраторам Zn, Se и микроконцентраторами Na, P, S, а *Gastropoda* – только к макроконцентраторам Se и Na.

Сравнительный анализ содержания элементов в двух различных группах моллюсков показывает, что двустворчатые моллюски *Unio pictorum* аккумулируют интенсивнее, чем *Gastropoda*: Zn(3,3)>Ba(2,5)>Mn(2,1)>Cd (1,8)>P(1,5)>Fe(1,3)>S(1,2). В свою очередь *Gastropoda* аккумулируют больше, чем *Unio pictorum* элементы: Cu (19,3)>Li(7,7)>Sr(6,3)>Mg(4,6)>Ti(3,8)>V(3,5)>Si(3,0)>As(2,0)>K(1,8)>Co(1,5)>Na(1,5)>Zr (1,5)>Y(1,4)>Mo(1,4)>Ni(1,1). Эти особенности к биологическому накоплению элементов, в т.ч. ТМ следует учитывать при выявлении в водных объектах специфических загрязняющих веществ и источников их поступления. При этом статистически достоверной корреляции между содержанием элементов в донных отложениях и моллюсках не выявлено.

## РАДИОЛОГИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ СЕЛЬХОЗУГОДИЙ И ЧЕРНОБЫЛЬ ( к 30-летию аварии на Чернобыльской АЭС)

*М.И. Лунёв, П.М. Орлов*

ВНИИ агрохимии им. Д.Н.Прянишникова, 127550 Москва, ул. Прянишникова, 31-А.

В конце апреля 1986 года произошла авария на Чернобыльской АЭС. Суммарная активность выброса продуктов деления (без радиоактивных благородных газов) составила 50 МКи ( $1,85 \cdot 10^{18}$  Бк). На территории Российской Федерации почвы оказались загрязненными техногенным радионуклидом  $^{137}\text{Cs}$  выше  $1 \text{ Ки/км}^2$  в 19 областях. Наибольшие загрязнения почв радиоцезием были обнаружены в Брянской, Калужской, Тульской и Орловской областях.

С первых дней после аварии к работам по установлению характера и масштабов загрязнения окружающей среды радионуклидами были подключены различные общегосударственные и ведомственные службы, в том числе и агрохимическая служба Минсельхоза [1]. В июне – июле 1986 года на загрязненных территориях указанных областей было организовано сплошное радиологическое обследование сельскохозяйственных угодий и приусадебных участков. В Брянской области, например, с каждых 30-40 га были отобраны усредненные почвенные пробы (7,4 тыс.) и растительные пробы (11 тыс.), которые были проанализированы в агрохимических лабораториях России. В августе-сентябре этого же года каждое хозяйство получило карты с уровнями загрязнения сельскохозяйственных угодий. Сплошное радиологическое обследование сельхозугодий было проведено также в ряде других областей Европейской части России - Белгородской, Воронежской, Курской, Липецкой, Пензенской и др.

В Брянской области выше  $1 \text{ Ки/км}^2$  по  $^{137}\text{Cs}$  было загрязнено  $11824 \text{ км}^2$  сельхозугодий, что составляло 34% от общей площади области, в Калужской области –  $4919 \text{ км}^2$  (16,5%), в Орловской области -  $8972 \text{ км}^2$  (36%), в Тульской –  $11591 \text{ км}^2$  (45%).

По итогам многочисленных обследований территорий, загрязненных радиоактивными выпадениями после Чернобыльской аварии, и проведения исследовательских работ были разработаны рекомендации по ведению хозяйственной деятельности на этих территориях, а также карты реальных и прогнозируемых уровней их загрязнения радиоцезием [2]. Рекомендации по улучшению экологического состояния сельхозугодий включали в первую очередь агрохимические и агротехнические мероприятия.

С учетом радиоактивного распада на 2015 год для Брянской области среднее содержание  $^{137}\text{Cs}$  в пахотном слое почвы составляет 224 Бк/кг, в Тульской области – 178 Бк/кг, в Калужской – 110 Бк/кг, в Орловской области – 87 Бк/кг, для почв других загрязненных областей этот показатель не превышает 60 Бк/кг.

Для большинства областей Российской Федерации, подвергшихся воздействию радиоактивных выпадений после аварии, прослежена временная зависимость изменения концентраций  $^{137}\text{Cs}$  и  $^{90}\text{Sr}$  в почве реперных участков с 1991 по 2011 год.

Исходя из полученной зависимости, дана оценка периодов полувыведения  $^{137}\text{Cs}$  и  $^{90}\text{Sr}$  из почвы в условиях загрязнения от аварии на ЧАЭС. Период полувыведения  $^{137}\text{Cs}$  из загрязненной Чернобыльскими выпадениями почвы составил  $24,0 \pm 1,5$  года, для  $^{90}\text{Sr}$  эта величина равняется  $22,5 \pm 3,5$  года.

1. Орлов П.М., Лунёв М.И., Сычёв В.Г. Радиационный мониторинг сельскохозяйственных угодий Российской Федерации. – М.: ВНИИА, 2015. - 176 с.

2. Атлас современных и прогнозных аспектов последствий аварии на Чернобыльской АЭС на пострадавших территориях России и Беларуси (АСПА Россия-Беларусь)/ Под ред. Ю.А.Израэля и И.М.Богдевича. – Москва-Минск: Фонд «Инфосфера» - НИА – Природа, 2009. – 140 с.

ИМПЕДАНСОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ  
ПОВЕРХОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ  
*В.Н. Майстренко, Р.А. Зильберг, А.В. Сидельников, Д.И. Дубровский*  
Башкирский государственный университет,  
450076 Уфа, ул. Заки Валиди, 32, zilbergra@yandex.ru

Пути повышения селективности методик определения в аналитической химии, как известно, разнообразны. Например, в потенциометрии разрабатывают мембраны для изготовления ион-селективных сенсоров, во многих других методах селективность повышают экстракцией или сорбцией веществ или сочетанием методов. Важнейшими задачами при этом остаются повышение селективности, чувствительности определения веществ при одновременном улучшении характеристик экспрессности, автоматизации для проведения on-line, in-line анализа. Первостепенно такие задачи необходимо решать при разработке методик определения и контроля загрязнителей, масштабно используемых в промышленности и быту. Одними из таких веществ являются поверхностно-активные вещества, которые широко используются в производстве. Наличие ПАВ в сточных водах обуславливает уменьшение поверхностного натяжения воды и образование стабильной эмульсий с частицами загрязнителей, что в свою очередь снижает эффективность работы отстойников и биологических фильтров.

В работе предложен новый способ определения ПАВ методом импедансной спектроскопии, позволяющий снизить нижний предел обнаружения ПАВ и уменьшить объемы исследуемых проб с возможностью проведения он-лайн анализа.

Импедансная спектроскопия - это метод исследования различных объектов, основанный на измерении и анализе зависимостей импеданса от частоты переменного тока. Важным преимуществом метода является высокая чувствительность измерений, отсутствие требований к селективности электродов, присутствию окрашенных компонентов, наличию гетерогенных фаз и др.

Нами разработаны электрохимические системы и хемотрические подходы к извлечению информации о содержании ПАВ в воде и водно-органических смесях методом импедансометрического титрования. Спектры мнимой и действительной составляющих импеданса, регистрируемые онлайн в процессе титрования, преобразовывали методом главных компонент (ГК) в точки на плоскости ГК. Впервые показано, что вокруг КТТ точки на графике счетов МГК-моделирования формируются линейные участки, а перегиб кривых характеризует состояние эквивалентности титриметрической реакции между катионным и анионным ПАВ в процессе титрования. Рассчитаны метрологические характеристики предлагаемой методики определения ПАВ.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект 14-03-97067 р\_поволжье\_a и 15-03-01388-a.*

# ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ РАДИАЦИОННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ В МАЛЫХ ДОЗАХ НА ГЕНЕТИЧЕСКИЙ ПОЛИМОРФИЗМ ПОПУЛЯЦИЙ СОСНЫ ОБЫКНОВЕННОЙ

*Е.С. Макаренко<sup>1</sup>, П.Ю. Волкова<sup>1</sup>, А.А. Удалова<sup>1,2</sup>*

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт радиологии и агроэкологии»,

249032, Калужская область, г. Обнинск, Киевское шоссе, 109 км;

<sup>2</sup>Обнинский институт атомной энергетики – филиал Национального исследовательского ядерного университета «МИФИ»,

249040, Калужская область, г. Обнинск, Студгородок, 1

В результате аварии на Чернобыльской АЭС в наибольшей степени подверглась радиоактивному загрязнению территории Республики Беларусь и Украины. Наиболее загрязнённой территорией Российской Федерации является Брянская область. Среди древесных растений хвойные породы наиболее чувствительны к действию ионизирующего излучения и, как следствие, удобны для оценки состояния природных популяций, находящихся в условиях хронического радиационного воздействия. Сосна обыкновенная является хорошей моделью для изучения генетики адаптации из-за высокого уровня генетического разнообразия, сильной стрессовой реакции и долгой истории экологических и генетических исследований. На данном объекте нашей научной группой уже были отработаны многочисленные методики определения биологических показателей, таких, как частота аберрантных клеток в корневой меристеме проростков семян и в интеркалярной меристеме хвои, изучение спектра цитогенетических нарушений, радиочувствительности семян, репродуктивного потенциала популяций, морфометрических параметров хвои, частота мутаций и полиморфизм изоферментных локусов.

Целью настоящей работы являлась оценка влияния хронического радиационного воздействия на генетический полиморфизм популяций сосны обыкновенной.

Исследование проводилось в Новозыбковском, Клиновском, Красногорском, Выгоничском и Унечском районах Брянской области, а также в Хойникском и Брагинском районах Гомельской области. Основным дозообразующим радионуклидом на изучаемых территориях является <sup>137</sup>Cs, удельная активность которого в почве на глубине 0-5 см составляет 36-66300 Бк/кг. Все пробные площадки характеризуются гомогенным древостоем и однородными климатическими условиями.

Хвою сосны отбирали в 2015 г. с 15-20 деревьев в каждой из 9 популяций. Проба помещалась в криопробирки и замораживалась в жидком азоте для транспортировки и хранения. Для оценки генетического полиморфизма природных популяций используется метод AFLP – оценка полиморфизма длины амплифицированных фрагментов ДНК. При выделении ДНК 100 мг хвои гомогенизировали в жидком азоте с использованием SuperFastPrep-1 (MP-Biomedicals, the USA), затем использовали набор для колоночного выделения ДНК DNeasy Plant Kit (Qiagen, Germany). Исследование генетического полиморфизма амплифицированных фрагментов проводили по классической методике (Vos et al, 1995) с модификациями.

Данная работа позволяет оценить интенсивность мутационных процессов, в популяциях растений, много лет произрастающих в условиях хронического радиационного воздействия и вносит вклад в разработку принципов и норм радиационной защиты биоты. Анализ связей генетического полиморфизма признаков и факторов внешней среды также является перспективным с точки зрения разработки новых методов оценки состояния окружающей среды.

## ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ ДЛЯ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ АНИОННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В ПОТОКЕ СТОЧНЫХ ВОД

*Н.М. Макарова, Е.Г. Кулапина, Е.С. Погорелова*

ФГБОУ ВО «Саратовский национальный исследовательский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского», 410026, г. Саратов, Астраханская, 83,

E-mail: makarova2114@mail.ru

Широкое применение синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ) в различных отраслях промышленности может приводить к загрязнению поверхностных вод. Многие ПАВ негативно влияют на развитие флоры и фауны и на здоровье человека. Контроль за содержанием этих токсикантов в присутствии органических и неорганических веществ затруднён ввиду многообразия типов СПАВ и области концентраций, подлежащих изменению: от следов в бытовых стоках до десятков процентов в промышленных сточных водах. Одной из актуальных задач контроля содержания СПАВ различных типов является разработка простых, экспрессных, высокочувствительных способов их определения в сточных водах промышленных предприятий, выпускающих продукты бытовой химии.

В настоящей работе оценена возможность организации поста контроля суммарного содержания анионных ПАВ в сточных водах промышленного предприятия, выпускающего продукты бытовой химии, с использованием твердоконтактных потенциометрических сенсоров (электронный проводник – графит). В качестве электродноактивных компонентов мембран использовались ионные ассоциаты додецилсульфата (ДДС) с цетилпиридинием (ЦП) или катионным комплексом меди (II) с 1,10-фенантролином (Phen) ( $[\text{Cu}(\text{Phen})_2]\text{ДДС}_2$ ). Определение анионных ПАВ в поточном режиме проводилось в лабораторных условиях в специальной ячейке объемом 1 л, позволяющей моделировать поток растворов ПАВ с регулируемой скоростью. Надежно закрепленные АПАВ-сенсор и электрод сравнения погружались в ячейку, через которую циркулировал поток водного раствора, содержащий анионный ПАВ, из стеклянной емкости объемом 3 л. Скорость потока соответствовала среднему потоку сточных вод на одном из предприятий, выпускающим продукты бытовой химии, и составляла 0,5 л/мин. Аналитический сигнал с сенсора постоянно регистрируется с помощью ионометра. В качестве анализируемых объектов использовались модельный раствор, представляющий собой  $1 \cdot 10^{-4}$  М (28,84 мг/л) водный раствор ДДС (предварительное исследование) и образец сточной воды промышленного предприятия с содержанием анионных ПАВ ( $29,4 \pm 1,2$ ) мг/л (ПНД Ф 14.1:2:4.15-95).

Определение анионных ПАВ проводилось методами прямой потенциометрии и потенциометрического осадительного титрования (титрант – ЦП). При прямой потенциометрии аналитический сигнал с сенсоров регистрировался постоянно в течение 5 суток непосредственно при нахождении сенсоров в объектах исследования. Уменьшение содержания суммарного содержания анионных ПАВ в исследуемых образцах связано, вероятно, с деградацией ПАВ с течением времени. Правильность определения СПАВ контролировали методом «введено-найдено». Относительная погрешность определения не превышала 5%.

Таким образом, разработанные сенсоры можно использовать для экспрессного мониторинга содержания анионных ПАВ в широком концентрационном диапазоне ( $2 \cdot 10^{-7}$  –  $1 \cdot 10^{-2}$  М) в потоке циркуляционных и сбрасываемых сточных водах на промышленных предприятиях.

## МЕТОД «ХИМИЧЕСКИХ ЛОВУШЕК» В ОБЕСПЕЧЕНИИ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ НЕСТАБИЛЬНЫХ И РЕАКЦИОННОСПОСОБНЫХ КОМПОНЕТОВ ЗАГРЯЗНЕНИЙ ВОЗДУХА

*И.Б. Максакова, Л.В. Елисеева*

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д.19 E-mail:imax@b10.vniim.ru

«Химические ловушки» или улавливание с помощью хемосорбции в сочетании с подходящим для этого инструментальным окончанием являются основой большинства методов, так называемой «мокрой» химии, используемых для определения «кислых» газов. Одновременно для измерения концентрации таких газов как оксиды азота, диоксид серы, гидрохлорид, гидрофторид, фтор и др. широко применяются газоанализаторы, реализующие различные принципы (электрохимия, оптика и т.п.). Последние требуют выполнения регулярных градуировок (и поверок) с использованием газовых смесей в баллонах, паровых источников газовых смесей, источников микропотока.

Однако существует ряд газов, для которых создание необходимых для градуировки анализаторов газовых смесей практически неосуществимо. Так, например, для анализаторов диоксида хлора невозможно приготовить стабильную газовую смесь или создать источник микропотока ни для высоких концентраций, ни на уровне ПДК. Те же проблемы, в большей или меньшей степени, относятся к измерениям паров азотной кислоты, озона, синглетного кислорода и ряда других веществ. Таким образом, единственным способом градуировки используемых газоаналитических приборов является метод «химических ловушек».

Основное требование к «химическим ловушкам» - исчерпывающая (100%) и быстрая конверсия искомого аналита в конечный и стабильный продукт химической реакции, обладающий всеми необходимыми характеристиками для анализа подходящими методами. Это условие соблюдается в известной степени в традиционных методиках измерений, однако, для калибровки газоанализаторов к ним предъявляются более жесткие метрологические требования. Так, если в практике сетевого анализа важнейшей характеристикой методики является ее селективность, то при ее использовании как средства калибровки газоанализатора на первое место выходит параметр точности (погрешности).

На примере газовых смесей азотная кислота/азот, диоксид хлора/азот, как характерных представителей сильно агрессивных или нестабильных аналитов газовых смесей, нами были изучены особенности использования метода химических ловушек как в контексте разработки сетевых методик контроля, так и в приложении к обеспечению калибровки (поверки) газоанализаторов. В качестве конечного измеряемого аналита в случае азотной кислоты выступает нитрат-ион, в случае диоксида хлора – хлорит-ион. Для измерений можно воспользоваться как фотометрическим методом, так и методом капиллярного электрофореза или ионной хроматографии.

Показано, что погрешность фотометрических методов за счет проведения дополнительных операций по превращению нитрат- и хлорит- ионов в окрашенные соединения достигает 20-25%. В то же время погрешность прямого определения перечисленных ионов методом капиллярного электрофореза не превышает 10%, а при переходе к использованию метода ионной хроматографии может быть существенно уменьшена. Таким образом, использование метода «химических ловушек» с получением ионов (соединений) гарантированно стабильного состава, позволяет разработать методики, пригодные в качестве первичных для градуировки (калибровки) газоанализаторов, предназначенных для измерения нестабильных или агрессивных компонентов.

## Рb, Cd В МОРСКОЙ ВОДЕ. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА РФА ПВО

А.В. Малков, А.Ю. Кожевников, В.А. Величко

Центр коллективного пользования научным оборудованием «Арктика» САФУ,  
г. Архангельск, ул. Северодвинская, д. 14

В настоящее время одной из актуальных проблем является изучение экологического состояния вод Мирового океана. Определение тяжелых металлов в воде – одна из основных задач мониторинга морской среды. Кадмий и свинец относятся к числу наиболее опасных загрязняющих веществ, поступающих в водоемы как при естественных процессах, так и в результате антропогенного воздействия. В морской воде тяжелые металлы присутствуют в экстремально низких концентрациях, что делает их определение сложной химико-аналитической задачей и существенно ограничивает круг применимых методов. Одним из наиболее перспективных методов анализа, позволяющих определять микроэлементный состав морской воды, является рентгенофлуоресцентный анализ полного внешнего отражения (РФА ПВО). К его достоинствам относятся высокая чувствительность (сопоставимая с АЭС ИСП), возможность одновременного определения нескольких десятков компонентов пробы и низкая стоимость анализа. Последнее обусловлено тем, что в методе практически отсутствуют расходные материалы. Важное преимущество метода РФА ПВО – малые размеры оборудования и низкое энергопотребление, что позволяет применять его в условиях судовой лаборатории.

Для анализа проб морской воды, полученных в ходе работ по проекту «Арктический плавучий университет — 2015», нами была разработана методика определения свинца и кадмия методом РФА ПВО. Для определения использовался спектрометр S2 Picofox (Bruker Nano, Германия) в модификации с модулем высокой эффективности и автоматической загрузкой проб, материал анода рентгеновской трубки – Мо. Напряжение рентгеновской трубки составляло 50 кВ, ток – 600 мкА, экспозиция – 1200 с. Как было установлено ранее, непосредственное определение микроэлементов в морской воде методом РФА ПВО невозможно из-за помех со стороны солевой матрицы пробы. Поэтому была разработана методика предварительного микроэкстракционного концентрирования металлов в виде диэтилдитиокарбаматных комплексов. На первом этапе экстракционного концентрирования комплексы металлов извлекаются из воды в тетрахлорметан, на втором этапе (реэкстракция) происходит их разрушение и переход металлов в азотную кислоту. Концентрация свинца и кадмия измеряется методом внутреннего стандарта, в качестве которого используется добавляемый к реэкстракту раствор Ga.

Адекватность разработанной методики оценили методом «введено-найдено»: введено 50,0 мкг/л Рb и Cd, увеличение концентрации составило для Рb 40,1 мкг/л, для Cd 45,2 мкг/л. Воспроизводимость результатов оценили по величине коэффициента вариации, который составил для Рb 15,2 % (для Cd не рассчитан из-за его отсутствия в пробах). Рассчитали предел обнаружения, составивший для Рb 0,06 мкг/л, для Cd 3,1 мкг/л. Более высокий предел обнаружения для Cd обусловлен спектральными помехами.

Таким образом, метод РФА ПВО в сочетании с жидкость-жидкостным микроэкстракционным концентрированием позволяет определять Рb и Cd в морской воде на уровне ниже ПДК (Рb – на уровне естественного содержания) с удовлетворительной точностью.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России при выполнении прикладных научных исследований и экспериментальных разработок (ПНИЭР) по теме «Создание новых методов и средств мониторинга гидрометеорологической и геофизической обстановки на архипелаге Шпицберген и в Западной Арктической зоне Российской Федерации» (Соглашение о предоставлении субсидии от 20.10.2014 № 14.610.21.0006, уникальный идентификатор ПНИЭР RFMEFI61014X0006) с использованием оборудования ЦКП НО «Арктика» САФУ.*

# МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ СОСТОЯНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

*А.Г. Малышева*

ФГБУ «НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А.Н.  
Сысина» Минздрава России,  
119991, Москва, Погодинская ул., д. 10, стр. 1

К настоящему времени гигиеническая опасность большей части из примерно пяти миллионов загрязняющих веществ остается неизвестной. В нашей стране разработано более 4,5 тыс. гигиенических нормативов (более 2500 – для атмосферного воздуха, около 2000 – для воды, более 340 – для почвы, около 20 – для жилой среды), то есть лишь для незначительной части веществ, поступающих в окружающую среду. Однако, с точки зрения аналитического контроля даже это относительно небольшое количество нормированных веществ изучено недостаточно, в частности для значительной части веществ отсутствуют методы контроля. Вместе с тем для химико-аналитического контроля качества атмосферного воздуха, воздуха жилой среды, воды водных объектов и почвы и при подготовке гигиенических заключений, имеющих официальный характер, могут быть использованы лишь утвержденные метрологически аттестованные методы. Не все методики анализа, опубликованные в научных журналах и монографиях, пригодны к практическому использованию. Большинство из них представляет лишь научный интерес, так как их аналитические или метрологические характеристики не соответствуют требованиям контроля. Кроме того, значительное количество методик, допущенных к практическому применению, нуждается в пересмотре, так как их чувствительность и отсутствие метрологической аттестации также не удовлетворяет современным требованиям ГОСТ к методам анализа.

В основе большинства официальных методик, используемых для химико-аналитического контроля как в нашей стране, так и за рубежом, лежит принцип целевого анализа конкретных веществ. Однако, в реальных условиях многокомпонентного загрязнения окружающей среды контроль качества атмосферного воздуха, воздуха жилой среды, водных объектов и почвы по строго определенному перечню компонентов является недостаточным. Следует подчеркнуть также, что под влиянием факторов окружающей среды химические вещества подвергаются трансформации. Поэтому, учитывая многокомпонентность химического загрязнения воздуха и процессы трансформации, нередко приводящие к образованию более токсичных и опасных веществ, чем исходные, актуальность приобретает аналитический мониторинг, ориентированный на идентификацию спектров загрязняющих веществ и последующий контроль по выбранным на его основе ведущим показателям. В связи с этим в последнее время особое внимание уделяется разработке многокомпонентных методов контроля, которые, наряду с контролем нормируемых веществ, одновременно позволяют идентифицировать широкий спектр неизвестных и ненормируемых соединений.

При нашем руководстве и участии разрабатываются методы контроля и издаются сборники аналитических методов контроля, рекомендованные Минздравом для официального использования. Сборники включают метрологически аттестованные методы контроля как конкретных веществ, так и многокомпонентные методы контроля с одновременной идентификацией широкого спектра соединений. Методы, используемые в нашей лаборатории, позволяют определять органические вещества с молекулярной формулой  $C_1$ - $C_{40}$ . В издательстве «Профессионал» (г. С.-Петербург) в 2012 г. по итогам наших исследований издана книга «Физико-химические исследования и методы контроля веществ в гигиене окружающей среды». В книге обобщены и систематизированы полученные нами данные о физико-химических исследованиях

различных объектов окружающей среды в области идентификации спектров органических веществ в различных объектах окружающей среды с учетом источников загрязнения и происходящих процессов трансформации веществ под влиянием физико-химических факторов. Кроме того, в ней приведены также разработанные специалистами нашего института за последние 15 лет 65 методических указаний по методам контроля 189 веществ в окружающей среде, в том числе 25 методов контроля - в атмосферном воздухе, 37 - в воде водных объектов, 3 - в почве, из них 43 методических указания по контролю индивидуальных веществ и 22 многокомпонентных метода, которые, наряду с контролем нормируемых веществ, одновременно позволяют идентифицировать широкий спектр неизвестных и ненормируемых соединений. Методы контроля метрологически аттестованы, рекомендованы к практическому применению и утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации. Дальнейшее развитие научных исследований в этой области будет способствовать успешному решению проблем аналитической химии, направленных на улучшение состояния окружающей среды и здоровье населения.

## ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НОВЫХ ИСЭ

*В. О. Мальцева, А. Л. Тимофеев, А. Л. Подкорытов, С. А. Штин,  
И. А. Шевякова, Н. Н. Заболотских*

Уральский федеральный университет, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Одним из экспрессных и надёжных методов контроля содержания тяжелых металлов в объектах окружающей среды является ионометрия, развитие которой связано с внедрением новых ионоселективных электродов (ИСЭ).

В работе проведено сравнение результатов определения тяжелых металлов (свинца, никеля, меди, кадмия и цинка) методами потенциометрического анализа с использованием новых ионоселективных электродов.

Электродноактивными веществами (ЭАВ) мембран новых ИСЭ служили сложнооксидные материалы на основе ниобатов и танталатов двухвалентных металлов, предварительно аттестованные различными методами (рентгенофазовый анализ, химический и гранулометрический анализ, измерение электропроводности). Исследованы и апробированы в ионометрии фазы со структурой криолита  $\text{Sr}_4\text{Me}_2\text{M}_2\text{O}_{11}$ , перовскита  $\text{Pb}_{4-x}\text{Me}_x\text{M}_2\text{O}_9$  (Me – Ni, Cu, Zn, Cd; M – Nb, Ta), октаэдроблочной II –  $\text{Ni}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ .

Сконструированы пленочные ИСЭ на основе исследуемых сложных оксидов с использованием в качестве полимерной матрицы полиметилметакрилата (ПММА), поливинилхлорида (ПВХ) и полистирола (ПС). Изучены основные электрохимические характеристики: область линейности и крутизна основной электродной функции, рабочая область pH 3.1 – 5.0, тип электродной функции и время отклика 3 – 5 минут (табл. 1).

Таблица 1 – Электрохимические характеристики некоторых ИСЭ

Состав ЭАВ	Полимерная матрица	Год измерений	Область линейности, моль/дм <sup>3</sup>	Крутизна электродной функции, мВ/рМе
$\text{Sr}_4\text{Ni}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$	ПММА	2015	$1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-1}$	22.0
		2014	$1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-1}$	22.6
	ПС	2015	$1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-1}$	23.5
		2014	$1 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-1}$	20.0
$\text{Ni}_{3.95}\text{Zr}_{0.025}\text{Nb}_2\text{O}_9$	ПММА	2015	$1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-1}$	21.7
		2014	$1 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-1}$	19.3
$\text{Pb}_{3.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Nb}_2\text{O}_9$	ПММА	2016	$1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-1}$	25.6
$\text{Pb}_{3.5}\text{Ni}_{0.5}\text{Nb}_2\text{O}_9$	ПММА	2016	$1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-1}$	31.5

Обнадеживающие результаты показали новые ионоселективные электроды на основе  $\text{Pb}_{3.5}\text{Me}_{0.5}\text{Nb}_2\text{O}_9$  (Me – Ni, Cu), полимерная матрица – ПММА.

Из ранее сконструированных электродов (2013 – 2014 г.) можно выделить ИСЭ на основе  $\text{Ni}_{3.95}\text{Zr}_{0.025}\text{Nb}_2\text{O}_9$  (полимерная матрица ПММА), и  $\text{Sr}_4\text{Ni}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$  (ПММА и ПС). Область линейности для этих электродов составляет  $1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-1}$  моль/дм<sup>3</sup>, что свидетельствует о некоторой деградации ИСЭ в процессе хранения, т.к. их характеристики несколько ухудшились.

Некоторые сконструированные ИСЭ внедрены в учебный процесс департамента «Химический факультет» ИЕН УрФУ и переданы в Центр лабораторного анализа и технических измерений по Уральскому Федеральному Округу для их использования в аналитической практике (анализ сплавов, шлаков, отходов реагентной очистки сточных вод и конвертерных газов, лома цветных металлов).

## ПРОТОЧНЫЕ СПОСОБЫ ПРОБОПОДГОТОВКИ В АНАЛИЗЕ НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ ПОЧВ

*Т.А. Марютина, Е.Ю. Савонина, Ан.В. Соин, Спиваков Б.Я.*

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и  
Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.  
Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН),  
119991 г. Москва, ул. Косыгина, д. 19, t\_maryutina@mail.ru

Определение нефтепродуктов в почвах проводится при мониторинге нефтезагрязненных почв, при оценке качества выполнения рекультивационных работ и при производственном контроле на предприятиях нефтепереработки. Для контроля содержания нефтепродуктов (НП) в почвах и донных отложениях разработан ряд стандартных методик анализа. Они основаны на хроматографических (газовая и жидкостная хроматография), спектральных (ИК- и флуоресцентная спектроскопия) и гравиметрических методах, причем газовая хроматография позволяет не только определять суммарное содержание НП (как другие методы), но и идентифицировать индивидуальные углеводороды, входящие в состав НП. Лимитирующей стадией при определении НП в почвах является пробоподготовка. Стандартным способом пробоподготовки, входящим в аттестованные методики анализа почв, является экстрагирование нефтепродуктов из почв в органические растворители (четырёххлористый углерод, хлороформ) в статических условиях. Кроме того, для выделения нефтепродуктов из почв может использоваться экстракция в микроволновом поле и сверхкритическая флюидная экстракция (СФЭ). Общими недостатками этих методов является длительность эксперимента и необходимость дополнительной очистки экстракта перед его анализом инструментальными методами.

Проточные способы пробоподготовки почв (в том числе и СФЭ) позволяют проводить извлечение нефтепродуктов из загрязненных почв более эффективно и быстро по сравнению с традиционными статическими способами.

В докладе будет представлен обзор способов пробоподготовки почв в проточном режиме, описанных в отечественной и зарубежной литературе за последние несколько лет. Отдельное внимание будет уделено использованию микроколонок и вращающихся спиральных колонок, применение которых для решения указанных задач предложено авторами доклада. Показано, что для достижения степеней извлечения нефтепродуктов из почв в динамических условиях, не уступающих, а даже превышающих результаты 24-часовой экстракции в аппарате Сокслета, достаточно от 15 до 60 мин.

## СОДЕРЖАНИЕ ФЕНОЛА В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ ОЗЕР ЭКОСИСТЕМЫ КАБАН

*Н.В. Маслов<sup>1,2</sup>, М.И. Евгеньев<sup>1</sup>, Ф.М. Гумеров<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Казанский национальный исследовательский технологический университет,  
420015, Казань, ул. К. Маркса, 68, maslov.n.v@bk.ru,

<sup>2</sup>Центральная специализированная инспекция аналитического контроля  
Министерства экологии и природных ресурсов Республики Татарстан,  
420061, г. Казань, ул. Космонавтов, 59а, а/я 56.

Наиболее крупными природными водоемами Казани, формирующими экологическую обстановку города, является система озер Кабан. Они испытывают на себе значительное антропогенное воздействие, будучи приемником сточных вод различных предприятий города, содержащих красители, ПАВ, нефтепродукты, фенолы. Фенолы могут также образовываться в природных водах в результате естественных процессов. Попадание фенолов в природные воды оказывает неблагоприятное воздействие на гидрохимический режим водного объекта. При хлорировании воды, загрязненной фенолами, для получения питьевой воды могут образоваться иммунотоксичные и канцерогенные хлорпроизводные фенола, обладающие характерным «аптечным» запахом и неприятным привкусом даже при очень низких концентрациях (1 мкг/дм<sup>3</sup>). Поэтому содержание фенола и его производных в природных водах нормируют.

Озера Верхний, Средний и Нижний Кабан являются местами отдыха горожан и имеют статус рыбохозяйственных водоемов. При оценке качества их вод используются значения предельно-допустимых концентраций для водоемов рыбохозяйственного назначения, которые для природных вод содержание фенола составляет 0,001 мг/дм<sup>3</sup>.

Пробоотбор природных вод и определение массовой концентрации фенола в пробах проводили в соответствии с ПНД Ф 14.1:2:4.177-02. Метод основан на бромировании фенола (гидроксibenзола) в слабокислой среде, восстановлении непрореагировавшего брома раствором сернистокислого натрия, экстракции образовавшегося трибромфенола гексаном, с последующим определением фенола в виде трибромфенола в гексановом экстракте методом газожидкостной хроматографии с использованием электронозахватного детектора. При выполнении измерений применяли газовый хроматограф с электронозахватным детектором «Хроматэк-Кристалл 5000» с установленной насадочной стеклянной колонкой длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм, заполненной хроматоном N-AW-DMCS зернением 0,125 мм с 5% содержанием Reoplex-400.

В результате проделанной работы продемонстрировано применение методики хроматографического определения фенолов для анализа состава природных вод системы озер Кабан.

При сохранении текущих объемов поступления ливневых и сточных вод близко расположенных промышленных предприятий, а также постоянном воздействии донных отложений, вызывающих вторичное загрязнение водоема, среднее значение содержания фенола в водах системы озер Кабан за период наблюдений 2013-2015 гг. снижается. Несмотря на положительную динамику снижения загрязнения системы озер Кабан, их концентрация в воде остается достаточно высокой (более 0,0011 мг/дм<sup>3</sup>).

АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫЙ КОМПОЗИТ НА ОСНОВЕ ГЛАУКОНИТА  
И НАНОЧАСТИЦ МЕДИ ДЛЯ СОРБЦИИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ  
ИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Т.М. Махова, Е.М. Солдатенко, С.Ю. Доронин, Р.К. Чернова  
ФГБОУ ВПО «Саратовский национальный исследовательский государственный  
университет имени Н.Г. Чернышевского», [tatianaahrimova@mail.ru](mailto:tatianaahrimova@mail.ru),  
410012, г. Саратов, ул. Астраханская, 83

Рост антропогенной нагрузки на различные объекты окружающей среды приводит к увеличению содержания тяжелых металлов в таких объектах и требует разработки новых материалов для их очистки. Поэтому актуальным является создание многофункциональных и недорогих сорбентов, например, на основе глинистых минералов, которые могли бы быть применены в процессах доочистки вод от токсикантов, в частности от солей тяжелых металлов.

Исходным минералом для создания такого сорбента выбран глауконит Белоозерского месторождения Саратовской области, основными преимуществами которого являются нанопористость, экологическая безопасность, а также невысокая себестоимость.

В настоящем исследовании приводятся результаты получения нового антибактериального композита на основе природного глауконита с интеркалированными наночастицами меди, а также его сорбционные свойства по отношению к ионам ряда тяжелых металлов: Fe(III), Mn(II), Cu(II).

Подготовку глинистого минерала осуществляли ситовым методом, для дальнейших исследований выделяли фракцию с размерами глинистых частиц от 200 до 400 мкм (содержание глауконита ~ 60%). Для внедрения наночастиц меди в образцы глауконита применяли реакцию восстановления сорбированного медно-аммиачного комплекса гидразином. Методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии установлено наличие наночастиц меди в композите с размерами от 3 до 7 нм, при ее массовой доли порядка 1,4 %, тогда как в исходном глауконите медь входит в состав матрицы в количестве  $2,1 \cdot 10^{-3}$  %.

Ранее нами доказана высокая антибактериальная активность композита глауконит–наночастицы меди по отношению к штаммам бактерий *E. coli* и *S. Aureus*, вследствие разрушения мембраны клеток исследованных штаммов под прямым воздействием высвобождающихся из глауконитовой матрицы наночастиц меди.

Изучена сорбционная способность, как исходного глауконита, так и композита на его основе, модифицированного наночастицами меди, в отношении катионов Fe(III), Mn(II) и Cu(II) в статическом режиме. Максимальная обменная емкость исследуемого сорбента достигается при pH 6,0 и времени достижения сорбционного равновесия - 120 мин. Показано, что изотермы сорбции ионов  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  на глауконите имеют вид изотерм Ленгмюра, что подтверждает мономолекулярный характер сорбции в интервале концентраций сорбатов 20-200 мг/л. Установлено, что композит глауконит-наночастицы меди, наряду с исходным глауконитом, также проявляет сорбционные свойства по отношению к солям тяжелых металлов. При этом значения сорбционной емкости по отношению к ионам Fe(III), Mn(II), Cu(II) составили соответственно:  $(0,26 \pm 0,01)$ ,  $(0,11 \pm 0,01)$  и  $(0,10 \pm 0,02)$  ммоль/г.

Таким образом, полученные образцы антибактериального сорбента на основе глауконита и наномеди, которые в дальнейшем могут быть использованы как для очистки от солей тяжелых металлов, так и для обеззараживания различных вод.

# СХЕМА ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРОБЕНЗОЛА В ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ МЕТОДОМ ВЭЖХ-УФ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ НА УГОЛЬНО-ФТОРОПЛАСТОВЫХ СОРБЕНТАХ

*Е.И. Медведев, О.В. Родинков*

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет», Институт химии, 198504, Россия, Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр. 26

Актуальной задачей экоаналитической химии является разработка экспрессных, надёжных и экономически целесообразных методов определения техногенных загрязнителей в различных объектах окружающей среды. При этом из года в год предельно-допустимые концентрации вредных веществ снижаются в связи с ростом промышленного производства и развитием аппаратного оформления анализа. Одним из распространенных экотоксикантов гидросферы является нитробензол, который способен впитываться через кожу, оказывать влияние на центральную нервную систему, нарушать обмен веществ и вызывать заболевания печени. Поэтому его контроль в водных объектах особенно важен.

Известная методика [1] рекомендует определять нитробензол в воде с предварительным концентрированием методом жидкостной экстракции смесью гептана и изопропанола, и его дальнейшим определением методом ВЭЖХ при pH=10-10,5. ВЭЖХ условия определения:  $\lambda=254$  нм, расход элюента - 0,2 мл/мин, время удерживания - 12 мин. Стоит отметить, что такой подход весьма трудоёмок. При разработке способов извлечения и концентрирования необходимо учитывать безопасность реагентов для человека и окружающей природной среды. С этой точки зрения динамическая сорбция (или так называемая твёрдофазная экстракция) является более перспективным способом концентрирования.

Нами предложена схема определения нитробензола в воде с предварительным концентрированием на поверхностно-слойных [2] угольно-фторопластовых сорбентах. Нами установлено, что колонка из нержавеющей стали 50x3 мм, заполненная 150 мг композиционного сорбента, состоящего из 25% активного угля марки ФАС и политетрафторэтилена, обеспечивает более чем 99%-е извлечение нитробензола из 55 мл воды. Скорость пропускания водного раствора через сорбционную колонку, благодаря применению композиционных сорбентов, была увеличена до 6 мл/мин, взамен рекомендуемой при использовании объёмно-пористых активных углей – не более 2 мл/мин. Количественную десорбцию аналита при этом проводили в 0,5 мл ацетонитрила. Дальнейшее количественное определение нитробензола проводили на жидкостном хроматографе Shimadzu LC20 Prominence: колонка 150x4,6 мм Discovery C18, размер частиц 5 мкм, состав элюента - ацетонитрил:вода=3:2, расход элюента – 1 мл/мин,  $\lambda$  - 254 нм, температура колонки - 40<sup>0</sup>С. Время удерживания нитробензола составляло 2,9 мин.

Таким образом, предложенная схема анализа позволяет проводить экспрессное определение нитробензола методом ВЭЖХ с использованием наиболее распространённого фотометрического детектора. Время одного определения – не более 15 минут. При серийных анализах возможно проводить параллельное концентрирование с использованием нескольких сорбционных колонок, что дополнительно снижает время анализа.

[1] МУК 4.1.750-99 ВЭЖХ определение нитробензола в воде.

[2] *O.V.Rodinkov, A.S. Bugaichenko, A.Yu.Vlasov. Talanta. 119 (2014) 2012 4*

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ БИОСЕНСОРОВ  
НА ОСНОВЕ ЭЛЕКТРОДОВ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ  
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫМИ МАТЕРИАЛАМИ, ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ПОЧВЫ И РАСТИТЕЛЬНОГО МАТЕРИАЛА  
ПОТЕНЦИАЛЬНЫМИ ЗАГРЯЗНИТЕЛЯМИ - АЛЛЕРГЕНАМИ

Э.П. Медянцева, Д.В. Брусницын, Р.М. Варламова,  
Н.В. Шелкоплясова, Г.К. Будников

Химический институт им. А.М. Бутлерова Казанского (Приволжского)  
федерального университета, 420008, г. Казань, ул. Кремлевская, 18.

Одним из путей высокочувствительного детектирования потенциальных загрязнителей - аллергенов в объектах окружающей среды является в настоящее время использование различных биосенсоров при определении зараженности почвы и растительного материала плесневыми грибами. Решение этой актуальной задачи необходимо прежде всего в целях охраны здоровья населения, в условиях постоянного увеличения аллергических заболеваний, особенно у детей. Своевременное их выявление позволяет предотвратить легочную патологию, аллергомикозы и развитие гиперчувствительности к соединениям, выступающим в роли потенциальных аллергенов. Полученные результаты являются основой для разработки соответствующих критериев состояния окружающей среды безопасной для обитания человека.

На сегодняшний день отсутствуют систематические исследования влияния наномодификаторов на аналитические свойства биосенсоров. В то же время такой подход позволяет целенаправленно изменять сорбционные свойства, электропроводность, эффективность генерации электрохимического сигнала биосенсоров. Сделана попытка оценить влияние различных наноматериалов на аналитические свойства биосенсоров на примере определения потенциальных загрязнителей окружающей среды – аллергенов.

В результате скрининга различных наноматериалов (одностенных и многостенных углеродные нанотрубок, оксида и восстановленного оксида графена, наночастиц металлов и их сочетаний) сделана попытка выявить именно те варианты наномодификаторов, которые позволяют значительно изменить свойства биосенсоров. Наличие наномодификаторов определенного размера на поверхности печатных электродов доказано методами атомно-силовой и сканирующей электронной микроскопии. Систематическое исследование влияния свойств наноструктурированных материалов различной природы на аналитические возможности амперометрических биосенсоров проведено на примере биосенсоров на основе графитовых и платиновых печатных электродов и иммобилизованной холинэстеразы и цистеиндесульфгидразы. Предложены подходы для целенаправленного изменения чувствительности определений амперометрическими биосенсорами.

Предлагаемые биосенсоры для определения антигенов аллергенов *Alternaria tenuis* и *Cladosporium herbarum* позволяют проводить определение на уровне нано- и пикомолярных концентраций. Диапазон линейной зависимости величины аналитического сигнала от содержания антигенов составляет несколько порядков: от  $1 \times 10^{-2}$  до  $1 \times 10^{-8}$  мг/мл для Ag *Cladosporium herbarum*, ( $1 \times 10^{-2}$ - $1 \times 10^{-8}$ ) и  $1 \times 10^{-9}$ - $1 \times 10^{-12}$  мг/мл для Ag *Alternaria tenuis*. Нижняя граница определяемых концентраций равна  $6 \times 10^{-9}$  и  $6 \times 10^{-13}$  мг/мл соответственно.

Результаты определений отличаются экспрессностью (время анализа не более 15 мин. в отличие от микробиологического анализа - нескольких дней), миниатюризацией оборудования, экономией расходуемых материалов и использованием микроколичеств исследуемой пробы.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ БАРБИТУРАТОВ В ВОЗДУХЕ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ПОМЕЩЕНИЙ МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

*О.Л. Мезенцева, Г.Б. Слепченко*

НИ Томский политехнический университет  
634050, г. Томск, пр. Ленина 30

Особенностью современной химико-фармацевтической промышленности является достаточно большой объем производства таких лекарственных препаратов, как сульфаниламидов, салицилатов, анальгетиков и барбитуратов. Одним из неблагоприятных гигиенических факторов является образование пылевой и аэрозольной фракций компонентов лекарственного препарата (в том числе и действующего вещества) в воздухе промышленного цеха при проведении всех стадий технологического процесса. Попадание фракции через дыхательные пути способствует развитию аллергических реакций. Согласно ГН 2.2.5.1313-03 «Химические факторы производственной среды. ПДК вредных веществ в воздухе рабочей зоны», регламентируется содержание одного из барбитуратов – 5-этил-5фенилпиримидинтриона (фенобарбитала), обладающего общетоксическим действием, на уровне не более  $0,1 \text{ мг/м}^3$ . Определение проводится по МУК 4.1.1573-03 методом спектрофотометрии, основанном на светопоглощении растворов фенобарбитала в  $0,1 \text{ н}$  гидроксиде натрия при длине волны  $220 \text{ нм}$ .

На кафедре биотехнологии и органической химии синтезировано лекарственное вещество о-фторбензонал (галонал), относящееся к группе барбитуратов, которое может применяться в качестве гепатопротекторного средства. Для внедрения его в производство, необходима методика количественного определения в аэрозольной фракции, полученной из рабочих помещений.

Целью работы являлась оценка возможности использования вольтамперометрии для определения о-фторбензонала в различных объектах, в том числе и в воздухе производственных помещений.

Впервые установлены рабочие условия определения о-фторбензонала с использованием стеклоуглеродного электрода в качестве рабочего. Измерения проводили на компьютеризированном вольтамперометрическом комплексе СТА. При использовании вспомогательного электрода (трехэлектродной системы) не наблюдалось увеличения чувствительности, поэтому использовали в дальнейшем двухэлектродную схему. Накопление проводили при потенциале  $-0,8 \text{ В}$  в течение 30 секунд, в качестве фонового электролита –  $0,1 \text{ М}$  дигидрофосфат натрия. Использована дифференциально-импульсная развертка поляризующего напряжения, скорость развертки поляризующего напряжения  $50 \text{ мВ/с}$ . Для устранения мешающего влияния кислорода использовали барботирование азотом не менее 10 минут. Четкие пики наблюдались при потенциале –  $1,4 \text{ В}$  по отношению к насыщенному хлоридсеребряному электроду.

Нами предложен алгоритм методики количественного определения о-фторбензонала в воздухе производственных помещений, отличающийся простотой в исполнении: забор воздуха в объеме 200 л, перевод вещества в электроактивную форму, определение методом вольтамперометрии. Предложенная методика обладает достаточной чувствительностью, является экспрессной, погрешность определения не более 15%.

Дальнейшая работа связана с подбором модификатора для увеличения чувствительности, снижения погрешности.

## ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ БОЛОТА ВЕШКА (ТВЕРСКАЯ ОБЛАСТЬ)

*А.В.Михайлова<sup>1</sup>, В.Г.Амелин<sup>2</sup>, Н.П.Ахметьева<sup>3</sup>, А.А.Гречников<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>ФГБУН Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,  
Россия, 119991, Москва, Косыгина-19, e-mail: grechnikov@geokhi.ru

<sup>2</sup>Владимирский государственный университет им. А.Г. и Н.Г. Столетовых  
600000, г. Владимир, ул. Горького, 87

<sup>3</sup>ФГБУН Институт водных проблем РАН  
119333 Москва, ул. Губкина, д. 3

Торфяные болота Московской, Тверской и Рязанской областей длительное время подверглись активным антропогенным воздействиям (осушение, добыча торфа, мелиорация, распашка, загрязнения и др.). В период заброшенности торфяники сильно изменились и отличаются от первоначальных, т.к. мероприятия по добыче торфа и последующего вовлечения торфяников в сельское хозяйство, а также пожары повлекли за собой изменения в их генетическом профиле и в химическом составе. Для эффективного использования торфяных ресурсов и регулирования хозяйственной деятельности представляется важным иметь полную информацию по химическому составу торфяников, которая бы отражала действительное положение в торфяном массиве.

В докладе представлены результаты анализа элементного и привнесенного органического состава торфа, характеризующие экологическое состояние низинного болота Вешка (Тверская область, Конаковский район). Болото Вешка занимает площадь 7.79 га. Интерес к этому болоту вызван тем, что оно находится в окружении деревень и двух животноводческих ферм и многие годы служило приемником стоков этих ферм. Болото не осушалось, и добыча торфа здесь не проводилась. Случаев возгорания не наблюдалось.

Исследования торфа проводили методами масс-спектрометрии. Элементный состав торфяной золы (более 28 элементов) определяли методом ИСП–МС. На основе полученных данных построена карта распределения элементов. Установлено, что содержание целого ряда металлов, в частности, ванадия, хрома, марганца, меди, мышьяка, свинца, стронция, бора, кобальта, значительно превышает средние значения, полученные при анализе образцов торфа с других болот. Показано, что повышенное содержание хрома (38.3 мг/кг), марганца (1069.1 мг/кг), меди (64.7 мг/кг), никеля (4.93 мг/кг), стронция (134.4 мг/кг), и свинца (3.93 мг/кг) обусловлено стоком с ближней фермы, причем на поверхности концентрация этих металлов выше, чем в нижних слоях. Исследования привнесенного органического состава проводили на примере определения антибиотиков методами МАЛДИ и SALDI. Для извлечения антибиотиков из торфа использовали предложенную авторами методику, основанную на экстракции ацетонитрилом. В исследованных образцах торфа обнаружено несколько видов антибиотиков: метациклин, хлортетрациклин, доксициклин, дигидрострептомицин и ласалоцид, которые, по-видимому, вносятся в болото со стоками ферм. Диапазон содержания антибиотиков в торфе составляет 0.02-0.20 мкг/кг. При этом в пробе воды реки, вытекающей из болота, антибиотиков не обнаружено.

По результатам анализа можно сделать вывод, что влияние деятельности животноводческих ферм на экологию болота существенно. При имеющемся уровне антропогенной нагрузки устойчивость геосистемы болота может быть нарушена, и тогда оно станет источником загрязнения окружающей среды.

## ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ПОЛИБРОМИРОВАННЫХ ДИФЕНИЛОВЫХ ЭФИРОВ (ПБДЭ) ИЗ ТВЕРДОЙ ПРИРОДНОЙ МАТРИЦЫ

А.Ю. Михеева, А.Г. Будко, А.И. Крылов

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»,

190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д.19, E-mail: may@b10.vniim.ru

Извлечение аналитов из матрицы – одна из основных аналитических задач при выполнении измерений. Разнообразная природа матриц и органических соединений обуславливают необходимость разработки и/или оптимизации процедуры экстракции для каждой комбинации «органическое вещество (или группа органических веществ) - матрица».

Целью исследований была разработка процедуры, обеспечивающей максимально полное извлечение реперных конгенов группы ПБДЭ (ПБДЭ 28, ПБДЭ 47, ПБДЭ 99, ПБДЭ 100, ПБДЭ 153, ПБДЭ 154, ПБДЭ 180) из образца донных отложений. В процессе исследований варьировали методы экстракции, состав экстрагента, степень разрушения структуры матрицы, время и условия экстракции.

В качестве референтного метода была принята многочасовая (48 ч) экстракция в аппарате Сокслета (Soxhlet) в высококипящий растворитель – толуол (степень извлечения принята за 100%). В качестве альтернативных методов рассмотрены: экстракция в аппарате Сокстерм (SoxTherm), ускоренная экстракция растворителем (ASE) в условиях повышенных температуры и давления и динамическая экстракция перегретым растворителем (DSE).

Полученные тем или иным способом экстракты были подготовлены к инструментальному анализу (очищены от сопутствующих соединений) и проанализированы методом ГХ-МС в режиме селективного детектирования ионов. Количественное определение выполнено методом изотопного разбавления. Для получения статистически обоснованных данных были проведены не менее пяти экспериментов с применением каждой из процедур экстракции. Обобщенные данные представлены в таблице.

Метод экстракции	Экстрагент	Условия	Эффективность извлечения, %
Soxhlet	Толуол	< 110 °С, 48 ч	100
Soxhlet	Толуол	< 110 °С, 48 ч, обработка H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98
SoxTherm	Толуол	110 °С, 8 ч	95
SoxTherm	Толуол	110 °С, 16 ч	>100
ASE	Гексан/Ацетон (9/1)	120 °С, 1700 psi, 20 мин, 3 цикла	58
ASE	Гексан/Ацетон (9/1)	120 °С, 1700 psi, 20 мин, 5 цикла	90
ASE	Гексан/Толуол (9/1)	120 °С, 1700 psi, 20 мин, 5 цикла	85
ASE	Гексан/Ацетон (9/1)	120 °С, 1700 psi, 20 мин, 8 цикла	>100
DSE	Толуол	120 °С, 0,5 мл/мин	97
DSE	Толуол/Ацетон(9/1)	120 °С, 0,5 мл/мин	>100

На основе полученных данных был выбран оптимальный (высокая степень извлечения, минимальное время, технологичность, низкокипящий экстрагент) способ экстракции (выделен шрифтом), который использовали при выполнении измерений массовой доли ПБДЭ 47, ПБДЭ 99 и ПБДЭ 153 в образце донных отложений в рамках международных сличений CCQM-K102. По результатам сличений установлено, что отклонение результатов измерений массовых долей аналитов от опорных значений не превышало 8 %.

# БЮДЖЕТ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОКСИДА УГЛЕРОДА В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ

*Н.Б. Мкртычян, Г.Р. Нежиховский*

ФГУП "Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии  
им. Д.И. Менделеева" 190005, Россия, Санкт-Петербург, Московский пр., 19

В новом нормативно-правовом документе [1], устанавливающем порядок аттестации методик измерений, указано на необходимость приложения к свидетельству об аттестации методики бюджета неопределённости измерений. Во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева накоплен более чем 15-летний опыт составления бюджетов неопределённости при аттестации методик аналитических измерений.

В качестве примера представлен бюджет неопределенности измерений массовой концентрации оксида углерода в осушенных пробах промышленных выбросов в атмосферу методом реакционной газовой хроматографии. Он был составлен в 2015 году при аттестации методики МИ 41-479, разработанной ОАО «АКРОН».

№ п/ п	Источник неопределенности (обозначение вклада)	Тип оцен- ки	Относительная стандартная неопределенность (вклад), %					
			Массовая концентрация СО, мг/м <sup>3</sup>					
			(C <sub>жср</sub> )					
			10	100	500	1000	2500	5000
1	Разброс результатов измерений (u <sub>j</sub> <sup>0</sup> )	A	3,0				2,0	
2	Поверочные газовые смеси (u <sub>ПГС</sub> <sup>0</sup> )	B	3,0				1,5	
3	Градуировочная характеристика (u <sub>ГХ</sub> <sup>0</sup> )	B	9,4				5,8	
4	Измерение площади хроматографического пика (u <sub>s</sub> <sup>0</sup> )	B	5	0,5				
5	Измерение атмосферного давления (u <sub>Рз</sub> <sup>0</sup> , u <sub>Рд</sub> <sup>0</sup> )	B	0,06					
6	Изменение температуры окружающего воздуха(u <sub>f</sub> <sup>0</sup> )	B	2,0					
Относительная суммарная стандартная неопределенность (u <sub>c</sub> <sup>0</sup> )			11,6	11,0	11,0	11,0	6,6	6,6
Относительная расширенная неопределённость (k=2), U <sup>0</sup>			23	22	22	22	13	13
Принято U <sup>0</sup> =			25 % при C <sub>жср</sub> от 10 до 2000 мг/м <sup>3</sup>					
			15 % при C <sub>жср</sub> св. 2000 до 5000 мг/м <sup>3</sup>					

В докладе приведены структурная схема и математическая модель процесса измерений, а также выражения для расчёта относительной суммарной стандартной неопределённости и относительной расширенной неопределённости. Продемонстрированы способы оценивания вкладов от различных источников в суммарную неопределённость.

1. Приказ Минпромторга России №4091 от 15.12.2015 г. «Об утверждении порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) и методик (методов) измерений и их применения».

## СПОСОБ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ В ЦИКЛИЧЕСКОМ ИНЖЕКЦИОННОМ АНАЛИЗЕ

*А.В. Мозжухин, Ю.С. Худяков, В.А. Логвина*

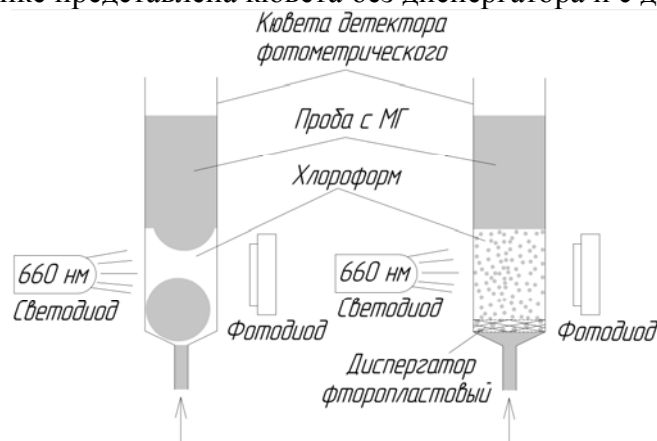
ЗАО НПО «Гранит-НЭМП», 193091, г. Санкт-Петербург, Октябрьская наб., д. 6

Для методик с экстракционным разделением, реализованных в циклическом инъекционном (ЦИ) режиме, вследствие многочисленных процедур, выполняемых анализатором, требуется длительное время, что делает такие методики непригодными для исследования в области непрерывного мониторинга акваторий. Целью настоящей работы являлась разработка способа экстрагирования для ЦИА с минимально возможным временем.

Новый способ опробовали на методике определения АПАВ, основанной на образовании комплексного соединения АПАВ с метиленовым голубым (МГ) с последующей экстракцией комплекса хлороформом и измерением оптической плотности хлороформа при  $\lambda$  660 нм. В работе использовали хлороформ (х.ч); водный раствор 0,03 г/л МГ, содержащий 50 г/л  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$  (ч.д.а.) и 0,14 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (х.ч.); водный раствор АПАВ (ГСО 8049-94). Работу проводили с использованием анализатора ПИАКОН-03 (ЗАО НПО «Гранит-НЭМП», Россия), оснащенного многоходовым краном для ЦИА. В качестве кюветы фотометрического детектора использовали цилиндр из прозрачного полипропилена вместимостью 3 мл, длина оптического пути 8 мм.

В кювету помещали 0,7 мл чистого хлороформа, высота слоя составляла 12 мм и измеряли его оптическую плотность. После этого через слой хлороформа пропускали водную фазу, содержащую 1,8 мл пробы и 0,4 мл МГ со скоростью 2,7 мл/мин, в результате чего происходила экстракция комплекса АПАВ-МГ хлороформом. После экстракции измеряли оптическую плотность хлороформа, содержащего комплекс.

Водная фаза проходила через органическую фазу в виде капли. С целью интенсификации процесса экстракции на дне кюветы закрепили пористую фторопластовую пластину с диаметром пор  $\sim 15$  мкм, выполняющую роль диспергатора. На рисунке представлена кювета без диспергатора и с диспергатором.



В случае отсутствия диспергатора коэффициент извлечения ( $k$ ) составлял 17 %. Для достижения высокого  $k$  требовалось многократное пропускание водной фазы через слой хлороформа, при этом время анализа достигало 12 мин. Совмещение емкости для экстрагирования с кюветой детектора и размещение на дне диспергатора позволило достичь  $k$  90 % за одно пропускание и снизить время анализа до 6 мин.

## ХРОМАТОМЕМБРАННОЕ ГЕНЕРИРОВАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ В РЕЖИМЕ ПОЛНОГО ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЦЕЛЕВЫХ КОМПОНЕНТОВ

*Л.Н. Москвин, О.В. Родинков, А.Р. Горбачева, Н.М. Якимова*

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии,  
198504, г. Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр. 26

Одной из актуальных проблем современной экоаналитической химии является создание стандартных образцов состава, адекватных анализируемым объектам. Известные способы получения стандартных газовых смесей, необходимых, прежде всего, для анализа воздушных объектов окружающей среды, либо длительны и трудоемки, либо позволяют получать относительно небольшие объемы стандартных газовых смесей (СГС). Новые возможности для генерирования СГС с известными значениями микроконцентраций летучих органических веществ открыла хроматомембранная газовая экстракция [1].

Реализация хроматомембранной газовой экстракции с одновременным пропусканием потоков генерирующего раствора и газа-экстрагента через хроматомембранную ячейку позволяет осуществлять генерирование СГС в двух метрологически обоснованных режимах экстракции: равновесного насыщения потока газа-экстрагента целевыми компонентами и полного извлечения этих компонентов в поток газа-экстрагента. В последнем случае концентрация целевого компонента генерируемой СГС ( $C_G$ ) связана с его концентрацией в генерирующем растворе  $C_L^0$  простым соотношением:

$$C_G = C_L^0 (W_L/W_G),$$

где  $W_L$  и  $W_G$  – объемные скорости (расходы) генерирующего раствора и газа-экстрагента, соответственно, через хроматомембранную ячейку (мл/мин).

Можно отметить следующие достоинства генерирования СГС в режиме полного извлечения целевых компонентов:

- возможность изменения концентрации целевых компонентов в СГС не только за счет изменения их концентрации в генерирующем растворе, но и за счет изменения соотношения потоков фаз через хроматомембранную ячейку;
- отсутствие необходимости в термостатировании ячейки;
- возможность получения многокомпонентных СГС;
- возможность получения СГС с заданной влажностью.

Реализация режима полного извлечения целесообразна, прежде всего, для экотоксикантов, плохо растворимых в воде. К этой категории относятся алифатические и ароматические углеводороды и их галогенпроизводные. С использованием серийно выпускаемой отечественной газохроматографической аппаратуры - хроматографа Кристалл 5000.2 с пламенно-ионизационным и электронно-захватным детектором и двухканального формирователя газовых потоков производства фирмы «Хроматэк» - было экспериментально установлено, что хроматомембранная газовая экстракция в режиме полного извлечения позволяет генерировать СГС с концентрациями целевых компонентов в следующих концентрационных диапазонах: хлороформ - ( $10 - 10^4$ ) нг/м<sup>3</sup>, тетрахлорид углерода – ( $1 - 10^3$ ) нг/м<sup>3</sup>; бензол и толуол – ( $1 - 10^4$ ) мкг/м<sup>3</sup>.

[1] Москвин Л.Н., Родинков О.В. Хроматомембранные методы: физико-химические принципы, аналитические и технологические возможности // Известия Академии наук. Серия химическая, 2012, №4.

*Авторы благодарят РФФИ за поддержку настоящей работы (грант 15-03-05151а).*

МОНИТОРИНГ ПРИРОДНЫХ И СИНТЕТИЧЕСКИХ ПИЩЕВЫХ  
КРАСИТЕЛЕЙ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ С ПОМОЩЬЮ ПЛЕНОК  
ИЗ РЕГЕНЕРИРОВАННОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

*С.В. Мугинова, Д.А. Мясникова, Е.С. Вахранева, Т.Н. Шеховцова*

Кафедра аналитической химии, химический факультет МГУ

имени М.В. Ломоносова,

119991, г. Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, стр. 3,

Природные пищевые красители, куркумин (E100), кармин (E120),  $\beta$ -каротин (E160a), и синтетический краситель индигокармин (E132) широко применяют для придания или усиления цвета продуктам питания, безалкогольным и алкогольным напиткам, фармацевтическим и парфюмерным товарам. Кроме того, кармин и индигокармин до сих пор используют для крашения тканей. Пищевые красители, безопасные в небольших количествах, при высоких содержаниях являются сильными аллергенами, а индигокармин – канцерогеном. Одним из основных нормируемых параметров промышленных вод является цветность, которая характеризуется весьма низкими значениями предельно-допустимых концентраций красителей в воде (0,0025–10 мг/л). Для экологического мониторинга пищевых красителей в промышленных водах, контроля качества их очистки необходимы простые и одновременно чувствительные методики определения пищевых красителей, например, сорбционно-спектрофотометрические.

В работе показана возможность применения целлюлозных пленок, приготовленных путем растворения/регенерации микрокристаллической целлюлозы из ионной жидкости, ацетата 1-бутил-3-метилимидазолия, в качестве сорбента пищевых красителей для их последующего спектрофотометрического определения. Целлюлозные пленки, оптически прозрачные, прочные и устойчивые в водных растворах в интервале pH 5–7, получали по разработанной нами ранее методике. В работе использовали водные модельные растворы куркумина, кармина, индигокармина и водно-этанольный раствор  $\beta$ -каротина. В установленных оптимальных условиях (pH, время контакта пленки и раствора, температура раствора) степень сорбции (в %) возрастала в ряду:  $\beta$ -каротин (21) < кармин (32) < куркумин (36) < индигокармин (71). Красители в фазе пленки сохраняли свои оптические свойства, что позволяло наблюдать за процессом сорбции по величине поглощения как раствора, так и пленки. Целлюлозные пленки с сорбированными красителями возможно использовать повторно после их обработки 0.1 М раствором HCl.

Продемонстрирована возможность определения индигокармина не только сорбционно-спектрофотометрическим методом в фазе пленки, но и более чувствительным ферментативным методом в растворе по реакции окисления красителя пероксидом водорода, катализируемой пероксидазами хрена или сои. Расчет кинетических параметров реакций показал, что чувствительность ферментативного определения индигокармина в установленных оптимальных условиях (pH, природа буферного раствора, концентрации фермента,  $H_2O_2$ ) не зависела от источника пероксидазы, однако в присутствии пероксидазы хрена раствор красителя полностью обесцвечивался в 2 раза быстрее, чем с соевым биокатализатором.

Полученные результаты свидетельствуют о целесообразности дальнейших исследований закономерностей сорбции пищевых красителей целлюлозными пленками, в том числе композитными материалами на основе целлюлозы и хитозана, для достижения количественной и селективной сорбции изученных красителей.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант №15-03-05064-а).*

ПРИМЕНЕНИЕ ПОЛЬЗОВАТЕЛЬСКОГО ФАКТОРА ДЛЯ КОРРЕКТИРОВКИ  
МАТРИЧНЫХ ЭФФЕКТОВ ПРИ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ  
ВАЛОВОГО СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ

*Г.Н. Наумова, Р.К. Чернова, Н.В. Агеева, Е.И. Селифонова*

Саратовский национальный исследовательский государственный университет  
им. Н.Г. Чернышевского, 410012, Саратов, ул. Астраханская, 83

Рассмотрена применимость рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) к различным объектам окружающей среды. Показано, что анализу почв посвящено более 57 % исследований; вод – 23 %; растений – 8 %, горных пород – 8 %; биоматериалов – 4 %. Особое внимание уделено новым возможностям рентгенофлуориметров (в том числе портативных), позволяющих проводить экспресс-определение элементов в почвах (режим «почва») с диапазоном определения от долей ppm до 10 % элемента (на примере XRFx – 5000 с кремниевым дрейф-детектором). Обработка и детектирование рентгеновских сигналов в 10 раз больше по сравнению с PIN-детекторами: 200,000 имп/сек, отношение сигнал/фон 6500:1, рентгеновская трубка 10 Вт/50 кВ. На сенсорном дисплее визуализируются результаты по «отпечатку спектра», который содержит данные о спектральных линиях соответствующих элементов, их местоположении. Используется алгоритм расчёта по 25 элементам на основе калибровки (нормализация по Комптону) принципиально схожей с использованием внутренних стандартных образцов при определении органических аналитов, и производимой в заводских условиях с помощью матрицы специального состава. Для внесения поправок на матричные эффекты, имеющие место на почвах разных территорий, и корректировки информации на экране, для пользователя предусмотрена возможность внесения поправок – пользовательских факторов («User Factor»). Это введённый в память прибора набор скалярных величин множителей и смещений, которые применяются напрямую к откалиброванным на заводе-изготовителе результатам до вывода их на экран. Для нахождения пользовательских факторов в тщательно высушенные и измельчённые пробы почв вводились добавки солей соответствующего металла. Общая масса пробы составляла около 6 г. Строились зависимости введено добавки соли – найдено добавки. По тангенсу угла наклона построенной зависимости находили пользовательский фактор. Проведено определение элементов (Cr, Fe, Cu, Pb, Zn, ...) в почвах различных районов г. Саратова и Саратовской области, оценен уровень загрязнения почв и дана оценка правильности результатов анализа с учетом найденных пользовательских факторов на примерах определения свинца, железа и калия. Исследовано более 150 проб почв, отобранных из поверхностных горизонтов с пробных площадок в 4-х районах г. Саратова. Поскольку в соответствии с гигиеническими нормативами РФ для свинца в почвах населенных мест ПДК составляет 32 мг/кг, а найденные значения находятся в интервале  $42 \pm 7$  и  $106 \pm 16$  мг/кг, содержание свинца превышено. По степени опасности в санитарно-эпидемиологическом отношении исследованные почвы г. Саратова разделены на следующие уровни: допустимый (от 1 до 2 ПДК) – основная масса проб и опасный (от 2 до 5 ПДК) – 3 пробы. Для свинца были определены пользовательские факторы F составившие: 1,04; 0,95; 1,15 ( $F_{cp} = 1,05$ ), совпавшие с заводской калибровкой. Определялось фоновое содержание указанных элементов на территории Краснопартизанского района Саратовской области. Проанализировано 186 проб почв. Анализ результатов показал, что содержание практически всех элементов в 4-10 раз ниже (13-17 мг/кг), чем на территории г. Саратова (42-106 мг/кг), как это видно на примере свинца. Пользовательские факторы были определены нами также для калия и железа, которые составили соответственно: 1,97; 1,71; 1,94; 1,96; 2,04 ( $F_{cp}=2,0 \pm 0,03$ ).

## МОНИТОРИНГ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ТЕХНОЛОГИИ ПОДЗЕМНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ ЗОЛОТА

*Н.Р. Низамутдинова<sup>1</sup>, Г.Ф. Шайдулина<sup>1</sup>, И.Н. Сираева<sup>2</sup>, В.И. Сафарова<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Государственное бюджетное учреждение Республики Башкортостан  
Управление государственного аналитического контроля, г. Уфа, ул. Российская, 21;

<sup>2</sup>ФГБОУ ВПО Уфимский государственный нефтяной университет, г. Уфа

Республика Башкортостан является промышленно развитым регионом России, особо следует отметить юго-восточные районы республики, где наблюдается интенсивное загрязнение компонентов природной среды металлами, в том числе следует выделить предприятия подземного выщелачивания золота (ПВ). Она основана на обработке золотосодержащего сырья высокотоксичными химическими реагентами (хлор, гипохлорит натрия), обладающими комплексообразующими и окислительными свойствами. В результате этого в продуктивных растворах накапливаются не только целевые продукты – комплексные соединения золота, но и другие соединения.

Сложность технологических и природных процессов, сопровождающих переработку золотосодержащего сырья, обуславливает высокие требования к системе экологического мониторинга окружающей среды этих районов. Он должен проводиться с учетом особенностей конкретных предприятий, химизма технологических процессов и физико-химических преобразований загрязняющих веществ в окружающей среде. Необходима точная оценка интенсивности и протяженности потоков рассеяния, достоверная информация по содержанию загрязняющих веществ в компонентах природной среды, оперативное реагирование на факты аварийных ситуаций.

Результаты мониторинга показали, что кроме неорганических соединений в технологических водах ПВ присутствуют более 20 летучих галогенорганических соединений, образовавшихся в результате хлорирования природных органических веществ (лигниноподобные вещества, целлюлоза, водный гумус и др.). Хлорирование гумуса происходит по метильным, карбонильным и гидроксил-содержащим группам. При взаимодействии хлора с метильной группой образуется трихлорметан. При хлорировании карбонильных и гидроксил-содержащих фрагментов гумуса первой лимитирующей стадией является образование енолятов, обладающих высокой реакционной способностью. Хлорирование образующихся оксосоединений может протекать как в кислой, так и в щелочной среде с образованием 3-хлорметильной группы в  $\alpha$ -положении. Хлорирование ароматических ядер лигнина протекает по механизму электрофильного замещения с образованием хлорбензола.

Преобладающими соединениями являются тригалометаны: трихлорметан, бромдихлорметан, дибромхлорметан, трибромметан. Таким образом, в процессе получения золота методом ПВ с использованием активного хлора в подземных водах формируются и мигрируют потоки токсичных хлорорганических соединений (ХОС), содержание некоторых из них в подземных водах промплощадки ПВ существенно выше ПДК. При штатном режиме работы предприятия откачка обогащенного золотом раствора осуществляется постоянно, что позволяет удерживать загрязненные подземные воды, при нарушении режима откачки происходит миграция металлов и ХОС в подземном водоносном горизонте за пределы промплощадки.

В настоящее время производственный контроль в подземных водах контролируются показателями качества воды, содержание металлов и активного хлора. Эти данные не отражают в полной мере степень экологического воздействия предприятия на ОС, поскольку существующая система мониторинга не учитывает образования галогенорганических соединений.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ЖИРНЫХ КИСЛОТ ФИТОПЛАНКТОНА КАК ПОКАЗАТЕЛЯ ПРОДУКТИВНОСТИ ОЗЕРА БАЙКАЛ

А.А. Никонова, С.М. Шишлянников, А.Г. Горшков

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Лимнологический институт Сибирского отделения Российской академии наук (ЛИН СО РАН),  
664033, Иркутск, ул. Улан-Баторская, 3

Трофические взаимодействия в водных экосистемах мирового океана и глубоководных озер определяются продуктивностью фитопланктона. Одним из методов оценки первичной продукции фитопланктона является определение его липидного статуса с использованием в качестве биомаркеров жирных кислот (ЖК). Качество фитопланктона как источника питания для высших трофических уровней зависит от состава ЖК, особенно от содержания полиненасыщенных ЖК (ПНЖК).

В данной работе проведен качественный и количественный анализ ЖК в пробах фитопланктона озера Байкал. В июне 2014 г. по всей акватории озера были отобраны пробы пелагического фитопланктона с помощью сети Джеди. По данным микроскопического анализа видовой состав проб представлен диатомовыми (*Bacillaroophyceae*), золотистыми (*Chrysophyceae*) и зелеными водорослями (*Chlorophyceae*). При этом диатомовые составляли от 60 до 100% от общей биомассы, за исключением пробы, взятой в районе залива Малое море, где доминировали зеленые водоросли. Согласно микроскопическому подсчету клеток доминирующими видами диатомовых водорослей были *Synedra acus* subsp. *radians* (*S. acus* subsp. *radians*), *Aulacoseira baicalensis* (*A. baicalensis*), *Synedra ulna* (*S. ulna*) и *Aulacoseira islandica* (*A. Islandica*).

Определение жирных кислот проводили в виде метиловых эфиров ЖК, полученных путем этерификации липидной фракции фитопланктона. Подготовленные образцы анализировали на хромато-масс-спектрометре «Agilent GC 6890, MSD 5973N» (Agilent, США) и газовом хроматографе «Shimadzu GC-2010 Plus» (Shimadzu, Япония) с использованием колонок «ОПТИМА-17 ms» и «GC Вр-5 ms» и (30 м × 0.25 мм).

Установлена зависимость качественного и количественного состава ЖК байкальского фитопланктона от видового разнообразия сообщества. Количество ЖК в проанализированных пробах оценено в диапазоне от 10 до 200 мкг/г сухой массы (с.м.) пробы. Содержание ЖК в пробах с доминированием пеннатной диатомеи *S. acus* subsp. *radians* оценено в диапазоне от 25 до 38 мг/г с.м. В пробах с высоким содержанием *A. baicalensis* ( $\geq 45\%$ ) содержание ЖК выше – от 50 до 75 мг/г с.м. Максимальное содержание ЖК (200 мг/г с.м.) обнаружено в пробе зеленых водорослей *B. lauterbornii* (~100%). Пробы с доминированием *A. baicalensis* характеризуются более высоким (до четырех раз) содержанием докозагексаеновой кислоты и меньшим содержанием эйкозапентаеновой ЖК по сравнению с пробами, в которых преобладает *S. acus*. Соотношение  $\omega 3/\omega 6$  ПНЖК является одним из показателей трофической ценности на всех уровнях пищевых сетей. На основании полученных значений  $\omega 3/\omega 6$  трофическая ценность байкальского фитопланктона увеличивается в последовательности *B. lauterbornii* → *S. acus* subsp. *radians* → *A. baicalensis*. По-видимому, по этой причине межгодовое увеличение численности биомассы зоопланктона характерно для Байкала в «урожайные» годы – годы массового цветения *A. baicalensis*.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РТУТИ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ  
РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА С ПОЛНЫМ ВНЕШНИМ  
ОТРАЖЕНИЕМ В СОЧЕТАНИИ С ЖИДКОСТНО-ЖИДКОСТНОЙ  
МИКРОЭКСТРАКЦИЕЙ

*К.В. Осколок, О.В. Моногарова, Н.В. Алов*

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,  
химический факультет,  
119991, Москва, Ленинские горы, дом 1, строение 3, ГСП-1,  
e-mail: o\_monogarova@mail.ru

Метод рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением (**РФА ПВО**) является одним из наиболее эффективных для определения ионов тяжёлых металлов в водах [1]. К числу достоинств метода следует отнести высокую чувствительность и селективность, широкий диапазон определяемых содержаний, многоэлементность, простую технику и экспрессность. Однако чувствительности метода РФА ПВО недостаточно для прямого определения наиболее токсичных металлов (Pb, Hg, Cd) в воде рыбохозяйственного, хозяйственно-питьевого и культурного использования на уровне ПДК. Особенно низкой оказывается чувствительность РФА ПВО морских вод, вследствие необходимости разбавления проб для снижения общего уровня минерализации. Принимая во внимание особенности пробоподготовки и формирования аналитического сигнала в методе РФА ПВО, для предварительного концентрирования ионов металлов наиболее эффективно применение современных вариантов экстракции, использующих для извлечения аналитов малые количества органической фазы [2].

Цель настоящего исследования – разработка гибридного способа определения ртути(II) в природных водах методом РФА ПВО в сочетании с жидкостно-жидкостной микроэкстракцией.

Процедура селективного экстракционного извлечения ртути(II) в виде  $HgI_2$  бензолом из иодидных растворов [3] модифицирована в нашей работе для использования малого объёма (100 мкл) органической фазы. После смены растворителя (5 %  $HNO_3$ ) и введения внутреннего стандарта (Ga, 2 мкг/л) полученный концентрат наносили (5 капель по 10 мкл) на гидрофобизированную раствором силикона поверхность кварцевого отражателя. Аналитический сигнал измеряли ( $t_{эксп.} = 1000$  с) на спектрометре *S2 PICOFOX* (Bruker Nano GmbH, Германия). Разработанный способ позволяет определять ртуть(II) в природной воде на уровне  $10^{-2}$ –10 мкг/л ( $s_r < 0,12$ ). Правильность результатов анализа подтверждена способом «введено–найдено».

1. Пащикова Г.В., Ревенко А.Г. // Аналитика и контроль. 2013. Т. 17. № 2. С. 122–140.
2. Осколок К.В., Моногарова О.В., Алов Н.В. // Вестн. Моск. ун-та. Серия 2. Химия. 2016. Т. 57. № 5 (в печати).
3. Киш П.П., Спиваков Б.Я., Роман В.В., Золотов Ю.А. // Журн. аналит. химии. 1977. Т. 32. Вып. 10. С. 1942–1950.

В работе использовано оборудование, приобретённое за счёт средств **Программы развития Московского университета**. Исследование выполнено при финансовой поддержке **Российского научного фонда** (грант № 14-23-00012).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗ(А)ПИРЕНА В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ  
МЕТОДОМ ВЭЖХ ПОСЛЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

*Э.Р. Оскотская, Е.Н. Грибанов, Е.В. Тасканова*

ФГБОУ ВО «Орловский государственный университет имени И.С. Тургенева»

РФ, 302026, г. Орёл, ул. Комсомольская, д. 95 [zaikinakatrin@mail.ru](mailto:zaikinakatrin@mail.ru)

Развитие современного индустриального общества создает необходимость в осуществлении оперативного и надежного контроля содержания веществ, обладающих токсичными свойствами, в объектах окружающей среды. Высокие темпы поступления показывают полициклические ароматические углеводороды (ПАУ). Среди которых к наиболее сильным канцерогенам относят бенз(а)пирен. Прямое определение данного токсиканта на уровне следовых количеств в реальных объектах в присутствии компонентов матрицы приводит к значительному снижению точности, селективности и чувствительности анализа. Необходимо предварительное концентрирование аналита.

Целью настоящей работы явилось систематическое изучение сорбции бенз(а)пирена природным алюмосиликатом Хотынецкого месторождения и разработка комбинированной сорбционно-хроматографической методики его определения.

Контроль концентрации бенз(а)пирена в растворе осуществляли хроматографическим способом. В работе использовали жидкостной хроматограф Agilent Infinity 1260 с флуориметрическим детектором, хроматографическая колонка Luna C18(2) (3 мкм, 150х3,0 мм), подвижная фаза состава ацетонитрил:вода (75:25).

Нами систематически изучена сорбция бенз(а)пирена из водных растворов в статических условиях методом ограниченного объема при периодическом перемешивании. Установлено, что при температуре  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  алюмосиликат количественно ( $R > 95\%$ ) сорбирует бенз(а)пирен в интервале pH 2.5 - 5.4 в течение 15 минут. Изотерма сорбции имеет вогнутую форму, что соответствует поверхностной сорбции. Коэффициенты распределения в системе «сорбент-бенз(а)пирен» при концентрации аналита до  $1,0 \cdot 10^{-6}$  г/мл и оптимальных условиях сорбции достигают  $\sim 1 \cdot 10^4$ , а сорбционная емкость материала значительно больше максимально необходимой (исходя из ПДК) для определения данного ПАУ в реальных объектах различной природы.

Систематически изучена десорбция бенз(а)пирена с поверхности алюмосиликата различными растворителями: гексан, хлороформ, дихлорметан, этилацетат, гексан:дихлорметан (8:2). Установлено, что количественная десорбция достигается промывкой концентрата на фильтре 20 мл хлороформа при температуре  $20 \pm 1^\circ\text{C}$ . Десорбция аналита хлороформом при нагревании до  $40 \pm 1^\circ\text{C}$  приводит к сокращению необходимого объема растворителя до 15 мл.

На основе полученных данных разработана и апробирована комбинированная сорбционно-хроматографическая методика определения бенз(а)пирена в природных водах. Достоинствами предлагаемой методики являются высокие метрологические характеристики, простота исполнения и низкая себестоимость анализа. Она может быть использована в практике лабораторий, осуществляющих мониторинг состояния объектов окружающей среды.

## СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ ГРУПП ТРИАЗОЛЫ И СИНТЕТИЧЕСКИЕ ПИРЕТРОИДЫ В ЗЕРНОВЫХ И ЗЕРНОБОБОВЫХ КУЛЬТУРАХ

*Э.Р. Оскотская, Е.Н. Грибанов, И.В. Саунина*

ФГБОУ ВО «Орловский государственный университет имени И.С. Тургенева»,  
РФ, 302026, г. Орёл, ул. Комсомольская, д. 95

Проблема определения остаточных количеств пестицидов нового поколения – триазолов и синтетических пиретроидов – в сельскохозяйственной продукции остается актуальной. При её решении широкое применение нашли хроматографические методы анализа после пробоподготовки по QuEChERS. Основным требованием к реализации данного способа является высокая чистота экстракта, которая достигается путем устранения матричного эффекта.

В настоящей работе предложен способ определения пестицидов групп триазолы и синтетические пиретроиды в зерновых и зернобобовых культурах методом газовой хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС) после нивелирования матричного эффекта природным алюмосиликатом Хотынецкого месторождения.

Контроль концентрации действующих веществ пестицидов осуществляли хроматографически (газовый хроматограф Agilent 7890A с МС-детектором Agilent 5975С; капиллярная хроматографическая колонка HP-5MS). В качестве стандартов триазолов (тебуконазол, эпоксиконазол, тритиконазол, пропиконазол) и синтетических пиретроидов (бифентрин, альфа, бета – циперметрин, лямбда – цигалотрин, перметрин, дельтаметрин) использовали соответствующие ГСО.

Нами систематически изучена сорбция указанных выше пестицидов в статических условиях методом ограниченного объема при периодическом перемешивании. В качестве растворителей выбраны системы, широко применяемые в аналитической практике для экстракции триазолов и синтетических пиретроидов из зерна и зернобобовых культур: ацетон, ацетон-вода (1:1), гексан, ацетонитрил. Установлено, что при температуре  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  за 10 минут (время контакта фаз при пробоподготовке) степень извлечения пестицидов из ацетона и системы ацетон:вода (1:1) составляет 4.7-5.6 %, а из гексана и ацетонитрила 10-15%.

С целью сокращения объема используемых органических растворителей в химическом анализе и учитывая степень извлечения аналитов далее в качестве экстрагента выбрана смесь ацетон:вода (1:1). Изучена сорбция сахарозы и крахмала (основные макрокомпоненты зерна и зернобобовых культур, переходящие в экстракт при пробоподготовке) из данной системы алюмосиликатом. Установлено, что степень извлечения сахарозы за 10 минут достигает 88-90%, а крахмала 37-40%.

Полученные данные положены в основу способа определения пестицидов групп триазолы и синтетические пиретроиды в зерновых и зернобобовых культурах методом ГХ-МС после пробоподготовки растительного сырья по QuEChERS с последующей очисткой экстракта алюмосиликатом. Достоинствами предлагаемого способа являются высокая чувствительность (предел количественного обнаружения  $\sim 0.005$  мг/кг) и воспроизводимость результатов ( $s_r \leq 0.02$ ), простота исполнения, экономическая доступность и возможность замены импортных сорбционных материалов.

Методика может быть использована в практике лабораторий, осуществляющих мониторинг показателей безопасности в сельскохозяйственной продукции.

## МОНИТОРИНГ СОДЕРЖАНИЯ ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ВОЛОСАХ И НОГТЯХ НАСЕЛЕНИЯ ГОРОДА УСТЬ-КАМЕНОГОРСКА

*Ж.А. Оспанова, С.К. Кабдрахманова, А.В. Троеглазова, Жилкашинова А.М.*

Восточно-Казахстанский университет имени Сарсена Аманжолова,  
070020, г. Усть-Каменогорск, ул. Амурская, 18/1

Город Усть-Каменогорск является промышленным центром Республики Казахстан, на территории которого расположены крупные предприятия цветной металлургии – УК МК ТОО «Казцинк», АО «УМЗ», АО «УК ТМК». Высокая степень антропогенной нагрузки наряду с большой плотностью населения и особенностями геоклиматических условий создают экологическую напряженность в городе за счет загрязнения окружающей среды токсичными элементами, оказывающими значительное влияние на формирование элементного состава организма человека [1]. Одним из индикаторов экологического состояния окружающей среды, отражающего региональные особенности накопления элементов в организме населения, является химический состав волос и ногтей [1, 2]. Цель настоящей работы заключается в установлении содержания тяжелых металлов в волосах и ногтях жителей города Усть-Каменогорска.

Пробы волос отбирали у жителей города Усть-Каменогорска в возрасте от 6 до 62 лет в соответствии с рекомендациями МАГАТЭ [3]. Ранжирование проб производили с учетом возраста, пола, места рождения, адреса проживания и места работы населения. Пробы выдерживали в диэтиловом эфире в течение 5 часов, высушивали на воздухе при комнатной температуре, проводили их кислотное растворение в смеси азотной и хлорной кислот в течение 24 часов. Измерение интенсивности аналитического сигнала Zn, Cu, Ni, Pb, Cd осуществляли на атомно-абсорбционном спектрометре с электротермической атомизацией МГА-915. Достоверность результатов подтверждали путем проведения испытаний в условиях повторяемости ( $n=3$ ).

Содержание свинца в исследуемых образцах находится в диапазоне 0,01-0,28 мкг/л при анализе проб волос и в диапазоне 0,013-0,34 мкг/л при анализе ногтей жителей города Усть-Каменогорска. Установленная концентрация кадмия изменялась в интервале 0,00075-0,007 мкг/л в пробах волос и в интервале 0,001-0,007 мкг/л в пробах ногтей жителей города Усть-Каменогорска. Представленные результаты были соотнесены с данными, полученными при анализе содержания Zn, Cu, Ni, Pb, Cd в пробах волос и ногтей, отобранных у жителей непромышленного города Талдыкорган. По всем показателям установлено содержание аналитов ниже предела их определения с учетом 100-кратного концентрирования растворов, полученных после разложения проб.

1. *Бабенко Г.А.* Микроэлементозы человека: патогенез, профилактика, лечение // Микроэлементы в медицине. Т.2. Вып.1, 2001. – 2–5 с.

2. *Барановская Н.В.* Элементный состав биологических материалов и его использование для выявления антропогенно\_измененных территорий (на примере южной части Томской области): автореф. дис. ... канд. биол. наук. – Томск, 2003. – 24с.

3. *Element analysis of biological materials. Current problems and techniques with special reference to trace elements. App. II. Technical reports series.* – № 197. – Vienna: IAEA, 1980. – P. 351–367.

# НОВЫЕ ИНДИКАТОРНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ НА ОСНОВЕ СОЛЕЙ ТЕТРАЗОЛИЯ ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА

*В.М. Островская<sup>1</sup>, Л.К. Шпигун<sup>1</sup>, О.А. Прокопенко<sup>2</sup>, Д.О. Щепилов<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова

Российской академии наук, Ленинский пр., 31, 119991, Москва, Россия;

225 Государственный научно-исследовательский институт химмотологии

Министерства обороны Российской Федерации,

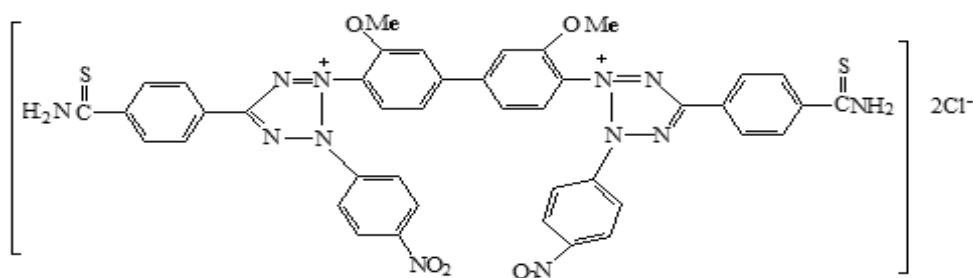
Молодогвардейская ул., 10, 121467, Москва, Россия

Создание новых средств индикации токсических веществ в атмосфере, водах и почве с целью обеспечения экологической и производственной безопасности – одно из динамично развивающихся направлений развития современной аналитической химии. Среди таких средств важное место занимают индикаторные элементы (ИЭ), которые представляются самыми дешевыми устройствами для внелабораторного анализа.

Настоящая работа посвящена созданию ИЭ для обнаружения несимметричного диметилгидразина (НДМГ), применяемого в качестве ракетного горючего. В основу индикации впервые положено использование реагентов класса тетразолиевых солей (ТС), которые широко применяются в качестве восстановительно-окислительных индикаторов в аналитической химии и биохимии, однако об их взаимодействии с НДМГ данных не найдено [1].

Установлено, что в зависимости от строения ТС при ее взаимодействии с НДМГ протекают разного типа реакции: от превращения бесцветного тетразолия в интенсивно окрашенный формазан или далее в неокрашенный гидразидин. На основании полученных результатов выбраны хромогенные ТС, пригодные для индикации НДМГ.

Создан ИЭ для обнаружения утечки НДМГ на стыках и швах арматуры и оборудования, а также в воздухе рабочей зоны. Он состоит из дублированной с помощью гидроизоляционной ленты бумаги-основы, содержащей в качестве индикатора светло-желтый 2,2'-ди-(4-нитрофенил)-5,5'-ди-(4-тиокарбамоилфенил)-3,3'-(3,3'-диметокси-4,4'-бифенилен)дитетразолий дихлорид:



При контакте со следами НДМГ наблюдается мгновенное появление устойчивого сине-фиолетового окрашивания ( $\lambda_{\text{макс}} = 610 \text{ нм}$ ). Присутствие аммиака и 4-нитрофенилгидразина не мешают определению.

Для прямого определения 0.05–10 мг/л НДМГ в промывных, сточных водах и технологических растворах предложен ИЭ на бумажной основе с ковалентно закрепленным 1,3,5-трифенилтетразолий хлоридом в сочетании с карманным концентратором проточного типа.

1. В.М. Островская, Л.К. Шпигун, Я.В. Шушеначев, А.К. Буряк, А.С. Перегудов // Журнал общей химии. 2015. Т. 85. Вып. 9. С. 1233–1243.

РАСШИРЕНИЕ ФУНКЦИЙ ТИГЕЛЬНЫХ АТОМИЗАТОРОВ  
ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ СЛЕДОВ ЭЛЕМЕНТОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ  
АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ

*В.Н. Орешкин, Г.И. Цизин*

Институт фундаментальных проблем биологии РАН, Пущино, Московская область  
Химический факультет МГУ им. М.В.Ломоносова, Москва

В природных водах для целей экологических и геохимических исследований важно определять и растворенные формы металлов (Cd, Pb, Hg и др.) и находящиеся в составе взвешенных частиц. Взвеси чаще всего выделяют методом мембранной фильтрации. Для определения элементов в фильтрате ( $Э_{\text{раст.}}$ ) и взвеси ( $Э_{\text{взв.}}$ ) широко применяют высокочувствительный электротермический атомно-абсорбционный (АА) анализ. В электротермические атомизаторы обычно помещают растворы после необходимых стадий подготовки фильтрата и взвеси (концентрирование элементов, растворение концентрата, взвеси и др.). Однако при определении фоновых концентраций элементов такие процедуры пробоподготовки, как известно, существенно влияют на качество результатов, возможно и внесение загрязнений и потери аналита.

Упростить пробоподготовку позволяет прямой АА анализ твердых взвесей и концентратов. Для прямого анализа кружков мембранных фильтров с образцами взвеси и ДЭТАТА-концентратов использовали разработанные модели тигельных и стержневых атомизаторов-испарителей с несколькими независимо нагреваемыми зонами. Показана возможность динамического концентрирования элементов и выделения взвеси из фильтратов и нефильтрованных образцов непосредственно в тигле-микроколонке (в общей зоне). При таких подходах раздельное определение  $Э_{\text{раст.}}$  и  $Э_{\text{взв.}}$  всегда осуществлялось после мембранной фильтрации образца воды вне атомизатора. Но возможен и другой подход для снижения рисков загрязнений образцов и потерь элементов. Перспективно одновременное, но раздельное выделение  $Э_{\text{раст.}}$  и  $Э_{\text{взв.}}$  не в химической посуде, а в тигле-микроколонке с последующим независимым анализом взвеси и ДЭТАТА-концентрата. В экспериментах использовали образцы речной (р.Ока, Моск.обл.) и почвенно-грунтовой воды (пойма р.Оки) с содержанием взвеси  $<10$  мг/л. Определяли кадмий и свинец, т. е. элементы, которые количественно извлекает сорбент (рН 3 – 8) в присутствии неорганических и органических природных компонентов-комплексобразователей. Для реализации подхода конструкция тигля-микроколонки изменена. Тигель дополнен другим блоком — графитовым цилиндром с кружком мембранного фильтра на графитовой подложке с микроотверстиями. В предложенной модели микроколонки зона выделения взвеси и зона сорбционного концентрирования разделены. После проведения процедуры концентрирования (пропускали 1 – 20 мл образца) возможен прямой независимый анализ мембранного фильтра с образцом взвеси и ДЭТАТА-концентрата в тигле (цилиндр отделяли от тигля и извлекали фильтр). Взвеси анализировали с предварительным термическим разложением — фракционным испарением-конденсацией в системе «стержень-стержень», а ДЭТАТА-концентраты в системе «тигель с цилиндром(микроколонка)-стержень» с последующей атомизацией продуктов фракционной конденсации в двухкамерном атомизаторе «стержень-ячейка» с изотермической аналитической зоной в ячейке. Применение фракционной конденсации позволяет уменьшить влияние матричных компонентов. Пределы обнаружения в твердых концентратах и взвеси составили для Cd  $n \cdot 10^{-8}$  –  $n \cdot 10^{-7}\%$ , для Pb  $n \cdot 10^{-6}\%$ . Значение  $s_r$  обычно не превышает 0,20 – 0,25. Полученные результаты сопоставлены с данными определений (включая методики с применением графитовой печи) после мембранной фильтрации образцов вне атомизатора.

## АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ НОВОЙ СИСТЕМЫ ОТБОРА ПРОБ ЗАГРЯЗНЕНИЙ ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСОВ

*Д.Е. Пахомов<sup>1</sup>, С.С. Воронич<sup>2</sup>, А.З. Разяпов<sup>1</sup>, В.А. Разумов<sup>3</sup>*

<sup>1</sup>ФГБОУ ВО «Государственный университет по землеустройству»,  
105064, г. Москва, ул. Казакова, д.15

<sup>2</sup>ГПБУ «Мосэкомониторинг», 119019, г Москва, ул Новый Арбат, д 11, стр 1

<sup>3</sup>Государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский  
институт химических реактивов и особо чистых химических веществ (ФГУП «ИРЕА»)  
107076, г. Москва, ул. Богородский вал, д. 3

Процедура отбора проб и последующая стадия пробоподготовки играют едва ли не определяющую роль в общей структуре аналитического процесса исследования компонентно-концентрационного состава атмосферного воздуха или промышленных выбросов. Она должна гарантировать представительность образца, которая в первую очередь зависит от физико-химических свойств самого исследуемого объекта (химический состав, гомогенность, размер и т.д.) и в известной мере является его «больным» местом ввиду отсутствия универсальных, одинаково пригодных для всех методов пробоотбора [1].

В последние десятилетия основным источником загрязнения атмосферного воздуха городов и промышленно-урбанизированных регионов является автотранспорт. Ежегодно в воздушную среду выбрасываются десятки и сотни тысяч тонн оксидов углерода, диоксида серы, оксидов азота, углеводородов и твердых взвешенных частиц (пыли, летучей золы, сажевого аэрозоля). Однако, наряду с этим, значительный вклад в общее загрязнение среды этих территорий вносят специфические вещества выбросов предприятий металлургии, нефтехимии, жилищно-коммунального хозяйства, строительного комплекса.

В данном сообщении рассмотрены особенности конструкции новой системы отбора проб газо-аэрозольных веществ в промышленных выбросах непосредственно из выбросной трубы, дымохода или газохода с соблюдением условий изокINETичности. Она создана на базе переносного универсального устройства фирмы Gravimat SHC500 (SICK MAIHAK GmbH) (Германия) и включает в себя следующие блоки и узлы: контрольно-аналитический блок (блок электроники, датчики давления, насос прокачки пробы), пылеотборное устройство GS 5 (зонд, многоканальный шланг, измерительная головка) и наборы пылесборников на низкие и высокие концентрации [2,3].

Кроме того, в докладе приведены результаты ее практического применения и определения в отобранных пробах ряда других загрязняющих веществ, включающих тяжёлые металлы и ПАУ, дана оценка метрологических характеристик системы пробоотбора; отмечены достоинства и недостатки конструкции.

1. Горелик Д.О., Конопелько Л.А. Мониторинг загрязнения атмосферы и источников выбросов. Аэроаналитические измерения / Горелик Д.О., Конопелько Л.А. – М.: Изд-во стандартов, 1992. – 432 с.
2. Переносная система для измерения запыленности гравиметрическим методом. Информация об изделии / Электронный ресурс. – [www.sick.com](http://www.sick.com)
3. Воронич С.С. Мониторинг атмосферных загрязнений урбанизированных территорий. М.: Наука, 2013. 127 с.

## ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИСТОЧНИКА СВЧ ПЛАЗМЫ С ЧАСТОТОЙ 2,45 ГГц ДЛЯ АНАЛИЗА ВОДЫ

*О.В. Пелипасов, А.Н. Путьмаков*

Россия, 630090, г. Новосибирск, Академгородок, пр. Коптюга, 1

Создан экспериментальный образец источника СВЧ плазмы для атомно-эмиссионного спектрального анализа растворов [1]. В качестве генератора СВЧ энергии использован магнетрон с частотой 2,45 ГГц. Регистрация спектров плазмы осуществлялась с помощью универсального спектрометра «Экспресс», оснащенного фотоэлектронной системой регистрации спектров. Изображение плазмы фокусировалось на входную щель спектрометра с помощью конденсора с  $f = 75$  мм. Для ввода анализируемой пробы в СВЧ плазму и создания мелкодисперсного аэрозоля используется пневматический распылитель. Раствор в распылитель вводится с помощью одноразового сменного шприца, поршень которого приводится в движение шаговым двигателем. Использован непосредственный впрыск пробы в плазму без распылительной камеры, что дает возможность работы с микроскопическими количествами образцов и малыми расходами транспортирующего газа менее 1 литра в минуту.

В качестве плазмообразующего газа были использованы аргон, азот и воздух. Аргонная плазма имеет высокую температуру и малый размер, что позволяет эффективно разогревать плазму при уровнях мощности -500Вт и суммарном расходе газа 4 л/мин. Общий спектр плазмы содержит область 260-340 нм с молекулярными линиями ОН, которые затрудняют анализ по аналитическим линиям элементов в этом диапазоне спектра. Спектры азота и воздуха содержат большое количество молекулярных полос, что снижает уровень отношения сигнал/фон.



Рис.1. Фотография СВЧ плазменного спектрометра.

Определение следов химических элементов периодической таблицы Менделеева в питьевой воде является важной задачей в аналитической химии. Достигнутые пределы обнаружения позволяют использовать прибор для анализа водных растворов, согласно требованиям СанПиН 2.1.4.1074-01.

1. А.Н. Путьмаков, О.В. Пелипасов, А.Ю. Максимов, В.М. Боровиков, К.Н. Чернов Разработка источника СВЧ плазмы для атомно-эмиссионного спектрального анализа растворов // Зав. лаб. Диагностика материалов. №1,ч.II.2015. Том 81, с. 117-121.

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1,1-ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА, МЕТИЛГИДРАЗИНА И ГИДРАЗИНА В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ ГИДРОФИЛЬНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ

*И.И. Пиковской, Д.С. Косяков, Н.В. Ульяновский, О.А. Шпигун*

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

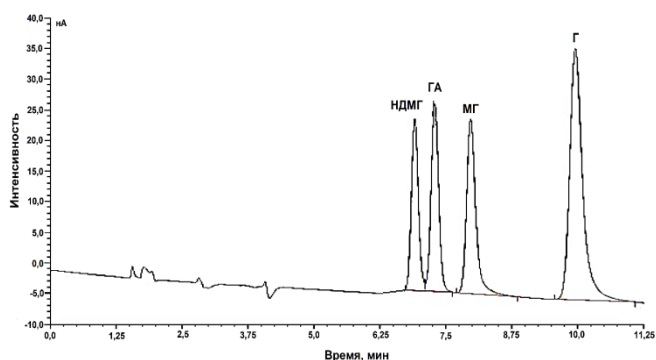
1,1-диметилгидразин (НДМГ), широко используются в ракетно-космической деятельности в качестве ракетного топлива. В связи с этим, особую актуальность приобрели вопросы мониторинга содержания в природных объектах несимметричного диметилгидразина и продуктов его разложения, таких как гидразин (Г), метилгидразин (МГ) и другие соединения. Наибольшее распространение при определении гидразинов в объектах окружающей среды нашли хроматографические методы. При прямом определении гидразинов доминирующее положение занимает разделение в режиме ионной хроматографии с амперометрическим детектированием. Альтернативой имеющимся методам ВЭЖХ разделения является гидрофильная хроматография, применяемая для разделения сильнополярных компонентов.

Целью работы является разработка способа прямого определения гидразинов в объектах окружающей среды методом гидрофильной хроматографии с амперометрическим детектированием.

Исследования выполнялись с использованием ВЭЖХ системы ICS-5000 (Dionex, США), оснащенной электрохимическим детектором со стеклоуглеродным рабочим электродом и стеклянным электродом сравнения.

В ходе работы изучено разделение гидразинов на различных неподвижных фазах для гидрофильной хроматографии. Показано, что только цвиттерионный сорбент демонстрирует оптимальное удерживание аналитов. Рассмотрено влияние состава элюента, ионной силы, водородного показателя, а также природы используемого буфера на факторы удерживания аналитов и достигаемые пределы обнаружения. Оптимизированы параметры электрохимического детектирования.

Показано, что в оптимальных условиях анализа (сорбент Nucleodur HILIC, состав подвижной фазы: фосфатный буферный раствор с ионной силой 20 мМ с pH=2,5, содержащий 78% ацетонитрила, потенциал рабочего электрода 1,1 В) возможно одновременное определение гидразина, метилгидразина, 1,1-диметил-гидразина и гидроксилamina (ГА) с пределами обнаружения на уровне 0,1 мкг/л (рисунок).



Разработанный способ успешно апробирован на реальных объектах — водопроводная, грунтовая, речная вода, а также поверхностная вода торфяного болота, отобранная в районе падения отработанных частей ракет-носителей в Архангельской области. Погрешность определения аналитов, рассчитанная методом «введено-найденно» на трех уровнях концентраций не превышает 15%.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 16-33-60159 мол\_а\_дк) и Минобрнауки России (уникальный идентификатор ПНИЭР RFMEFI61014X0006)*

НОВЫЕ ПОДХОДЫ К ВЫЯВЛЕНИЮ ПЕРСПЕКТИВНЫХ ХИМИЧЕСКИХ  
МАРКЕРОВ ДЛЯ ИДЕНТИФИКАЦИИ (ПАСПОРТИЗАЦИИ)  
МЕСТОРОЖДЕНИЙ УГЛЕВОДОРОДОВ

*А.В. Пирогов, О.А. Шпигун, М.В. Попик, И.А. Родин,  
К.Н. Смирнов, А.Н. Ставрианиди, Н.Г. Толмачева*

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический  
факультет. Москва, 119991, Ленинские Горы д.1., стр. 3.

В современных геополитических условиях доступ российских компаний, работающих в сфере поисков углеводородов, к современным зарубежным технологиям очень ограничен. Главными направлениями данной работы является поиск новых критериев и параметров нефтегазоносности аналитическими методами (экспресс и в лаборатории) на основе комплекса самого современного аналитического оборудования, появившегося недавно в распоряжении химиков-аналитиков мира.

В подавляющем большинстве случаев можно было говорить только о групповом анализе без расшифровки конкретных химических структур. Более того, то, что ранее считалось сигналом от индивидуальных соединений, представляло собой смесь многих (зачастую не одинаковых классов) соединений. Это сильно искажает и обесценивает интерпретацию результатов химического анализа. Приводит к тому, что многие маркеры остаются неизученными, а те, что соединения или производные индексы, считались маркерами – таковыми на самом деле не являются.

В работе предложен новый подход для поиска новых и оценка существующих химических маркеров для идентификации (паспортизации) месторождений углеводородов. Ключевым моментов в этих подходах является использование жидких наноструктурированных систем - т.н. "микроэмульсий". Их основным преимуществом является большая солюбилизирующая емкость, которая влияет на физико-химические свойства определяемых веществ, скорость и равновесие аналитических реакций. Молекулы поверхностно-активного вещества сочетают в себе свойства органических ионов катионного и анионного характера и проявляют способность к солюбилизации и стабилизации структуры органической молекулы. Микроэмульсии обладают уникальными свойствами по сравнению с мицеллярными средами. Во-первых, сочетая в себе гидрофильную и гидрофобную фазы, микроэмульсии хорошо смачивают объекты и являются превосходными средами для проведения экстракции. Во-вторых, при использовании в качестве подвижных фаз в хроматографии, микроэмульсии влияют на механизм удерживания и селективность разделения. Наконец, изменение свойств соединений в среде микроэмульсий приводит к изменению спектральных характеристик многих соединений, например усилению флуоресценции и поглощения, и это можно использовать в хроматографии для повышения чувствительности детектирования.

Существенно то, что описанные свойства микроэмульсий могут быть использованы для анализа сложных смесей веществ - нефтей. Показано, что это дает возможность более селективного или наоборот, группового количественного извлечения следовых количеств маркеров из нефти. Использование микроэмульсий в качестве подвижной фазы приводит к новой и уникальной селективности разделения веществ. Кроме того, последующее разрушение микроэмульсий (перед введением в хроматограф или другой аналитический прибор) автоматически приводит к значительному (1-2 порядка концентраций) концентрированию целевых веществ. Это может снять вопрос о недостаточной чувствительности определения.

*Работа выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ 16-03-00257 и РНФ 16-13-10079.*

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ХРОМАТО-ДЕСОРБЦИОННЫЕ МИКРОСИСТЕМЫ  
ИНЪЕКЦИОННОГО ТИПА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ОБРАЗЦОВ  
СОСТАВА ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

*И.А. Платонов, И.Н. Колесниченко, Е.А. Новикова, М.С. Лобанова, А.Э. Михеенкова*  
Самарский государственный аэрокосмический университет  
имени академика С.П. Королёва, (национальный исследовательский университет)  
443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34

Интенсивное развитие промышленности и технологий в мире напрямую связано с возникновением новых экологических проблем, одна из которых - «синдром больных зданий». Фармакологически углеводороды с молекулярной массой выше, чем у этана, известны как депрессанты центральной нервной системы, кроме того оказывают раздражающее воздействие на слизистые оболочки, вызывают сильное головокружение и нарушение координации. В связи с этим, разработка способов, устройств и методических приемов количественного определения содержания экологически опасных компонентов в воздухе жилых помещений и административных зданий является актуальной задачей.

Целью работы являлось изучение возможности использования хромато-десорбционных микросистем (ХДмС) для получения градуировочных газовых смесей летучих органических соединений при экологическом мониторинге жилых помещений и административных зданий. Разработаны, экспериментально изучены и апробированы опытные образцы ХДмС инъекционного типа (25мм×0,5мм). При дискретном дозировании газовой смеси ресурс работы составляет не менее 8-10 циклов при стандартном отклонении  $\delta=15\%$ , при этом период индукции составляет 3 цикла эксплуатации. Опытные образцы показали стабильность при хранении в течение 6 месяцев при сохранении герметичности заглушек и соблюдении температурного режима не более 30<sup>0</sup>С. Важным достоинством предложенного способа является возможность построения многоточечных калибровок, посредством изменения температуры десорбции. Следует отметить, что разработанные устройства соответствуют концепции «зеленой химии», так как позволяет значительно сократить применение реактивов и органических растворителей.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, в рамках государственного задания на выполнение работ, Проект №608.*

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ЭКСТРАКТОВ РЯБИНЫ ЧЕРНОПЛОДНОЙ АНАЛИТИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

*И.А. Платонов, Н.В. Никитченко, Л.В. Павлова, Е.А. Мазницына*

Самарский государственный аэрокосмический университет  
имени академика С.П. Королёва (национальный исследовательский университет),  
443086, г. Самара, Московское шоссе, д.34

Технологии извлечения биологически активных веществ (БАВ) из растительного сырья с использованием экологически чистых и безопасных растворителей представляют особый интерес в связи с тем, что позволяют получать из натурального сырья экстракты в целом и отдельные фракции (вплоть до получения целевых биологически активных компонентов) для фармацевтической, косметологической и пищевой промышленности без применения органических растворителей.

К биологически активным веществам относятся ферменты, витамины, гормоны и лекарства. Это жизненно важные и необходимые соединения, каждое из которых выполняет незаменимую и очень важную роль в жизнедеятельности организма. Значение целевых веществ из натуральных продуктов, как для аналитических целей, так и в технологических процессах переработки сырья, является важной проблемой. Контроль качества и достоверный анализ не возможен без применения современных аналитических методов.

В настоящей работе в качестве объекта исследования выбраны плоды черноплодной рябины (*Aronia melanocarpa*), произрастающие в Самарской области.

Экстрагирование БАВ из плодов проводили традиционными способами и с использованием субкритической воды в динамическом режиме.

Полученные экстракты анализировали методами жидкостной хроматографии, капиллярного электрофореза и ИСП-АЭС.

По результатам комплексного анализа проведена оценка эффективности извлечения БАВ такими экстрагентами как этанол, вода и субкритическая вода, а также определен качественный и количественный состав полученных экстрактов черноплодной рябины.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, в рамках государственного задания на выполнение работ, Проект №608.*

## СОРБЦИОННЫЕ МИКРОТРУБКИ КАК ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ЛЕТУЧИХ СОЕДИНЕНИЙ

*И.А. Платонов, Л.В. Павлова, Н.В. Никитченко, Е.А. Новикова, И.Н. Колесниченко*  
Самарский государственный аэрокосмический университет  
имени академика С.П. Королева (национальный исследовательский университет),  
443086 Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34, loga-pavlova@mail.ru

В настоящее время широко применяется метод твердофазной экстракции для концентрирования летучих органических соединений техногенного и природного происхождения с целью их дальнейшего определения. Известны способы применения ТФЭ для получения парофазных источников газовых смесей (ПИГС).

В нашей работе проведена оценка свойств различных сорбентов с целью использования их для твердофазной микроэкстракции (ТФМЭ) ЛОС различных классов.

Концентрирование ЛОС осуществлялось на сорбционные трубки на основе инъекционных игл размером 0.8×38 мм, заполненных сорбентами с размером частиц 80/100 меш. Изготовление сорбционных микроотроек осуществлялось следующим образом: заточенная часть иглы срезается, а края завальцовываются вовнутрь. Заполнение осуществляли аналогично насадочной колонки. Фиксацию сорбента со стороны срезанного конца осуществляли по принципу шариковой ручки подходящей по размеру гранулой MN-202 (размер 40/60 меш), а в головке иглы – кусочком силанизированного стекловолокна. В эксперименте использовались полимерные сорбенты: PorapakQ, TenaxTA, HayeSepN, MN-202 и угольный сорбент CarborapakB.

Использование сорбционных трубок на основе инъекционных игл позволяет сэкономить время анализа в связи с меньшими затратами на пробоотбор, а также нет необходимости в использовании дополнительного оборудования в виде термодесорбера, поскольку ввод пробы осуществляется непосредственно в испаритель хроматографа при замене иглы газового шприца для ввода пробы на сорбционную трубку.

Сорбционные свойства сорбентов оценивались для соединений различных классов. Сорбционные микроотроек, заполненные изученными сорбентами, могут использоваться в качестве образцов составов смесей или индивидуальных веществ в сорбированном виде как для идентификации веществ так и для количественной оценки.

ПОРТАТИВНЫЙ ГАЗОВЫЙ МИКРОХРОМАТОГРАФ  
ДЛЯ АНАЛИЗА ЛЕГКОКИПАЩИХ АЛИФАТИЧЕСКИХ  
И НЕПРЕДЕЛЬНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОЗДУХЕ

*И.А.Платонов, Вл.И.Платонов, Вал. И.Платонов, Т.В.Платонова, М.Г.Горюнов*  
Самарский государственный аэрокосмический университет имени академика  
С.П. Королёва (национальный исследовательский университет), 443086, г. Самара,  
Московское шоссе, д.34

Основной тенденцией развития современного приборостроения является его миниатюризация с сохранением метрологических характеристик более габаритных аналогов. Портативные приборы позволяют проводить анализ воздуха рабочей зоны “на месте” и, тем самым, нивелировать погрешности эксперимента, связанные с транспортировкой и хранением проб анализируемого воздуха. Обеспечить снижение массогабаритных характеристик газохроматографического оборудования с одновременным увеличением скорости анализа позволяет достигнуть применением микрофлюидных систем при создании функциональных блоков прибора. Современные микрофлюидные системы широко применяются в аналитической химии для дозирования, транспортировки, разделения и концентрирования самого широкого спектра веществ [1-4].

В работе представлен портативный хроматограф, позволяющий определять предельные и непредельные легкокипящие углеводороды в воздухе. Узел дозирования и газохроматографическая колонка выполнены на плоскости алюминиевых пластин. Показано, что чувствительность представленного прибора составляет 100 ppb (по метану). Длительность покомпонентного анализа поверочной газовой смеси, содержащей метан, этилен, ацетилен, этан, пропилен пропан, изобутан и бутан не превышает 200 сек.

*Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках реализации федеральной целевой программы "Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы" (уникальный идентификатор проекта RFMEFI57514X0106).*

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- 1) Marquis, B.T. A semiconducting metal oxide sensor array for the detection of NO<sub>x</sub> and NH<sub>3</sub> [Текст]/B.T. Marquis, J.F. Vetelino // Sensors and Actuators B: Chemical, - 2001. – V. 77. - P. 100-110.
- 2) Li, S. A fast-response microfluidic gas concentrating device for environmental sensing [Текст]/S. Li, J.C. Day, J.J. Park, C.P. Cadoub, R. Ghodssia // Sensors and Actuators A. - 2007. – V. 136. - P. 69-79.
- 3) Martinia, V. Microfluidic gas sensor with integrated pumping system [Текст]/V. Martinia, S. Bernardini, M. Bendahan, K. Aguir, P. Perrier, I. Graurb // Sensors and Actuators B. - 2012. – V. 170. - P. 45–50.
- 4) Agah, M. High-Speed MEMS-Based Gas Chromatography [Текст]/ M. Agah, G.R. Lambertus, R. Sacks, K. Wise // J. Microelectromech. Syst. - 2006. – V. 15. - P. 1371-1378.

# НОВЫЕ СОРБЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ С ВАРЬИРУЕМОЙ ПОРОЗНОСТЬЮ ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ РАЗЛИЧНОЙ ЛЕТУЧЕСТИ

*И.А. Платонов, Е.Н. Тупилова, Е.А. Новикова, И.Н. Колесниченко, И.М. Муханова*  
Самарский государственный аэрокосмический университет  
имени академика С.П. Королева (национальный исследовательский университет)  
443086 Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34

В связи с нарастающими масштабами химического производства в РФ возрастает также и необходимость проведения эколого-аналитического контроля. Так, для обеспечения экологической безопасности производств полимерных композиционных материалов и изделий на их основе, а также целях проведения оценки безопасности использования получаемых изделий в быту необходимо проводить определение пластификаторов в воздухе на уровне концентрации  $0,1 - 0,5 \text{ мг/м}^3$ . Такой анализ невозможен без проведения концентрирования, что является одним из основных источником погрешностей при проведении анализа. Согласно стандартизованным методикам для определения ряда пластификаторов – диалкилфталатов, используемых при производстве линолеума, в качестве пробоподготовки используется абсорбционное улавливание компонентов с последующим упариванием экстрактов для достижения необходимой чувствительности анализа. Это связано с большими временными затратами, что также является негативным фактором при проведении рутинных анализом. Использование традиционных сорбционных материалов характеризуется высоким газодинамическим сопротивлением слоя сорбента, что является немаловажным сдерживающим фактором при необходимости пропускания больших объемов воздуха, а также трудности проведения десорбции высококипящих органических соединений.

Этих недостатков лишен новый тип сорбционных материалов, представляющий собой блочный материал с варьiruемой порозностью, изготовленный путем холодного прессования определенным образом уложенной, растянутой и дозированной по весу металлической проволоочной спирали (материал – сталь марки Х18Н10). В рамках данной работы проведено исследование процессов сорбции и десорбции диалкилфталатов на данном типе материалов. Формирование адсорбционного слоя проводили путем оксидирования на воздухе при температурах  $300-700^\circ\text{C}$ . Элементный состав и морфологию поверхности оксидного слоя исследовали методом сканирующей электронной микроскопией с энергодисперсионным рентгеновским микроанализом.

Для изучения сорбционных свойств полученного материала по отношению к тяжелокипящим органическим соединениям динамическим способом получали газовые потоки, содержащие микропримеси диалкилфталатов. Концентрирование проводили путем пропускания через заполненную материалом сорбционную трубку получаемого газового потока. Десорбцию проводили изопропанолом под действием ультразвука. Анализ полученных экстрактов проводили методами газовой хроматографии и хромато-масс-спектрометрии.

Также для концентрирования летучих органических соединений на исследуемом сорбционном материале после формирования оксидного слоя наносили пленку малолетучей жидкости ПМС -1000, извлечение сконцентрированных микропримесей проводили путем термодесорбции. Таким образом, в зависимости от способа формирования сорбционного слоя получали сорбционные материалы различного назначения.

## ПРОБООТБОР И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ПЛЕНКАХ НА ПОВЕРХНОСТИ ВОДНЫХ ЭКОСИСТЕМ

*Н.А. Полотнянко<sup>1</sup>, И.А. Морозов<sup>1</sup>, И.В. Казанцева<sup>1</sup>,  
И.Н. Фадейкина<sup>1</sup>, Е.А. Денисова<sup>1</sup>, С.В. Моржухина<sup>1</sup>, Б.К. Зув<sup>1,2</sup>*

<sup>1</sup> ГБОУ ВО МО Университет «Дубна»,

г. Дубна, Московская обл., ул. Университетская, д.19;

<sup>2</sup> Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,  
г. Москва, ул. Косыгина, д.19

На поверхности раздела сред воздух-вода в водоемах протекает большинство важнейших биологических и химических процессов, на которые существенно влияют органические пленки, образующиеся в результате антропогенной деятельности человека. В настоящее время значительная часть водоемов периодически покрывается пленкой, образованной из-за попадания нефти и нефтепродуктов в окружающую среду.

Для изучения процессов формирования и деградации органических пленок на водной поверхности нужны соответствующие методы контроля, которые, как правило, используют два подхода: дистанционный (без отбора пленки с поверхности воды) и подход с пробоотбором, позволяющий получать качественные и количественные данные о составе пленок.

Нами предлагается новый способ пробоотбора пленок (патент «Способ для отбора пленок нефти и нефтепродуктов с поверхности воды и устройство для его осуществления», заявка № 2015117707 от 13.05.15) с последующим определением органического вещества методами ИК-спектроскопии (*ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОМЕТР SHIMADZU IRAFFINITY-1, ШИМАДЗУ, ЯПОНИЯ*) и термоокислительной спектроскопии (окситермографии) [1].

Способ пробоотбора основан на использовании специального устройства - зонда, в виде открытого с одной стороны полого цилиндра, погружаемого в воду и затем вытягиваемого из воды (подобно методу Ленгмюра-Блоджетт) с пленкой на внутренней поверхности зонда. После удаления воды пленку, перенесенную на внутреннюю поверхность пробоотборника, смывали известным объемом растворителя (тетрахлорметана) и затем анализировали. Для оценки толщины пленки измеряли площадь ее поверхности.

Данный подход был использован для определения нефти и нефтепродуктов на водной поверхности, в частности, были исследованы образцы нефти различных месторождений, бензинов разных марок и производителей, дизельное топливо, моторное масло. Экспериментальные данные сравнивали с результатами спектрального анализа исследуемых образцов без применения зонда, при этом были получены идентичные спектральные характеристики, что доказывает полный перенос основных компонентов органической пленки на поверхность зонда.

Проведенные исследования подтвердили возможность использования зонда для пробоотбора пленок нефти и нефтепродуктов с водной поверхности для качественного и количественного анализа. Было показано, что применяемый подход позволяет определять толщину пленок до 2 мкм.

1. Зув Б.К., Моржухина С.В. Окситермография – новый метод определения органического вещества в природных объектах/Вестник МГОУ. Серия «Естественные науки». – 2009. № 4. – М.: Изд-во МГОУ, с. 47–52.

## НОРМАТИВЫ КАЧЕСТВА ВОД

Л.С. Пономарева

Федеральное бюджетное учреждение «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»), 117105 г. Москва. Варшавское шоссе 39А,  
lsponom@gmail.com

Нормативы качества воды являются основанием пирамиды управления охраной водных объектов - от ограничений воздействий до экономического механизма (платежи, компенсация вреда). Задача аналитической химии в области охраны окружающей среды — уметь определить те показатели, которые нормированы, в пробах компонента или *«in situ»*.

Традиционная практика установления нормативов качества воды водных объектов ограничена двумя видами водопользования: использованием водных объектов для целей питьевого и хозяйственно-бытового водоснабжения и для целей рыболовства, т.е. реализован подход с оценкой пригодности/безопасности воды для использования человеком или как среды обитания водных биологических ресурсов. В настоящее время природоохранные нормативы качества поверхностных вод, направленные на охрану поверхностных водных экосистем, не установлены. Нами была предпринята попытка установления такого рода нормативов на основе известного перечня рыбохозяйственных нормативов с учетом международного опыта.

Количество показателей, подлежащих контролю и мониторингу, в российской и международной практике существенно различаются. Так, в Глобальной системе мониторинга окружающей среды (ГСМОС./ вода) контролю подвергается порядка 50 химических показателей. Обращает на себя внимание обязательность контроля таких обобщенных показателей, как ХПК и рекомендации по измерениям АОХ; в Грузии -51, Молдове- 68, Армении -104, Белоруссии – 649. Однако, не следует считать, что за рубежом ограничиваются только этими показателями. Так, директива ЕС 76-464 содержит требования по контролю групп веществ: галогенорганические соединения и вещества, которые могут образовывать такие соединения в водной среде, фосфорорганические соединения, оловоорганические соединения и др., вещества, в отношении которых доказано, что они обладают канцерогенными свойствами сами по себе или могут их приобрести в водной среде. Эти списки конкретизируются (например, по Стокгольмской конвенции, в дополнениях к директивам ЕС).

Среди нормированных органических веществ в отечественных перечнях присутствуют некоторые вещества из 37, признанных Директивой ЕС «Перечень приоритетных веществ в области водной политики 2008/105 ЕС от 16.12.2008г. (новое Приложение X к Директиве 2000/60 ЕС), наиболее опасными для водной среды. Из них для 8 веществ установлены и гигиенические, и рыбохозяйственные нормативы ПДК, для 2-х только рыбохозяйственные, для 7 - только гигиенические.

Обращает на себя внимание существенная разница величин нормативов, установленных в ЕС и России, в том числе относительная «мягкость» оценки опасности в рыбохозяйственном нормировании. Например, норматив ПДК бензола в 50, а дихлорметана почти в 500 раз больше, чем рекомендовано ЕС, в то же время гигиенический норматив ПДК дихлорметана жестче рыбохозяйственной; ПДК трифлуралина на порядок мягче европейской нормы. Проведенный анализ показал, что мнение о необычайной жесткости отечественных ПДК далеко не соответствует действительности. Основные отличия касаются прежде всего тяжелых металлов, ПДК которых в России едины для всей страны, а в ЕС, Канаде и некоторых других странах различаются в зависимости от жесткости воды.

Главная проблема не столько в величинах ПДК, сколько в установлении нормативов качества сточных вод, когда по существующей до настоящего времени идеологии качество сточных вод устанавливается на уровне лучше питьевой воды.

Общий список гигиенических нормативов РФ включает в себя 1406. названий, «Перечень рыбохозяйственных нормативов.» -1071. Как показал анализ действующих перечней, в составе нормируемых показателей присутствуют как вещества, так и смеси, товары, вещества, которые не существуют в водной среде.

## КОМПЛЕКСНЫЕ ГИДРОХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПЛАСТОВЫХ ВОД ПРИ ПОИСКЕ, РАЗВЕДКЕ И РАЗРАБОТКЕ МЕСТОРОЖДЕНИЙ НЕФТИ И ГАЗА И ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ.

*М.В. Попик, А.В. Пирогов, О.А. Шпигун*

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,  
Химический факультет. Москва, 119991, Ленинские Горы д.1., стр. 3.

Поиск, разведка, добыча и транспортировка углеводородов сопряжены с возникновением больших экологических проблем. Это связано как с разрушением структуры почвенных покровов, уничтожением растительности, так и с разливами нефти на больших территориях разрабатываемых месторождений, масштабными использованиями многочисленных нефтепромысловых реагентов различного назначения.

Пластовые воды являются одним из наиболее представительных и информативных объектов для выработки прогнозов о перспективах нефтегазоносности обследуемой территории, ресурсах залежи и технических возможностей ее разработки. Но они являются и одним из самых «благоприятных» объектов для создания экологических проблем на территориях иногда значительно превосходящих площади разрабатываемых месторождений. Поэтому комплексные гидрохимические исследования крайне полезны и необходимы как для нефтяников и газовиков, так и для определения и решения возникающих при разработке месторождений экологических проблем.

Сложности в разработке методик химического анализа состава пластовых вод связаны с тем, что они характеризуются высоким уровнем общей минерализации и сильно отличающимися концентрациями элементов. Это приводит к необходимости использовать несколько методов анализа, разработке неординарных методик, многократному разбавлению пробы и другим вариантам пробоподготовки. Сложность анализа заключается и в том, что в пластовые воды попадает большое количество нефтепромысловых реагентов, активные действующие основы которых, как правило, неизвестны. Поэтому в процессе анализа их состава сложно отделять нативные и техногенные компоненты. Сложность анализа заключалась еще и в том, что, в принципе, имеется документ (инструкция) с рекомендациями по анализу пластовых вод. Он сильно устарел, хотя круг определяемых базовых показателей не сильно изменился с тех пор, но необходимость модернизации применяемых методов и методик анализа была очевидна. Кроме базовых показателей (химических соединений), были разработаны и адаптированы (up grade) методики определения многих других химических соединений. Например, определение полного элементного состава (до 75 элементов), всего спектра алифатических и ароматических органических кислот, полного анионного и катионного состава вод, суммарного содержания нефтепродуктов.

Однотипный фон основного солевого состава пластовых вод разнообразят микрокомпоненты, характерные для вод нефтяных месторождений (йод, бром, аммоний, бор, возможно литий, барий, стронций, которые обнаружены, например, в пластовых водах месторождения Озек-Суат). Таким образом дополнительными определяемыми показателями, характеризующими состав пластовых вод (химическими маркерами месторождения), могут быть: бор, литий, барий, стронций, нафтенновые кислоты.

Проведенные исследования позволили значительно расширить спектр определяемых показателей (химических соединений) в пластовых водах. Это дает геологам и геохимикам дополнительную полезную информацию для получения более точной, экспрессной и надежной геологической информации по прогнозам перспектив нефтегазоносности обследуемой территории, уточнения геологических моделей залежей. Эти же данные являются основанием для оценки влияния проводимых нефтепоисковых работ на изменение экологического состояния объектов окружающей среды.

*Работа выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ 16-03-00257 и РНФ 16-13-10079.*

ПРОБОПОДГОТОВКА МХОВ-БИОМОНИТОРОВ  
ДЛЯ АНАЛИЗА СОДЕРЖАНИЯ В НИХ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ  
*Е.С. Попова, С.В. Моржухина, Б.К. Зуев., Е.О. Александрова, А.Ж. Махамбет*  
141980 Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего  
образования Московской области «Университет «Дубна»

Контроль состояния окружающей среды является одной из важнейших современных задач.

Мхи могут быть успешно использованы в качестве биоиндикаторов, поскольку они встречаются практически во всех наземных экосистемах и могут заселять даже районы с экстремальными условиями среды благодаря способности выдерживать длительные периоды засухи. Питание мхов во многом зависит от атмосферных осадков, и потому элементный состав в обобщенном виде отражает состав элементов в атмосфере. С точки зрения распространённости, доступности и лёгкости пробоотбора мхи представляют собой универсальные объекты для исследования [1].

Анализ содержания тяжелых металлов проб мхов-биомониторов с севера казахстана проводился на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой ICPE-9000 фирмы SHIMADZU. Пробы отобраны летом 2015 года. Работа проводилась совместно с Евразийским национальным университетом им. Л.Н. Гумилева (г. Астана).

Важнейшим этапом при проведении анализа является этап пробоподготовки. Разложение мхов проводилось с помощью микроволновой системы пробоподготовки в разных режимах. Кроме того, проводился контроль содержания в разложенных пробах органического вещества методом окситермографии. Метод основан на программированном высокотемпературном окислении органического вещества в потоке атмосферного воздуха и количественном определении молекулярного кислорода, затраченного на это окисление. Строго говоря, измеряется окисляемость анализируемого образца – показатель, аналогичный химическому потреблению кислорода.[2]

На основании результатов контроля содержания органического вещества после процедуры минерализации пробы даны рекомендации по методике пробоподготовки.

[1] *Berg T., Steinnes E.* Use of mosses (*Hylocomium splendens* and *Pleurozium schreberi*) as biomonitors of heavy metal deposition: from relative to absolute deposition values. *Environmental Pollution*, Vol. 98, № 1. – 1997. – p. 61-71.

[2] *Зуев Б. К., Моржухина С. В.* Окситермография – новый метод определения органического вещества в природных объектах // *Вестник МГОУ*, №4. – 2009.

# ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МАГНИТНЫХ ПОВЕРХНОСТНО-МОДИФИЦИРОВАННЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ СОРБЕНТОВ ДЛЯ МТФЭ-ВЭЖХ-УФ ОПРЕДЕЛЕНИЯ 4-НОНИЛФЕНОЛА В ПРИРОДНЫХ ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ

*Д.В. Пряжников, М.С. Киселева, И.В. Кубракова*

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и  
Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии  
им. В.И. Вернадского Российской академии наук  
119991, г. Москва, ул. Косыгина, 19

В природе 4-нонилфенол (4-НФ) является продуктом анаэробной биodeградации алкилфенольных полиэтоксилатов. Последние являются широко распространённым классом неионогенных детергентов, которые оказывают влияние на эндокринную систему и регуляцию репродуктивной системы у человека и животных. В речных водах содержание 4-НФ достигает 10-220 мкг/л. На уровне ПДК 4-НФ определяют исключительно с применением комбинированных методов. В целях разработки простой, быстрой и эффективной схемы пробоподготовки для определения 4-НФ и других органических загрязнителей в водных образцах был получен высокодисперсный сорбционный материал на основе магнетита. Синтез магнитных наночастиц и последующее их модифицирование тетраэтоксисилоном и бромидом цетилтриметиламмония проводили в условиях микроволнового нагрева.

Состав, строение и свойства сорбента всесторонне охарактеризованы методами элементного анализа, электронной микроскопии, динамического рассеяния света, ВЭЖХ. Установлено, что предварительное поверхностное модифицирование магнетита тетраэтоксисилоном вдвое увеличивает количество нековалентно закрепленного поверхностно-активного модификатора (ЦТАБ).

Исследованы сорбционные свойства полученного материала по отношению к 4-НФ. Выбраны оптимальные условия количественного извлечения следовых содержаний 4-НФ из водных растворов и поверхностных вод с различным солевым фоном и содержанием природных органических веществ (время сорбции, время десорбции, вид элюента, масса сорбента, объем водного образца, pH сорбции).

Предложена и оптимизирована методика количественного определения 4-НФ в водных объектах, включающая концентрирование путем статической магнитной твердофазной экстракции и ВЭЖХ-определение; предел обнаружения аналита составил 2 мкг/л. Коэффициент распределения 4-НФ между фазой сорбента и водной фазой  $1 \cdot 10^5$  мл/г. Проведение единичного определения по предложенной методике занимает 35-40 минут.

*Д.В. Пряжников, М.С. Киселева, И.В. Кубракова.* Поверхностно-модифицированный магнитный наноразмерный сорбент для МТФЭ-ВЭЖХ-УФ определения 4-нонилфенола в природных водных объектах // Аналитика и контроль. 2015 г. Т. 19. №3. С. 220-229.

ПЕРЕДВИЖНАЯ ЛАБОРАТОРИЯ ОПЕРАТИВНОГО КОНТРОЛЯ  
ЗАГРЯЗНЕНИЙ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

*А.З. Разянов<sup>1</sup>, С.С. Воронич<sup>2</sup>, Г.В. Ломакин<sup>1</sup>, А.Е. Баженова<sup>1</sup>, Я.С. Королев<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>ФГБОУ ВО «Государственный университет по землеустройству»,

105064, г. Москва, ул. Казакова, д.15;

<sup>2</sup>ГПБУ «Мосэкомониторинг»,

119019, г Москва, ул Новый Арбат, д 11, стр 1

Развитие промышленности и продолжающийся рост числа автомобилей в крупных городах и индустриальных центрах неизбежно приводят к интенсивному загрязнению воздушной среды, открытых водоемов, почв и, как следствие, к ухудшению условий проживания населения. В складывающейся ситуации недостаточная информативность и оперативность постов наблюдения действующих городских систем мониторинга требует использование мобильных средств контроля, обеспечивающих получение экологической информации в режиме реального времени практически в любой точке города.

В докладе дана характеристика выпускаемых в настоящее время передвижных экологических лабораторий (ПЭЛ), специализирующихся в основном на контроле атмосферных загрязнений и промышленных выбросов, в значительно меньшей степени – на исследования загрязнения водных объектов и почв. Подробно рассмотрены возможности ПЭЛ фирм «Кета» (Нидерланды) и «Автолаб» (Россия), используемых специалистами ГПБУ «Мосэкомониторинг», где наряду с достоинствами этих мобильных средств отмечены некоторые их недостатки, связанные с получением оперативной информации, а также ограничения по перечню определяемых веществ.

Авторами предложена усовершенствованная модель лаборатории оперативного контроля атмосферных загрязнений урбанизированных территорий, оборудованная пробоотборными средствами и современной аналитической аппаратурой для одновременного отбора проб, идентификации и количественного определения широкого спектра загрязнений в атмосферном воздухе и промышленных выбросов. Она состоит из автомобиля (для размещения основного контрольно-измерительной аппаратуры) и прицепа со вспомогательной оборудованной, системой энергообеспечения, расходными материалами, необходимыми реактивами. Новые технические решения, реализованные в разработанной авторами ПЭЛ, защищены патентом РФ на изобретение (№2544297).

Также в сообщении дается оценка возможности создания на базе Центра эколого-экономических исследований, испытаний и мониторинга (ЦЭИМ) Государственного университета по землеустройству мини лаборатории, предназначенной для контроля физических факторов воздействия (уровень городского шума, радиации, интенсивность электромагнитных излучений), и ее дальнейшее дооснащение новейшими переносными анализаторами и средствами отбора проб для анализа загрязнений почв, атмосферного воздуха и водных объектов.

## СОРБЦИЯ АНИОННЫХ ПИЩЕВЫХ КРАСИТЕЛЕЙ НА СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ

*Г.Р. Рамазанова, Т.И. Тихомирова, В.В. Аняри*

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,  
Химический факультет, 119991, ГСП-2, Ленинские горы, 1/3,  
E-mail: gulya4ka797@mail.ru

Пробоподготовка является ключевой стадией, предшествующей определению красителей в различных объектах с использованием физико-химических методов анализа. В идеале, при выбранном способе пробоподготовки, аналит должен быть сконцентрирован без деградации, а матричные компоненты удалены. Процедура должна быть количественной и воспроизводимой. Пищевые анионные красители содержатся в различных продуктах питания и в зависимости от объекта различают несколько способов их выделения, основным из которых является сорбция.

Для извлечения анионных красителей используют сорбенты, содержащие активные анионообменные центры, такие как шерсть, пенополиуретаны, полиамидные сорбенты, оксид алюминия, в меньшей степени используют неполярные органополимерные сорбенты. Сверхсшитый полистирол (ССПС) является эффективным сорбентом для извлечения различных полярных органических веществ из водных растворов. Благодаря высокому сродству ССПС к ароматическим соединениям, этот сорбент может быть использован для сорбционного концентрирования красителей.

Целью настоящей работы являлось исследование сорбции сульфазокрасителей Понсо 4R (**П-4**), Желтого «солнечного заката» FCF (**ЖЗ**), Тартразина (**ТАР**), красителя трифенилметанового ряда Зеленого прочного FCF (**ЗП**) и представителя класса хинолинов – Хинолинового желтого (**ХЖ**) на ССПС. Установлено, что сорбция сульфазокрасителей максимальна в диапазоне 1 М HCl – pH 1 ( $R = 81\text{--}99\%$ ). Для ЗП и ХЖ максимальная сорбция наблюдается в более широком интервале кислотности до pH 2. При постоянной ионной силе раствора ( $I = 1\text{ М, NaCl}$ ) извлечение красителей не зависит от pH в интервале 1 М HCl – pH 6,6 и составляет 92–96%. На сорбцию красителя не влияют сахароза и лимонная кислота при массовом соотношении 1:3000 и 1:500 соответственно.

В оптимальных условиях извлечения построены изотермы сорбции красителей, которые удовлетворительно описываются уравнением Ленгмюра. Рассчитаны значения максимальной емкости данного сорбента по отношению к красителям, составляющие для ЖЗ, ТАР, П-4 и ЗП 0,261, 0,218, 0,123, 0,067 ммоль/г соответственно. Значения коэффициентов распределения в области Генри возрастают в ряду: П-4 ( $2,6 \cdot 10^3\text{ см}^3/\text{г}$ ) < ТАР ( $3,6 \cdot 10^3\text{ см}^3/\text{г}$ ) < ЖЗ ( $6,0 \cdot 10^3\text{ см}^3/\text{г}$ ) < ЗП ( $17,1 \cdot 10^3\text{ см}^3/\text{г}$ ). Предложены возможные схемы взаимодействия красителей с поверхностью сорбента.

Установлено, что количественная десорбция соединений возможна 5 мл 10% раствора аммиака. Предложен способ определения П-4 в напитках, включающий сорбцию на ССПС, десорбцию раствором аммиака и дальнейшее спектрофотометрическое определение в элюате. Предел обнаружения составляет 0,33 мг/л. Правильность определения подтверждена методом «введено-найденно».

*Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 15-33-70002 мол\_а\_мос).*

## ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

*Ю.А. Рахманин, А.Г. Мальшева*

ФГБУ «НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А.Н. Сысина»  
Минздрава России; 119991, Москва, Погодинская ул., д. 10, стр. 1

Государственная система аналитического контроля качества окружающей среды нуждается в совершенствовании. В последнее время при оценке состояния среды и ее влияния на здоровье населения возникла необходимость перехода от характеристики, основанной на использовании ограниченного набора показателей, к пониманию того, что в реальных условиях загрязнения окружающей среды на человека одновременно воздействуют десятки и сотни веществ, содержащихся в объектах окружающей среды и поступающих от различных источников загрязнения. Между тем химико-аналитический мониторинг состояния среды основан на учете ограниченного и стандартного набора контролируемых показателей. При контроле практически не учитываются также процессы трансформации веществ, нередко приводящие к образованию более токсичных и опасных соединений, чем исходные вещества. Проблема усугубляется еще и тем, что в основе большинства официальных методов контроля качества среды, используемых как в нашей стране, так и за рубежом, лежит принцип целевого определения, ориентированного на анализ конкретных веществ или групп соединений. В то время как окружающая среда представляет собой объекты практически неизвестного состава. Такой подход не учитывает присутствие неидентифицированных и контроль ненормированных веществ.

Наш почти 40-летний опыт аналитических исследований в области гигиены окружающей среды дал возможность только используемыми в нашем Институте методами суммировать данные о качественном составе и концентрациях веществ, реально содержащихся в объектах окружающей среды: атмосферном воздухе - около 500, воздушной среде жилых и общественных зданий - 560, питьевой воде - 142, поверхностных водах - около 300, почве - около 200. Идентифицированные соединения принадлежали к различным группам (более 30) химических веществ: углеводов, их кислород-, азот-, серу- и галогенсодержащих производных. Обнаружено, что вещества, поступающие в окружающую среду от источников загрязнения, всегда представлены в виде спектров переменного состава: от нескольких десятков до нескольких сотен соединений в зависимости от природы конкретного источника загрязнения. Это свидетельствует об ограниченности государственного мониторинга среды, включающего стандартный набор до 20-60 контролируемых показателей. В результате стала очевидной необходимость учета реальных спектров веществ и уровней их содержания при оценке влияния загрязнения среды на здоровье населения. Поскольку оценка только по стандартным показателям не дает истинного представления о реальной опасности химического загрязнения окружающей среды.

К настоящему времени можно наблюдать отставание развития гигиенического нормирования от реального загрязнения показателей среды. Не мог не вызвать тревоги анализ идентифицированных в объектах окружающей среды веществ: более половины органических соединений не имели гигиенических нормативов (в атмосферном воздухе и воде – до 52-69%, почве – до 90%, воздушной среде жилой зоны – до 70%). Вызвало беспокойство также и то, что обнаруживались вещества, содержание которых не нормировано, но их высокая токсичность не оставляла сомнений, так как они относились к известным группам высокотоксичных соединений. Среди групп атмосферных загрязнений, в состав которых входили

высокотоксичные вещества, - органические нитрилы и нитраты, альдегиды, кетоны, галогенуглеводороды-, доля ненормированных веществ составляла от 46 до 87%. «Впечатляющими» оказались также результаты группового состава загрязнений воздуха помещений: ненормированными были 57% ароматических углеводородов, 59% альдегидов, 87% кетонов, 77% азотсодержащих соединений.

Таким образом, информация о состоянии окружающей среды в отношении химического загрязнения, полученная современными физико-химическими методами исследований, остается нереализованной. Гигиеническая опасность более половины обнаруженных веществ не известна. Гигиеническая оценка состояния окружающей среды не адекватна реальному уровню химического загрязнения. Состояние здоровья населения продолжает оцениваться с учетом ограниченного числа показателей химического загрязнения. Не может не вызывать тревоги тот факт, что существующая система государственного аналитического контроля химического загрязнения окружающей среды ориентирована на ограниченное количество показателей. Такой подход не учитывает идентификацию неизвестных и ненормируемых веществ, поэтому их влияние на население, оставаясь бесконтрольным, может представлять угрозу его здоровью.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА  
ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА С ЦЕЛЬЮ ОЦЕНКИ БИОДОСТУПНОСТИ  
ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ КОМПОНЕНТОВ В ПРИРОДНОМ ВОДОЕМЕ

*И.В. Роговая*

ГЕОХИ РАН, 119991 г. Москва, ул. Косыгина, 19  
ВНИИ Природа, 117628, г. Москва, усадьба «Знаменское Садки»

Исследователю происходящих в природных водах закономерностей нужен целый комплекс аналитических методов, но, как правило, большинство из них не дают информации о биологической доступности загрязняющих веществ, что необходимо для экологической и геохимической оценок водного объекта. Доступность определяется не столько общим количественным содержанием, сколько формой нахождения компонента в водной среде.

Для геохимии это интересно в связи с тем, что миграционные формы металлов, образованные разными группами (фракциями) органических веществ, содержащихся в природных водах, также различаются по свойствам [1], что отражается на формировании миграционных потоков вещества. Экологический интерес связан с тем, что существует прямая взаимосвязь между биологической активностью кислот и их молекулярной массой: обычно низкомолекулярные фракции гуминовых кислот имеют более высокую биологическую активность [2].

В связи с этим возникает необходимость в разработке методов определения фракционного состава вещества. В данном сообщении рассматривается алгоритм разработки и возможность применения нового комбинированного мембранно-окситермографического метода для определения фракционного состава органического вещества волжской воды в районе города Дубны Московской области.

1. Добровольский В.В. Роль органического вещества почв в миграции тяжелых металлов / Природа, № 7, 2004. – С. 35-39
2. Варшал Г.В., Велюханова Т.К., Сироткина И.С., Ярцева Р.Д. Фракционирование, количественное определение и изучение некоторых основных компонентов растворенных органических веществ природных вод / Гидрохимические материалы, Т. LIX, 1971. – С. 143-151

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВ ЭКОТОКСИКАНТОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ С КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ НА НАНОУГЛЕРОДНЫХ СОРБЕНТАХ

*О.В. Родинков, Л.Н. Москвин, В.Н. Постнов*

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии  
198504, Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр. 26

Определение большинства экотоксикантов в объектах окружающей среды на уровне предельно допустимых и фоновых концентраций включает стадию предварительного концентрирования. К наиболее эффективным и универсальным способам концентрирования относятся сорбционные. Среди всего многообразия предложенных к настоящему времени сорбентов в последние годы особенно пристальный интерес аналитиков вызывают сорбенты на основе нанокристаллических углеродных материалов: нанотрубок, графена, нанодисперсного активированного угля. Этот интерес обусловлен рядом их уникальных свойств. Сочетание высокой удельной поверхности с проявлением различных типов межмолекулярных взаимодействий, дополнительно возникающих после легкой функционализации поверхности этих материалов, открывает новые перспективы для высокоэффективного сорбционного концентрирования как органических, так и неорганических экотоксикантов при анализе различных объектов окружающей среды.

Отличительной чертой нанокристаллических углеродных материалов является высокодисперсное состояние, которое препятствует их применению в традиционных схемах сорбционного концентрирования. Решение этой проблемы возможно за счет применения поверхностно-слоистых сорбентов (ПСС), в которых высокодисперсный сорбционно-активный материал нанесен на поверхность относительно крупно дисперсного носителя, а также реализации новых вариантов твердофазной экстракции (ТФЭ): дисперсионной (ДТФЭ), магнитной (МТФЭ), микро-твердофазной экстракции (μ-ТФЭ) и ставшей уже традиционной твердофазной микроэкстракции (ТФМЭ). В настоящее время наиболее востребованными являются сорбенты на основе углеродных нанотрубок и графенов как в чистом виде, так и модифицированных различными функциональными группами, прежде всего для концентрирования неорганических аналитов. При этом нанокристаллические углеродные сорбенты широко используются не только сорбционного концентрирования экотоксикантов, но и для их газохроматографического (ГХ) и ВЭЖХ-разделения [1].

К настоящему времени предложены и валидированы многочисленные хроматографические методики определения нескольких сотен органических веществ в водных и газовых средах на уровне предельно допустимых концентраций с концентрированием на нанокристаллических углеродных сорбентах. В перечень определяемых веществ входят алифатические, ароматические и полиароматические углеводороды, фенолы, сложные и простые эфиры, хлор-, фосфор и азотсодержащие пестициды, полихлорированные бифенилы и триазины. Определение неорганических экотоксикантов, прежде всего, катионов тяжелых металлов ориентировано в основном на использование спектральных методов анализа.

В докладе обобщены сведения о сорбционных и хроматографических свойствах сорбентов на основе нанокристаллических углеродных материалов. Обсуждаются достижения в области сорбционного концентрирования различных экотоксикантов с использованием этих сорбентов при анализе объектов окружающей среды.

[1] *Постнов В.Н., Родинков О.В., Москвин Л.Н. и др.* От углеродных наноструктур к высокоэффективным сорбентам для хроматографического разделения и концентрирования // Успехи химии. 2016. Т. 85 (2). С. 115 – 138.

*Авторы благодарят за поддержку исследований РФФИ (грант 16-13-10117).*

## ИССЛЕДОВАНИЕ МИГРАЦИИ ХРОМА В АТМОСФЕРЕ

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

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

Хром в природе является достаточно распространенным элементом. Он может быть обнаружен в любых материалах в концентрациях, варьирующихся от менее, чем  $0,1 \text{ мкг/м}^3$  в воздухе до нескольких  $\text{мкг/л}$  в поверхностных водах.

Эмиссия этого элемента в окружающую среду (100%) представлена его поступлениями с вулканическими выбросами -  $<1 \%$ , в результате биологических выбросов -  $30\%$ , включая потребление из почвы -  $15\%$ , а также выбросами, обусловленными деятельностью человека -  $69\%$ , из которых  $3\%$  приходятся на добычу руды и производство металла,  $60\%$  - на использование металла и  $7\%$  - на сжигание угля и другие процессы. Поэтому с практической экологической точки зрения важной представляется оценка эмиссии хрома в атмосферу, которая является индикатором первоначального загрязнения окружающей среды этим элементом в глобальном экологическом цикле и изучение подвижных форм хрома, обуславливающих его активную миграцию в атмосфере [1,2].

Нами предпринята попытка выявления форм нахождения хрома в атмосферном воздухе в районах предприятий производства хромовых соединений. Пробы аэрозолей были отобраны в промышленном районе городов Московской области (г. Мытищи) на фильтры ФПА диаметром  $200 \text{ мм}$  со скоростью прокачки воздуха  $80 \text{ м}^3/\text{час}$ . Одновременно с отбором проб на фильтры был осуществлен отбор сухих выпадений на планшеты из той же ткани, размером  $50 \times 50 \text{ см}$  в течение недели [3].

Анализ аэрозолей показал, что наиболее высокие коэффициенты извлечения хрома из них достигаются при использовании в качестве растворителей азотной кислоты и воды и составляют  $45\%$  и  $35\%$  соответственно. Водорастворимые соединения хрома в аэрозолях представлены соединениями  $\text{Cr} (6+)$ .  $80\%$  соединений  $\text{Cr} (6+)$  вымываются атмосферными осадками и загрязняют подстилающую поверхность. С воздушным потоком на дальние расстояния распространяются соединения хрома, малорастворимые в воде. Эти соединения хрома сорбированы на мелких частицах.

Сравнение полноты извлечения хрома из частиц аэрозолей, отобранных на фильтры прокачиванием через них воздуха, а также из аэрозолей, выпавших на планшеты, свидетельствует о том, что коэффициенты извлечения хрома водой и  $2\%$ -ным раствором соляной кислоты из частиц, отобранных на планшеты, значительно ниже и составляет  $6\%$  и  $2 \%$

1. Воронич С.С. Мониторинг атмосферных загрязнений урбанизированных территорий. М.: Наука, 2013. 127 с.
2. Роева Н.Н., Баранов А.Н., Гребёнкин Н.Н., Зайцев Д.А. Эколого-аналитический контроль атмосферных загрязнений. – Рязань: Изд-во «РИД», 2013. 264 с.
3. Зайцев Д.А., Гребенкин Н.Н., Воронич С.С., Роева Н.Н. Об особенностях атмосферной миграции цинка // Экология урбанизированных территорий, 2013, №1, стр.55-58.

## МИГРАЦИЯ ФОРМ РТУТИ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ВОДНЫХ ЭКОСИСТЕМ

*Н.Н. Роева<sup>1</sup>, С.С. Воронич<sup>2</sup>, Д.А. Зайцев<sup>1</sup>, О.А. Орловская<sup>1</sup>, Ю.А. Володькина<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>ФГБОУ ВПО «Московский государственный университет пищевых производств»,  
125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д.11

<sup>2</sup>ГПБУ «Мосэкомониторинг»,  
119019, г Москва, ул. Новый Арбат, д 11, стр. 1

Ртуть является одним из наиболее токсичных элементов в природе. Попадая в организм человека по пищевой цепочке, она разрушающе действует на центральную нервную систему человека. Однако разные химические формы Hg оказывают разное воздействие. Поэтому важным представляется изучение их в каждом звене пищевой цепочки [1].

Целью работы было разработать схему разделения различных форм ртути в донных отложениях с целью определения наиболее химически активной из них, определяющей миграционный механизм этого токсиканта.

В качестве объектов исследования были выбраны донные отложения рек Московской и Рязанской областей. Общая ртуть во всех отобранных пробах определялась по методике, основанной на разложении навески материала смесью концентрированных кислот (азотной и серной) при нагревании, последующем восстановлении ртути из раствора 10 %-ным хлоридом олова (II) измерении ее содержания на приборе MAS-50 фирмы Perkin-Elmer. Подвижные формы Hg извлекались посредством обработки навески материала первоначально водой, потом 2 %-ным раствором соляной кислоты, а органические формы вещества – путем экстракции с использованием хлороформа и дальнейшей реэкстракция соединений ртути из хлороформа 0,1 %-ным раствором цистеина, который затем разлагали смесью концентрированной серной и азотной кислот в соотношении 1:1 с добавлением 2-х мл 5%-ого раствора тиосульфата калия при нагревании в течении 2-х часов при 95 °С [2,3].

В результате проведенного исследования было оценено содержание валовое, подвижных и органических форм ртути в донных отложениях. Оно варьировалось в пределах 0,023 – 0,08 мкг/г, 0,0021-0,0038 мкг/г и 0,021-0,0153 мкг/г соответственно. Также установлено, что подвижные формы Hg являются более лабильными (т.е. химически активными) и определяют миграционную способность этого элемента в пищевой цепочке.

1. Еделева Д.А., Гребёнкин Н.Н., Роева Н.Н., Баранов А.Н. Основы экологии и экотоксикологии. Словарь-справочник. – Рязань: Изд-во «РИД», - 2013. 160 с.
2. Роева Н.Н., Баранов А.Н., Гребёнкин Н.Н., Зайцев Д.А. Эколого-аналитический контроль атмосферных загрязнений. – Рязань: Изд-во «РИД», 2013. 264 с.
3. Зайцев Д.А., Гребенкин Н.Н., Воронич С.С., Роева Н.Н. Об особенностях атмосферной миграции цинка // Экология урбанизированных территорий, 2013, №1, стр.55-58.

## ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТОВ И НИТРИТОВ В ОБЪЕКТАХ РАСТИТЕЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

*Н.Н. Роева, С.С. Воронич, Д.А. Зайцев, С.А. Янковский, М.Б. Мойсеяк*  
ФГБОУ ВПО «Московский государственный университет пищевых производств»,  
125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д.11

Потенциальная токсичность нитратов, содержащихся в повышенных концентрациях в объектах растительного, а также животного происхождения, заключается в том, что они при определенных условиях способны окисляться до нитритов и ядовито воздействовать на организм человека, вызывая метгемоглобинемию.

Уровень содержания нитратов и нитритов в пищевых продуктах - один из важнейших показателей их безопасности. Поэтому для их определения применяются различные инструментальные методы анализа.

В данном докладе представлено сравнение 2-х вариантов проведения спектрофотометрического метода количественного химического анализа (КХА) нитратов и нитритов в растительном сырье и продуктах питания по реакции с сульфаниламидом и N-(1-нафтил)-этилен диамин дигидрохлоридом: пробирочного, когда на одно определение требуется 50 мл пробы, продолжительность КХА составляет меньше 30 мин); проточно-инжекционного анализа (ПИА), когда те же показатели соответственно равны 30 мкл и 20 сек.

Восстановление нитратов до нитритов проводилось в колонке, заполненной кадмием. Концентрация ионов оценивалась по высоте пиков оптической плотности при 540 нм с использованием градуировочных графиков. Пределы определения составили: для нитрат-ионов – 0,01-15,0 мг/л; для нитрит-ионов – 0,01-3,2 мг/л.

Определение нитратов в продуктах растительного и животного происхождения предусматривало восстановление их в нитриты при помощи фермента нитрат-редуктазы, продуцируемой бактерией *Escherichia*, и последующее фотометрическое определение нитрита с помощью реактива Грисса.

Экстракция нитратов производилась насыщенным раствором  $\text{CaSO}_4$ . К полученной смеси добавлялись фосфатный буфер с  $\text{pH}=7$ , краситель метилфиолетовый и свежеприготовленный раствор фермента, он термостатировался. Затем в нее заливались  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$  и  $\text{NaHCO}_3$ , раствор выдерживался в течение часа, перемешивался до исчезновения окраски и фотометрировался при 540 нм после добавления реактива Грисса.

## ПОРФИРИНЫ КАК МОДИФИКАТОРЫ В УСЛОВИЯХ КАПИЛЛЯРНОГО ЗОННОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

*Н.Б. Рожманова, В.С. Мочалова*

*Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический  
факультет, 119991, ГСП-2, Ленинские горы, 1/3*

*E-mail: nb.rozhmanova@mail.ru*

Проблема разделения и определения витаминов в различных объектах, несмотря на большой объем исследований в этой области, все еще актуальна ввиду сложности или недостаточной селективности существующих методик. Для этих целей широко используется метод мицеллярной электрокинетической хроматографии, позволяющий разделять незаряженные пробы за счет различной вероятности нахождения их в водной и псевдостационарной фазах. Модификатор может селективно или даже специфично взаимодействовать с одним из анализируемых веществ, что приводит к повышению эффективности разделения. В настоящее время наиболее перспективным считается динамическое модифицирование капилляра, при этом часто как модификаторы используются циклодекстрины, резорцинарены и порфирины.

Целью настоящей работы являлось исследование возможности применения порфиринов / гематопорфирина дигидрохлорид (ГП) и 1,8-ди-(1-метоксиэтил)дейтеропорфирин - IX (ДП) / для динамического модифицирования поверхности капилляра при разделении водорастворимых витаминов/ $B_1$ ,  $B_2$ ,  $B_{12}$ ,  $B_c$ ,  $C$ ,  $PP$  и  $PP$ -амида/ в условиях капиллярного зонного электрофореза. Для достижения цели были определены параметры удерживания водорастворимых витаминов в зависимости от концентрации и pH рабочего буферного раствора; природы, концентрации и способа введения в систему порфирина-модификатора. Найдены оптимальные условия полного разделения цианокобаламина и никотинамида и совместного определения 7 водорастворимых витаминов: 10 мМ боратный буфер (pH 9,18) – 1,8-ди-(1-метоксиэтил)дейтеропорфирин ( $9 \cdot 10^{-4} M$ ), 254 нм,  $U$  15кВ, длина капилляра (общая/эффективная) 60/50 см.

Анализ электронных спектров поглощения изученных нами модельных систем показал наличие взаимодействий между модификатором и витаминами различного строения, что открывает перспективу применения метода капиллярного зонного электрофореза для разделения широкого спектра органических соединений в динамически модифицированном порфиринами кварцевом капилляре.

В установленных оптимальных условиях были получены электрофореграммы фармацевтических препаратов «Пентавит» и «Олиговит» и выполнено определение содержания в них водорастворимых витаминов. Полученные результаты согласуются с паспортными данными анализируемых образцов. Таким образом, показана перспективность динамического покрытия капилляров 1,8-ди-(1-метоксиэтил)дейтеропорфирином-IX для определения водорастворимых витаминов. Разработанная методика превосходит по эффективности, селективности, простоте и экспрессности известные из литературы методики и может быть рекомендована для определения водорастворимых витаминов в различных объектах, в частности в сточных водах фармацевтических предприятий.

ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ  
АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ  
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЦЕЛЛЮЛОЗНОЙ МАТРИЦЫ,  
МОДИФИЦИРОВАННОЙ НАНОЧАСТИЦАМИ СЕРЕБРА

*Г.И. Романовская, М.В. Королева, Б.К. Зув*

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского РАН,  
11991 Москва, Косыгина,19 e-mail: Gromanovskaya@yandex.ru

На примере пирена, одного из приоритетных загрязнителей окружающей среды, представителя полициклических ароматических углеводородов (ПАУ), предложен новый экспрессный способ прямого люминесцентного определения ПАУ в водных средах.

Показано, что люминесцентное определение содержания молекул пирена возможно за счет их солубилизации в новых упорядоченных структурах. Эти структуры образуются в результате самоорганизации молекул катионного поверхностно-активного вещества – бромида цетилтриметиламмония (ЦТМАБ) на целлюлозной матрице – фильтровальной бумаге, модифицированной наночастицами (НЧ) серебра. Растворы ЦТМАБ наносили в концентрациях, превышающих значение критической концентрации мицеллообразования (ККМ).

Установлено, что при включении солубилизированных молекул люминофора – пирена в эти упорядоченные структуры, содержащие в качестве активных компонентов НЧ серебра, наблюдается влияние поверхностного плазмонного резонанса (ППР) НЧ серебра на люминесцентные свойства молекул пирена. Показано, что степень влияния зависит от расстояния их нахождения от поверхности НЧ серебра. Величину расстояния регулировали предварительным нанесением одинакового объема растворов ЦТМАБ различных концентраций на поверхность модифицированной фильтровальной бумаги с последующим высушиванием. Максимальную интенсивность свечения пирена наблюдали в фиолетовой области спектра при его солубилизации в структуре, образованной молекулами ЦТМАБ при использовании растворов концентрации  $1,0 \cdot 10^{-2}$  М при предварительном нанесении аквазоля серебра в ЦТМАБ ( $C_{\text{НЧ}} = 4,0 \cdot 10^{-5}$  М,  $C_{\text{ЦТМАБ}} = 4,8 \cdot 10^{-5}$  М). В этом случае реализуются оптимальные условия нахождения молекул пирена вблизи НЧ серебра. Процессы безызлучательного переноса энергии его возбуждения на НЧ отсутствуют (молекулы пирена находятся на расстояниях, превышающих значение ферстеровского радиуса). Сильное резонансное взаимодействие электронных переходов мономерных молекул пирена, ответственных за колебания вдоль длинной оси молекулы, и плазмонных колебаний НЧ серебра приводит к изменению вероятностей переходов из возбужденных состояний пирена и, как следствие, к изменению интенсивности полос в этой области спектра. Совпадение частоты квантового перехода молекул пирена с частотой локализованных плазмонов серебра приводит к увеличению вероятности 0-0 -перехода пирена.

Предлагаемый способ может быть использован для экспрессного люминесцентного определения других ПАУ в водных средах, спектры люминесценции которых лежат в одной спектральной области с оптическими спектрами наноструктур серебра с локализованным ППР.

Впервые установлено, что использование поверхности фильтровальной бумаги, модифицированной НЧ серебра, с формированием на ней молекулами ЦТМАБ упорядоченной структуры, приводит к увеличению интенсивности свечения определяемых ПАУ и, как следствие, к повышению чувствительности их люминесцентного определения.

## ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ЭКОТОКСИКАНТОВ В СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ

*О.Б. Рудаков*

Воронежский государственный архитектурно-строительный университет,  
394006, г. Воронеж, ул. 20-летия Октября, 84, rudakov@vgasu.vrn.ru

Для современного человека его квартира и офис являются экологической нишей, в которой он проводит до 90% времени своей жизни. В связи с этим большое внимание уделяется контролю качества и безопасности строительных материалов, используемых во внутренней отделке офисных и жилых помещений. Широко используемые органические добавки в бетоны, полимерные строительные и отделочные материалы в процессе эксплуатации выделяют в воздух немалое количество вредных веществ (аммиак, формальдегид, фенол, бисфенол А, нонилфенол, триклозан, стирол, бензол и т. п.), концентрация которых в отдельных случаях превышает ПДК.

Наиболее эффективными методами контроля летучих экотоксикантов являются хроматографические – капиллярная ГЖХ, МС-ГЖХ, ВЭЖХ, в том числе МС-ВЭЖХ. Второе дыхание в мониторинге экотоксикантов получил метод ТСХ, что связано с эффективным применением цифровых технологий в обработке хроматографических пятен с цифровых помощью видеоденситометров, сканеров, фотокамер, разработкой специализированного ПО.

В пробоподготовке и концентрировании аналитов для этих методов наиболее применимы жидкостно-жидкостная (ЖЖЭ) и твердофазная экстракция (ТФЭ). Перспективным методом концентрирования является также экстракционное вымораживание. В лаборатории химического анализа при кафедре химии ВГАСУ разработан целый ряд методик экстракционной пробоподготовки с применением гидрофильных экстракционных систем с высаливателями и с применением низкотемпературной экстракции без высаливателей. В качестве низкотемпературных экстрагентов алкилфенольных экотоксикантов использован ацетонитрил, его смеси с этилацетатом и изопропанолом, которые при охлаждении до -10 °С с водными растворами образуют двухслойные системы. Найдены безацетонитрильные экстрагенты, пригодные для низкотемпературной ЖЖЭ. Эти методики применимы как для газовой, так и для жидкостной хроматографии.

Разработаны способы ВЭЖХ-контроля ионола, нонилфенола в полимерных матрицах, комбинированный метод тест-контроля низших фенолов, бисфенола А, нонилфенола, триклозана в отделочных и рулонных строительных материалах с применением ТСХ в сочетании с цифровой цветометрией. Анализ полимерных и композитных материалов на наличие в них экотоксикантов показал, что многие строительные материалы могут представлять опасность для здоровья людей и контроль их качества остроактуален [1-3].

1. Хорохордина Е.А., Чан Хай Данг, Рудаков О.Б. //Научный вестник ВГАСУ. Строительство и архитектура. 2015. № 1 (37). С. 124-130.
2. Чан Хай Данг, Хорохордина Е.А., Рудаков О.Б. //Научный вестник ВГАСУ. Серия: Физико-химические проблемы и высокие технологии строительного материаловедения. 2015. № 2. С. 94-98.
3. Рудаков О.Б., Хорохордина Е.А., Чан Хай Данг//Строительные материалы. 2014. № 6. С. 66-70. Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ, ГЗ 2015/16, проект №3837.

МОНИТОРИНГ БИСФЕНОЛА А, НОНИЛФЕНОЛА И ТРИКЛОЗАНА  
В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ТАНДЕМА  
ТСХ - ЦВЕТОМЕТРИЯ

*Л.В. Рудакова<sup>1</sup>, Е.А. Хорохордина<sup>2</sup>, А.М. Хорохордин<sup>2</sup>, О.Б. Рудаков<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Воронежский государственный медицинский университет  
394693, г. Воронеж, ул. Студенческая 10, vodoley65@mail.ru

<sup>2</sup>Воронежский государственный архитектурно-строительный университет,  
394006, г. Воронеж, ул. 20-летия Октября, 84, rudakov@vgsu.vrn.ru

В настоящее время полимерные материалы во все возрастающих масштабах применяют в строительстве, в приборостроении, в пищевой и фармацевтической отраслях. Нередко эти материалы изготовлены из недорогих полимеров, в которых содержание свободных вредных веществ – мономеров, пластификаторов, стабилизаторов, консервантов и антиоксидантов может превышать безопасные для здоровья человека концентрации, поэтому аналитический контроль экотоксикантов в этих материалах стал насущной и злободневной проблемой. Такие производные фенолов как бисфенол А, триклозан, нонилфенол входят в состав многих композиционных полимерных материалов. Так, бисфенол А является одним из ключевых мономеров в производстве эпоксидных смол и поликарбонатных пластиков, а также отвердитель и стабилизатор в полимерных материалах. Триклозан, как хлорпроизводное фенола – антибактериальный агент широкого спектра действия, обладает противовоспалительными свойствами, действует на грамм-положительную и на грамм-отрицательную флору, а также на грибковые микроорганизмы. Концентрация триклозана в полимерных материалах обычно составляет от 0,1 до 1%. Нонилфенол – отвердитель и стабилизатор, ПАВ, пластификатор, также широко применяется в получении полимерных материалов.

Разработан способ определения свободных экотоксикантов – бисфенола А, триклозана и нонилфенола, способных мигрировать из материалов бытового и строительного назначения в жидкие среды, с применением метода ТСХ, совмещенного с цифровой цветометрией. Процедура идентификации фенолов и их количественного определения заключалась в следующем. На первой этапе окрашенные с помощью двух цветных реакций хроматографические пятна, полученные параллельно для одной и той же пробы, сканируют цифровым устройством. На втором этапе в центральных участках полученных 2 цифровых изображений считывают усредненную интенсивность цветовых компонентов  $R$ ,  $G$ ,  $B$ , по величинам которых строят шестилепестковую диаграмму (ЛД). По периметру или по площади ЛД находят искомую концентрацию, а по индивидуальному профилю, используя коэффициент близости векторных массивов, проводят качественную идентификацию. Для концентрирования экотоксикантов из водных смывов и растворов использовали режим низкотемпературной гидрофильной жидкостно-жидкостной экстракции (ЖЖЭ) смесями ацетонитрил – этилацетат (85:15) и ацетонитрил – ИПС – этилацетат (80:5:15), в которых расслоение на 2 жидкие фазы происходит при  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 10-30 мин. ТСХ проводили на силикагеле Silufol, состав подвижной фазы: хлороформ □ этилацетат □ уксусная кислота, 50:50:1. Для проявления пятен использовали 2 хромофорные реакции: 1) со смесью хлорид железа (III) – феррицианид калия (синие пятна); 2) с 0,1 н. раствором  $\text{KMnO}_4$  в разбавленной  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (желтые пятна на розовом фоне).

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ, ГЗ 2015/16, проект №3837.

ВОЗМОЖНОСТИ ПОРИСТОГО ГРАФИТИРОВАННОГО УГЛЕРОДА  
ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ИОНОВ  
И ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

*Е.А. Рукосуева, Т.И. Тихомирова, Г.И. Цизин*

Московский Государственный Университет имени М.В.Ломоносова,  
Химический факультет, кафедра аналитической химии,  
г. Москва, Ленинские горы, д.1, стр.3

Пористый графитированный углерод (ПГУ) является гидрофобным сорбентом, состоящим из переплетенных листов с плоским шестиугольным расположением атомов углерода, на поверхности которого отсутствуют кислородсодержащие группы. Отличительной особенностью сорбента является высокая химическая (рабочий диапазон pH – 0–14) и термическая устойчивость. Благодаря своей уникальной структуре, обеспечивающей возможность взаимодействия, как с гидрофобными, так и с гидрофильными аналитами, ПГУ часто используют для разделения смесей веществ, особенно полярных и ионизированных, таких как сахара, металлоорганические соединения и неорганические ионы.

Показана возможность разделения неорганических ионов на ПГУ. Так, например, возможно разделение анионных форм мышьяка(III, V), а также селена(IV, VI) с использованием в качестве подвижной фазы раствора муравьиной кислоты. Ионы  $\text{TcO}_4^-$  и  $\text{ReO}_4^-$  делили с использованием раствора трифторуксусной кислоты. Удерживание ионов предположительно объясняется путем диполь-наведено-дипольных взаимодействий. Неорганические ионы ( $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{IO}_3^-$ ,  $\text{Cl}^-$  и др.) делили в режиме ОФ ВЭЖХ при добавлении в подвижную фазу смеси муравьиной кислоты с пиридином или бромида тетрабутиламмония с ацетонитрилом. При изучении сорбции гексафторида фосфора использовали классическую подвижную фазу ацетонитрил-вода.

ПГУ можно также модифицировать органическими реагентами такими, как, например, пиридилазорезорцин, и разделять на нем катионы металлов в присутствии щавелевой кислоты. В указанных условиях неорганические ионы определяли в водопроводной, минеральной и озерной воде.

На ПГУ возможно разделение как положительно, так и отрицательно заряженных комплексов металлов. Например, медь(II) и железо(III) разделяли при использовании подвижной фазы ЭДТА-ацетатный буферный раствор (pH = 5). Комплексы  $\text{TcO}_4^-$  с цикланом, тетраазадодеканом и этилендиамином разделяли в градиентном режиме при использовании подвижной фазы, содержащей ацетонитрил и трифторуксусную кислоту. Для определения кальция и магния в состав подвижной фазы добавляли о-крезолфталейн.

Кроме этого ПГУ используют для разделения и определения полярных биологически активных веществ. Например, для разделения селено- или арсеносахаров, где в качестве элюента применяли водный раствор метанола, а для разделения оксалиплатинов в водную подвижную фазу вводили метанол и азотную кислоту. Соли монометил- и диметиларсеновых кислот разделяли подвижной фазой, включающей муравьиную кислоту.

## ИОННАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ ДЛЯ АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ. НЕКОТОРЫЕ АСПЕКТЫ ОТЕЧЕСТВЕННОЙ ИСТОРИИ И МЕТОДОЛОГИИ

*Е.В. Рыбакова*

АбакусГмбХ, Москва, Гостиничный пр-д, 46, rybakova\_elena@list.ru

Рассмотрен вопрос возникновения и становления метода ионохроматографического определения неорганических ионов. Степень изученности этой темы чрезвычайно низкая, особенно возникновение и развитие ионной хроматографии в СССР. Собраны данные по хроматографическому (ВЭЖХ и ИХ) приборостроению в СССР, разработке и производству ионохроматографических сорбентов. Кроме того, отражена роль личности в этой области науки, а также влияние различных школ и групп ученых и инженеров на метод ИХ и его аппаратное оформление.

Метод ионной хроматографии появился в 1975 г в США, в тот же год стали выпускать ионные хроматографы промышленным способом, а в начале 1980-х, по инициативе Ю.А.Золотова, который предложил НПО «Химвтоматика» разработать хроматограф, началась история ионной хроматографии в СССР. С появлением первого отечественного ионного хроматографа стали разрабатываться методики для различных объектов в первую очередь объектов окружающей среды.

Учитывая чрезвычайную техническую сложность налаживания производства такой сложной техники, как жидкостные хроматографы, практически «с нуля», создание технологии производства ионо-обменных сорбентов для аналитического разделения, очевидно, что отечественное приборостроение и производство сорбентов совершило настоящий прорыв за очень короткий срок. Благодаря относительной простоте метода и довольно надежной конструкции, первые хроматографы нашли широкое применение в анализе объектов окружающей среды. Начав с определения неорганических анионов в поверхностной и водопроводной воде, уже к концу 80-х появилась необходимость определять не только анионы, но и катионы. Так появился первый «двухканальный» отечественный ионный хроматограф для одновременного определения анионов и катионов в водных вытяжках из проб почвы.

В период 80-х – 90-х годов появились методики по определению кислых газов в воздухе рабочей зоны, методики определения анионов в сточных водах, в минеральной и питьевой водах, ионную хроматографию стали использовать для контроля состава технологических вод атомных станций.

Первые попытки использования иных, чем кондуктометрический, детекторов в ионной хроматографии открыли широчайшие новые возможности по определению веществ ионного характера. Так, например, использование послеколоночной дериватизации и спектрофотометрического детектора в видимой области, дает возможность ионо-хроматографического определения переходных металлов, в виде их окрашенных комплексов, алюминия (III) и силикатов. А использование электрохимического детектора позволило определять углеводы, сахара, сахароспирты и даже аминокислоты на ионном хроматографе.

Отечественные инженеры и ученые внесли существенный вклад в развитие хроматографических методов и нам есть чем гордиться. А знание истории отечественной хроматографии необходимо, чтобы воспитать новых ученых и инженеров для этого метода в нашей стране.

МЕТОДЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ В ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ  
ТЕРРИТОРИЙ БЫВШИХ ОБЪЕКТОВ  
ПО УТИЛИЗАЦИИ ХИМИЧЕСКОГО ОРУЖИЯ

*И.В. Рыбальченко<sup>1,2</sup>, В.Н. Фатеенков<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Костромской государственной технологической университет,  
156013, Кострома, ул. Дзержинского 17, e-mail: rivrus@mail.ru

<sup>2</sup>ФГБУ «27 научный центр» Минобороны России,  
105005, Москва, Бригадирский переулок, 13

В соответствии с Федеральной целевой программой «Уничтожение запасов химического оружия в Российской Федерации» к настоящему времени уничтожено более 90% декларированных запасов отравляющих веществ (ОВ). К 2016 году завершено уничтожение запасов химического оружия на 6 из 7 объектов, специально построенных для выполнения указанной Программы. Наряду с этим ранее ликвидированы 8 объектов и завершена конверсия 16 объектов по бывшему производству химического оружия. Все указанные объекты подлежат перепрофилированию, санации загрязненных территорий и вовлечению в хозяйственную деятельность Российской Федерации. С этой целью разработана технология ликвидации последствий деятельности, связанной с ассимиляцией ОВ, ключевым элементом которой является экологическая экспертиза территорий всех бывших объектов по утилизации химического оружия.

Высокая токсичность ОВ и продуктов их деструкции, отнесенных к категории суперэкоотоксикантов, определяет необходимость использования для их определения в сильно загрязненных средах наиболее чувствительных и селективных аналитических методов. В результате многолетних исследований, проведенных в различных странах под эгидой международной Организации по запрещению химического оружия (ОЗХО), предпочтение однозначно отдано гибридным методам газовой и жидкостной хроматографии в комбинации с масс-селективными детекторами различной конфигурации. Вместе с тем, для эффективного решения задач экологической экспертизы требовалась разработка методического обеспечения, начиная с экспресс-методов отбора и подготовки проб к анализу, и заканчивая исследованием закономерностей формирования масс-спектров при различных способах ионизации целевых аналитов. Эти работы проводились в рамках аккредитации аналитических лабораторий в системе профессионального тестирования ОЗХО, а, начиная с 2015 года, поддерживаются Российским научным фондом.

В докладе будут представлены примеры реализации наиболее эффективных подходов к хромато-масс-спектрометрическому исследованию сложных по составу проб из различных объектов окружающей среды, содержащих следовые количества суперэкоотоксикантов.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ, проект 15-13-10005.*

## КОМПЛЕКСНАЯ ЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СОСТОЯНИЯ ТЕРРИТОРИИ Г. КАШИНА ТВЕРСКОЙ ОБЛАСТИ

*О.А. Савватеева, К.В. Миронова*

Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования  
Московской области «Университет «Дубна»,  
141980, г. Дубна Московской обл., ул. Университетская, д. 19.

Г. Кашин Тверской области является малым городом с численностью населения на 01.01.15. 15007 человек. В малых и средних городах России проживает более 1/4 населения страны. Чаще всего такие города выполняют очень важные рекреационные и оздоровительные функции. При этом именно в малых городах зачастую отсутствуют пункты экологического мониторинга. Кашин – город-курорт, важнейшее значение в жизни которого имеет санаторий, функционирующий на базе местных минеральных вод, поэтому экологические оценки здесь весьма актуальны.

Оценка экологического состояния окружающей среды г. Кашина проводилась на основе данных о негативном воздействии предприятий, натурных исследованиях транспорта, лабораторных анализах содержания тяжелых металлов в почвах, поверхностных водах и растительности, результатах биоиндикации в 2009–2016 гг.

Градообразующими предприятиями г. Кашин являются ОАО «Кашинский завод электроаппаратуры», ОАО «Завод по разливу минеральных вод «Вереск», ОАО «Кашинский ликероводочный завод», ООО «Гортепло», ОАО СХП «Кашинский лен», ОАО «ЭРА» и ООО «Санаторий Кашин», объем выбросов загрязняющих веществ в атмосферный воздух которых составляет 26,51 т/год с преобладанием в составе выбросов оксида углерода. Суммарный объем сбросов сточных вод в поверхностные водные объекты составляет 300,25 м<sup>3</sup>/год с наибольшим вкладом хлоридов, взвешенных веществ и сульфатов. Большая часть городских предприятий выполняет сброс сточных вод в р. Кашинка, однако наибольший объем сбросов приходится на ООО «Санаторий Кашин» и выполняется в р. Маслятка, что в дальнейшем приводит также к воздействию на р. Кашинка. При этом результаты исследований концентраций тяжелых металлов в поверхностных водах позволяют сделать вывод, что превышения по санитарно-гигиеническим показателям отсутствуют, а нормативы качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения незначительно превышены лишь по Zn.

Общее количество выбросов загрязняющих веществ от автотранспорта составляет 153 т/год. Наиболее загруженным участком движения автотранспорта (до 288 автомашин/час) является центральная часть города с преобладанием легковых автомобилей в общем потоке до 95%. Наибольшее количество грузового автотранспорта отмечено в районе трассы «Кашин – Углич». Почвы города Кашин не испытывают загрязнения тяжелыми металлами. Повышенное (относительно среднего по городу) содержание Pb, Cu, Zn в почвах и растительности отмечается в центральной части города, в районах с высокой транспортной нагрузкой.

По результатам биоиндикации по древесным и травянистым видам растений выявлены локальные участки с повышенными показателями коэффициента флуктуирующей асимметрии листовых пластин на северо- и юго-западе города, для которых необходимо проведение дополнительных исследований.

В целом состояние окружающей среды города Кашин в настоящее время характеризуется как оптимальное для проживания населения, территория пригодна для рекреационного и санаторно-курортного использования. Однако, в силу особой рекреационной ценности рекомендуется организация системы комплексного экологического мониторинга.

## НОВЫЙ КОМБИНИРОВАННЫЙ СПОСОБ АНАЛИЗА НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ ПОЧВ

*Е.Ю. Савонина, Ан.В. Соин, Т.А. Марютина*

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина  
и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии  
им. В.И. Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН),  
119991 г. Москва, ул. Косыгина, д. 19, savoninae@mail.ru

Нефть и нефтепродукты относятся к наиболее распространенным загрязняющим компонентам природной среды, вызывая существенные изменения в химическом составе, свойствах и структуре почвы. Контроль содержания нефтепродуктов в почвах необходим для возможности своевременного вмешательства для предотвращения дальнейшего загрязнения, а также принятия мер по рекультивации загрязненных территорий. Существующие стандартные методики определения нефтепродуктов в почвах весьма трудоемки и длительны, а также отличаются необходимостью большого расхода органических растворителей. Применение проточных методов экстрагирования для выделения нефтепродуктов из почв является весьма перспективным способом пробоподготовки, позволяющим избежать большинства вышеперечисленных проблем. Для реализации проточного экстрагирования нефтепродуктов использовали микроколонки специальной конструкции.

Одним из основных методов определения нефтепродуктов в почвах и донных отложениях является флуориметрический метод. Метод основан на способности нефтепродуктов к излучению в ультрафиолетовой части спектра и характеризуется высокой чувствительностью и широким диапазоном определяемых концентраций. Стандартный способ флуориметрического измерения массовой доли нефтепродуктов в почве заключается в последовательном проведении следующих операций:

- экстракция нефтепродуктов из проб почвы органическим растворителем — гексаном;
- очистка экстракта методом колоночной хроматографии с оксидом алюминия;
- измерение массовой концентрации нефтепродуктов в очищенном экстракте на флуориметре.

Предложено использовать экстрагирование нефтепродуктов из почв в микроколонке в сочетании с последующей очисткой на патронах с оксидом алюминия и флуориметрическим детектированием в режиме on-line. Приведено сравнение результатов, полученных с применением стандартной методики анализа и разработанного способа на примере стандартных образцов почвы, загрязненной нефтепродуктами. Разработанный комбинированный способ анализа нефтезагрязненных почв позволяет повысить эффективность определения нефтепродуктов в почвах и сократить время анализа по сравнению со стандартной методикой (до 1 ч вместо 2,5 ч).

ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ВОДЕ (ХПК)  
“БЕЗРЕАГЕНТНЫМ” МЕТОДОМ ОКСИТЕРМОГРАФИИ  
И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ ДЛЯ АНАЛИЗА ПРИРОДНОЙ ВОДЫ

*А.Е. Сараева<sup>1</sup>, И.В. Роговая, Л.И. Колмыкова, Е.М. Коробова, Б.К. Зуев*  
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН  
119991 Москва, ул. Косыгина, 19, <sup>1</sup> E-mail: saraeva.88@inbox.ru

При мониторинге состояния природных вод особое внимание уделяется определению обобщенных (суммарных) показателей качества воды, таких как химическое потребление кислорода (ХПК) - содержание органического вещества, общий органический углерод (ООУ), растворенный органический углерод (РОУ)[1]. В России нормируемым обобщенным показателем воды является ХПК. ХПК показывает содержание в воде органических и минеральных веществ, окисляемых одним из сильных химических окислителей при определенных условиях. Важность показателя ХПК обусловлена тем, что вода содержит огромное количество различных органических соединений, а индивидуальное определение веществ, при массовом анализе, сложно, дорого и требует больших временных затрат.

Для определения «окисляемости» воды был предложен экспрессный метод, позволяющий получать показатель, аналогичный ХПК. Метод основан на программируемом высокотемпературном нагреве пробы в реакторе и окислении (этой пробы) в потоке бинарной смеси инертный газ – кислород при непрерывной регистрации кислорода, выходящего из реактора. Измеряемая методом окситермографии величина аналогична ХПК и имеет размерность мгО/л. Среди существующих методов окситермография зарекомендовала себя как простой, «безреагентный» и экологически чистый метод [2,3].

Метод окситермографии был применен для анализа природной и питьевой воды. Правила охраны поверхностных вод (1991) устанавливают норматив ХПК для водоемов и водотоков в местах хозяйственно-питьевого водопользования - не более 15 мгО/л и в местах коммунально-бытового водопользования - не более 30 мгО/л. Эти величины ХПК могут успешно контролироваться с помощью предлагаемого метода. В качестве объектов исследования для определения ХПК были взяты реальные водоемы в Брянской области. Полученные значения ХПК находились в интервале от 3.5 до 120 мгО/л.

1. *Vershinin V.I.* // Talanta. 2015. № 1. P.297-313.
2. Titova T.V., Morzhukhina S.V., Zuev B.K. Oxythermography in education // Science and Education: materials of the II international research and practice conference. - Germany, 2012. - Vol. -P.61-66.
3. Зуев Б.К., Моржухина С.В., Роговая И.В., Титова Т.В. Окситермография – новый метод исследования вещества и его применение в учебном процессе и научных исследованиях // Вестник Международного университета природы, общества и человека "Дубна", №2 (30), 2014 г., С. 31-33.

*Работа выполняется при финансовой поддержке РФФИ, грант №16-33-00864.*

## ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ НА ГИДРОСФЕРУ АВАРИЙНЫХ РАЗЛИВОВ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРОВ ПРОИЗВОДСТВА КУЧНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ ЗОЛОТА

*В.И. Сафарова, Н.Р. Низамутдинова, Г.Ф. Шайдулина*

Государственное бюджетное учреждение Республики Башкортостан  
Управление государственного аналитического контроля, г. Уфа, ул. Российская, 21

Мониторинг окружающей среды в зоне влияния предприятия кучного выщелачивания золота (КВ), расположенного в Республике Башкортостан, проводился с 1995 года по настоящее время. Результаты мониторинга в 1995-1996 гг. показали, что деятельность предприятия не оказывает существенного влияния на поверхностные и подземные воды, почвы и воздух. Содержание металлов в подземных и поверхностных водах соответствовало фону, цианиды отсутствовали.

Нарушение герметичности технологических прудов в 1998 году привело к загрязнению подземных вод промплощадки цианидами, роданидами, ртутью и другими элементами. В течение нескольких месяцев результаты исследования показывали техногенное загрязнение подземных вод цианидами на участке, расположенном приблизительно в 15 м от отстойников продуктивных и отработанных растворов. Содержание токсичных цианидов ( $CN^-$ ) в подземных водах составляло от 103 до 660 ПДК, роданидов – до 1160 ПДК. В подземных водах в период аварии отмечалось повышенное содержание меди (4,4-10,2 ПДК), ртути (1-3,6 ПДК).

Загрязненные цианидами подземные воды были нейтрализованы введением железного купороса и пероксида водорода, тогда же оборудована новая сеть наблюдательных скважин. После внештатной ситуации вместо одиночных скважин предусмотрены кусты из двух, контролирующих различные уровни водоносного горизонта (одна в интервале 10-25 м, другая – 40-55 м). Данная система позволяет достоверно контролировать изменения, связанные с деятельностью предприятия, на природные воды, что подтверждается постоянными мониторинговыми наблюдениями.

После проведения мероприятий по ликвидации источника загрязнения было установлено:

- отсутствие цианидов и роданидов в воде новых наблюдательных скважин (глубиной 30 м и 53 м), сооруженных вблизи отстойника отработанного раствора;
- присутствие в воде наблюдательных скважин (глубиной 31,5 м и 53,6 м), сооруженных около отстойника ПР, токсичных цианидов (до 1,7 ПДК), роданидов (до 28 ПДК), ртути (до 2,4 ПДК), меди, цинка, марганца, железа в допустимых концентрациях; отсутствие никеля, кобальта, кадмия, свинца.

После длительной откачки воды из технологических скважин №1-3 установлено появление в воде токсичных цианидов (до 2,3 ПДК).

Установлено также, что в родниках, колодцах, бытовых скважинах с. Сафарово, расположенного в 2 км от предприятия КВ, цианиды не были обнаружены; в то же время медь, цинк, марганец, ртуть выявлены в допустимых концентрациях, а никель, кобальт, кадмий, свинец отсутствуют. Влияния предприятия на поверхностные воды рек Кыруды, Шартымка и ручья Фидер не выявлено.

## МОНИТОРИНГ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ

### В АНТРОПОГЕННО НАГРУЖЕННЫХ РЕГИОНАХ

<sup>1</sup>*В.И. Сафарова, <sup>1</sup>Р.М. Хатмуллина, <sup>1</sup>А.Р. Мухаматдинова, <sup>2</sup>А.М. Сафаров*

<sup>1</sup>Государственное бюджетное учреждение Республики Башкортостан

Управление государственного аналитического контроля (ГБУ РБ УГАК)

<sup>2</sup>ФГБОУ ВПО Уфимский государственный нефтяной технический университет

450104, Россия, г. Уфа, ул. Российская, 21, guugak@mail.ru

Несмотря на возрастающее антропогенное воздействие на окружающую среду в последние годы отмечается тенденция к ограничению финансовых ресурсов, направленных на природоохранные цели. В связи с этим при проведении эколого-аналитического контроля компонентов природной среды необходимо четко обозначить контролируемые параметры с целью достижения максимально возможного эколого-экономического эффекта и получения максимально возможной объективной аналитической информации о состоянии природной среды и о качестве источников загрязнения. Для организации мониторинга водных объектов в антропогенно нагруженных регионах необходимо:

- изучение особенностей и характеристик функционирования производственных объектов для последующего планирования работ по инвентаризации сбросов сточных вод. Цель инвентаризации – установление наиболее полного перечня загрязняющих веществ с помощью как классических, так и высокоинформативных методов анализа (газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии, хромато-масс-спектрометрии, атомно-абсорбционной спектрометрии и др.);

- выделение из общего списка идентифицированных компонентов таких веществ, которые являлись бы специфическими для конкретных производств, т.н. «отпечатков предприятий», а также приоритетных соединений или показателей, представляющих опасность для экосистем с точки зрения их концентраций, постоянства присутствия в сточных водах, и их токсикологических характеристик. Например, для сточных вод предприятий нефтехимии и нефтепереработки ароматические углеводороды, оригинальные добавки к производимой продукции (например, различные присадки к бензинам) могут быть специфическими показателями, а нефтепродукты, ХПК<sub>бихр.</sub> – приоритетными для контроля показателями;

- организация контроля с помощью наиболее достоверных и доступных методов анализа;

- накопление информации в виде хроматограмм, обобщенных таблиц о составе сточных вод, соединениям – «отпечаткам предприятий» или группе (кластерах) соединений с целью прогнозирования возможных загрязнений водной среды различными веществами;

- непрерывный анализ получаемой информации с целью корректировки перечня определяемых ингредиентов;

- автоматизированный контроль экологически наиболее важных параметров источников загрязнения, сточных вод, позволяющих получить интегральную или обобщенную характеристику о производственных процессах, качестве сбросов и т.д. На основании этих результатов – быстрое ответное реагирование с целью регулирования отклонений в технологическом цикле и минимизации негативных последствий для природной среды.

Таким образом, совершенствование системы мониторинга заключается не столько в расширении перечня контролируемых ингредиентов, сколько в ее упрощении, которое может быть достигнуто введением в программу контроля наиболее значимых показателей. Мониторинг водных объектов в едином блоке должен предусматривать и регулярные наблюдения за состоянием донных отложений.

## ПОДХОДЫ К ФОРМИРОВАНИЮ СИСТЕМЫ КОНТРОЛЯ И МОНИТОРИНГА КОМПОНЕНТОВ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

<sup>1</sup>*В.И. Сафарова, <sup>1</sup>Р.М. Хатмуллина, <sup>1</sup>Г.Ф. Шайдулина,*

*А.М. Сафаров, <sup>1</sup>Е.В. Фатьянова*

<sup>1</sup>Государственное бюджетное учреждение Республики Башкортостан

Управление государственного аналитического контроля (ГБУ РБ УГАК)

<sup>2</sup>ФГБОУ ВПО Уфимский государственный нефтяной технический университет

450104, Россия, г. Уфа, ул. Российская, 21, guugak@mail.ru

Близкое расположение промышленных предприятий и жилой зоны, характерное для России, приводит к неизбежному загрязнению окружающей среды в городах и других населенных пунктах. В этих условиях одним из важнейших инструментов обеспечения качества жизни людей является экоаналитический контроль компонентов природной среды и источников их загрязнения.

Зачастую при осуществлении мониторинга окружающей среды, особенно атмосферного воздуха, который является жизнеобеспечивающим компонентом природной среды, важно не просто зафиксировать концентрации тех или иных примесей, но и провести надежную индикацию источника загрязнения. Поэтому подходы к проведению эколого-аналитического мониторинга и контроля природной среды зависят от целей проводимых исследований. Если источники загрязнения известны, то в этом случае анализ сводится к обнаружению и правильному количественному определению поступающих от них примесей. В тех случаях, когда в пробах обнаруживаются загрязняющие вещества, источник поступления которых неизвестен (например, есть несколько предприятий – потенциальных загрязнителей), то в этом случае помимо идентификации примесей и их определения, нужно выявить причину загрязнения природной среды. И в том и в другом случае к выполнению химического анализа предъявляются особые требования (подбор условий отбора проб и их подготовки к анализу, выбор метода исследования, чувствительность анализа и т.д.), поскольку зачастую речь идет о следовом анализе микропримесей. Однако если нужно установить причину загрязнения природной среды, важным становится анализ экологический, под которым понимается знание сведений об экологической ситуации в данном регионе, о предполагаемых природных и антропогенных источниках эмиссии загрязняющих веществ, о составе выбросов и других отходов потенциальных загрязнителей. В этом случае для индикации источников поступления загрязняющих веществ используются результаты систематических наблюдений за выбросами и сбросами предприятий, информация о приоритетных и специфических компонентах в этих источниках, данные статистичности, литературные сведения и т.д.

Например, при обследовании атмосферного воздуха в жилых районах города использование данных о специфических примесях позволило выявить источники загрязнения воздушной среды. Следовые количества терефталевой кислоты и ряда органических соединений, характерных для промышленных выбросов крупных предприятий, были обнаружены в пробах воздуха, отобранных в связи с высокой его загазованностью. В некоторых случаях решению задачи обнаружения источника загрязнения способствует построение концентрационных профилей близких по свойствам и характеристикам соединений (например, ароматических углеводородов, ПАУ). Концентрационные профили, отражающие соотношение содержаний загрязняющих веществ в предполагаемом источнике и природной среде, позволяют выделить различия или сходства сравниваемых объектов.

КРЕМНИЙСОДЕРЖАЩИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ СОРБЦИОННОГО  
ВЫДЕЛЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ФОСФОЛИПИДОВ В РАСТИТЕЛЬНЫХ  
ОБЪЕКТАХ И ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТАХ

Л.А. Синяева<sup>1</sup>, Н.А. Беланова<sup>1</sup>, С.И. Карпов<sup>1</sup>, В.Ф. Селеменев<sup>1</sup>, Ф. Рёсснер<sup>2</sup>

<sup>1</sup>ФГБОУ ВО «Воронежский Государственный Университет»,  
394006, г. Воронеж, Университетская пл., 1 E-mail: liliya.sinyaevavsu@mail.ru

<sup>2</sup>Carl von Ossietzky University, D -26111, Oldenburg, Germany

В настоящее время вырабатываемые промышленностью растительные масла характеризуются присутствием многообразных сопутствующих веществ, среди которых особое место занимают фосфолипиды. Учитывая полезные физиологические и биологические свойства фосфолипидов, необходимо сохранять их качество с целью получения полноценного самостоятельного продукта – фосфатидного концентрата.

Сорбционные процессы, реализуемые в статическом и динамическом режимах, нашли широкое применение в процессах концентрирования, выделения и разделения биологически активных веществ (БАВ). Сорбционное концентрирование может служить альтернативой жидкостной экстракции, так как обеспечивает более высокие коэффициенты концентрирования и степень извлечения целевых компонентов.

Целью работы являлось сорбционное выделение и концентрирование фосфолипидов кремнийсодержащими материалами различной степени упорядоченности.

Определение фосфолипидов в объектах растительного происхождения, фармацевтических препаратах, чаще всего осуществляют методом ВЭЖХ после предварительного концентрирования аналитов с помощью твердофазной экстракции (ТФЭ). В связи с этим, возникает проблема, связанная с ограниченным количеством сорбентов, позволяющих осуществлять групповое или селективное выделение веществ. В качестве сорбентов для извлечения ФЛ традиционно применяют полимерные ионообменники и силикагель. Одной из причин ограничения использования менее упорядоченных материалов (силикагелей и полимерных сорбентов) в анализе БАВ являются пространственные затруднения массопереноса объемных молекул. Появление нового класса упорядоченных материалов типа МСМ-41 и SBA-15, а также направленный синтез сорбентов с большими значениями удельной площади поверхности, объема пор позволяет говорить о возможности достижения большей эффективности хроматографических процессов при одновременном увеличении сорбционной емкости материалов.

Результаты исследования динамики сорбции фосфолипидов кремнийсодержащими материалами представляют возможным оптимизировать процесс выделения и очистки целевых компонентов. Отмечено доминирующее влияние растворителя (гексана и этанола) на удерживание фосфолипидов мезопористыми сорбентами. Меньшая адсорбция гексана сорбционными центрами мезопористого сорбента обуславливает снижение степени размытия адсорбционного фронта, что указывает на отсутствие кинетических ограничений, с одной стороны, и большое сродство сорбента, с другой. Большая гидрофобность мезопористых материалов типа МСМ-41 и композитов на его основе способствует еще большему увеличению сорбционной емкости мезопористых материалов по отношению к фосфолипидам.

*Прикладные научные исследования проводятся при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России по Соглашению № 14.577.21.0111 от 22 сентября 2014 г. Уникальный идентификатор прикладных научных исследований RFMEFI57714X0111.*

## РАЗРАБОТКА МИНИАТЮРНОГО СЕНСОРА ДЛЯ ИМПЕДИМЕТРИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПАТОГЕННЫХ МИКРООРГАНИЗМОВ

Н.О. Ситков, А.В. Соловьев, Т.М. Зимина

«Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)», Центр микротехнологии и диагностики

Актуальная проблема распространения инфекционных заболеваний диктует повышенный интерес к миниатюрным аналитическим системам (лабораториям-на-чипе) для экспресс-диагностики патогенных микроорганизмов. Такие устройства позволяют, в отличие от традиционных методов, в короткий срок автоматически производить быструю идентификацию микроорганизмов и анализ их антибиотикорезистентности.

Импедиметрия является перспективным направлением создания сенсорных элементов, интегрируемых в лабораторию-на-чипе (ЛНЧ). Импедиметрические сенсоры способны предоставить целый ряд информационных параметров, с помощью которых можно решить следующие задачи: идентификация биопатогенных микроорганизмов, оценка их жизнеспособности с целью определения резистентности к определенному типу антибиотика, подсчет и регистрация отдельных микробных тел, а также анализ их метаболической активности.

Работа импедиметрического сенсора основана на измерении частотной дисперсии импеданса  $z(f)$  суспензии, содержащей микроорганизмы и их кластеры в измерительной ячейке. Затем проводится нелинейная аппроксимация экспериментальных данных для получения информации о виде микроорганизмов и их жизнеспособности.

Проведены измерения  $z(f)$  водных суспензий непатогенных *Lactobacillus fermentum* 90T-C4, *Bifidobacterium bifidum* 791, *Saccharomyces cerevisiae* и *E. coli* M-17, для которых отмечена общность спада исследуемой зависимости с ростом частоты. Выход на плато у *Saccharomyces cerevisiae* и *E. coli* M-17 наблюдали при более низких частотах, чем у *Lactobacillus fermentum* 90T-C4 и *Bifidobacterium bifidum* 791.

Полученные результаты будут применены при интегрировании данного сенсора в создаваемую в ЦМИД СПбГЭТУ микробиологическую ЛНЧ, содержащую капиллярную систему для транспорта компонентов анализа и навесные функциональные элементы.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ АФЛАТОКСИНА М<sub>1</sub> В МОЛОКЕ МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Г.Б. Слепченко, М.А. Гаврилова, О.Л. Мезенцева, И. О. Максимчук  
ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский Политехнический  
Университет», 634050, г. Томск, пр. Ленина 43, e-mail: microlab@tpu.ru

Афлатоксин М<sub>1</sub> представляет собой метаболит афлатоксина В<sub>1</sub> - продукта жизнедеятельности микроскопических грибов *Aspergillus* и афлатоксин В<sub>1</sub> в организме животных способен превращаться в афлатоксин М<sub>1</sub> в молоке и присутствовать в мясе. Как и его предшественник, этот микотоксин уже при низких концентрациях представляет серьезную угрозу для здоровья животных и человека. Загрязненная афлатоксином М<sub>1</sub> молочная продукция экологически опасна для человека, поэтому установлены ПДК по содержанию афлатоксинов В<sub>1</sub> и М<sub>1</sub> в молоке и продуктах его переработки на уровне  $1 \cdot 10^{-3}$  и  $0,5 \cdot 10^{-3}$  мг/дм<sup>3</sup> соответственно. В литературе для определения афлатоксина М<sub>1</sub> электрохимическими методами используют различные амперометрические и вольтамперометрические иммуносенсоры. Использование ферментов и наноматериалов для конструирования сенсоров обеспечивает высокую чувствительность и селективность определения. В ходе экспериментальных исследований нами получены вольтамперограммы электроокисления афлатоксина М<sub>1</sub> на стеклоуглеродном электроде в рабочих условиях, разработанных нами ранее для определения афлатоксина В<sub>1</sub>. Выбраны фоновые электролиты, характеризующиеся хорошей воспроизводимостью и широким линейным диапазоном определяемых содержаний афлатоксина М<sub>1</sub>: 0,1 М Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, 0,1 М C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>(NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, 0,1 М (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и 0,1 М Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

Потенциал пика электроокисления афлатоксина М<sub>1</sub> соответствует  $+(0,6 \pm 0,05)$  В, причём в зависимости от изменения катионно-анионного состава и рН фонового электролита аналитический сигнал может несущественно смещаться в положительную или отрицательную область по шкале потенциалов. Изучено влияние рН фонового электролита на аналитический сигнал афлатоксина М<sub>1</sub>, которое указывает на предпочтение в использование нейтральной либо слабокислой среды в качестве рабочей, так как в щелочной среде происходит разрушение микотоксинов на нетоксичные или малотоксичные соединения.

На основе проведённых исследований предложена вольтамперометрическая методика определения афлатоксина М<sub>1</sub> в молоке. Разработан алгоритм пробоподготовки молока. Матрицу отделяли путем гидролиза и высаливания молочных белков с последующим их отделением центрифугированием или фильтрованием. Проведена проверка правильности предлагаемой методики методом «введено-найденно». На этапе проведения вольтамперометрических измерений были оценены следующие валидационные характеристики методов: диапазон измерений, линейность, предел определения, чувствительность, избирательность, неопределенность результатов, правильность, прецизионность (повторяемость и воспроизводимость) результатов измерений. Диапазон определяемых содержаний составлял  $2 \cdot 10^{-4} \div 2 \cdot 10^{-2}$  мг/дм<sup>3</sup> с погрешностью не более 20%.

ИЗУЧЕНИЕ СИСТЕМАТИЧЕСКИХ ПОГРЕШНОСТЕЙ В РЕЗУЛЬТАТАХ  
РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА (РФА) НАГРУЖЕННЫХ  
АЭРОЗОЛЯМИ АСПИРАЦИОННЫХ ФИЛЬТРОВ

А.Н. Смагунова<sup>1</sup>, Т.В. Степанова<sup>1</sup>, В.С. Толмачева, У.В. Ондар<sup>2</sup>, Е.Н. Коржова<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Иркутский государственный университет, 664003 Иркутск, ул. К. Маркса, 1

<sup>2</sup>Тувинский государственный университет 667000 Кызыл, ул. Ленина, 36

Для контроля загрязнения атмосферы и воздуха рабочей зоны в отечественной аналитической практике аэрозольные частицы собирают на фильтры типа АФА-ХА, АФА-ВП, АФА-ХП, АФА-В, используя пробоотборники с рабочей поверхностью 10, 20 и 40 см<sup>2</sup> [1]. Пробы анализируют с помощью деструктивных и недеструктивных методов. К последним относится экспрессный многоэлементный РФА, одним из недостатков которого является использование только части фильтра (как правило, не более 7 см<sup>2</sup>) для измерения аналитического сигнала, что обуславливает появление систематических погрешностей ( $\Delta_c$ ), так как нагруженные фильтры неоднородны по составу. Для уменьшения величины  $\Delta_c$  из одного фильтра вырезают до 5 излучателей. При этом критерием правильности результатов РФА служат данные деструктивных методик. В этом случае расхождение между сравниваемыми результатами зависит от величины  $\Delta_c$  и погрешностей контрольных методик вследствие неполного разложения частиц аэрозолей при их растворении.

Цель работы состоит в изучении зависимости точности результатов РФА от числа излучателей, вырезанных из анализируемого фильтра, и выборе оптимальных условий измерения аналитического сигнала. Исследования выполнены с помощью синтетических неоднородных образцов известного состава, представляющих тонкие органические пленки, содержащие порошковый носитель аналитов. Опираясь на технологию их изготовления [2], получили 2 группы пленок, имитирующих фильтры с рабочей поверхностью диаметром 5 см (группа I) и 8 см (группа II). Каждая группа состояла из проб с неоднородностью двух типов: в первом из них основная нагрузка порошка-носителя располагалась в центре «фильтра», во втором – ее немного сместили к краю создаваемого диска. Аналитами служили Cr, Mn, Fe, Ni и Mo. При статистической обработке результатов анализа в качестве переменной использовали величину  $\delta_{ki} = 100 \left[ \left( M_{ki}^x / M_{ki}^d \right) - 1 \right]$ , где  $M_{ki}^x$ ,  $M_{ki}^d$  – масса элемента  $i$  в  $k$ -том «фильтре», установленная методом РФА, и введенная при его изготовлении (действительное содержание) соответственно.

Для РФА «фильтров» группы I из центра вырезали диск диаметром  $d_c=3$  см и, измерив от него интенсивность ( $I_i$ ) флуоресценции элемента  $i$ , определили его массу  $M_{ki}^x$  на «фильтре». При статистической обработке величины  $\delta_{ki}$  установили, что детерминированная постоянная систематическая погрешность (ДПСП) превышает 30%. Кроме того, из всего материала неоднородного  $k$ -того «фильтра» приготовили излучатель, когда под центральный диск поместили оставшиеся кусочки «фильтра» и измерили интенсивности  $I_i$ . Анализ значений  $\delta_{ki}$  показал незначимость ДПСП и детерминированной случайной систематической погрешности (ДССП) на фоне случайной погрешности не превышающей 5% отн.

Из материала каждого «фильтра» группы II вырезали 5 дисков диаметром 2,5 см. Измерив от них интенсивности  $I_i$ , рассчитали значения  $\delta_{ki}$  для случаев, когда излучателем служит один центральный диск, 2 диска (центральный и боковой) и т.д., изменяя их число  $N$  до 5. Затем построили графические зависимости ДПСП и ДССП от числа  $N$ , которые имеют сложный немономотонный характер.

1. МУ 4945-88 – М.: Рарог, 1988. 232 с.
2. Пат. РФ 2324915 от 20.05.08 // Б.и. № 14.

## СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СПОСОБОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ

*В.В. Смирнов, М.В. Беляков, А.И. Крылов*

*ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»*

190005, Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19 *E-mail: akrylov@b10.vniim.ru*

В связи с возрастающим вниманием к защите окружающей среды от антропогенных загрязнений, в последнее время значительный интерес направлен на определение в природных объектах, в первую очередь, почвах и донных отложениях оловоорганических соединений. Согласно распоряжению правительства РФ от 30 декабря 2015 года № 2753-р, оловоорганические соединения, находящиеся в грунте, включены в перечень загрязняющих веществ, определение содержания которых становится необходимым при проведении дноуглубительных работ. Существующий международный стандарт ISO 23161, предусматривающий определение оловоорганических соединений в почвах методом газовой хроматографии, предполагает обязательную стадию дериватизации определяемых соединений, для перевода их в летучие тетраалкил- производные. Данная стадия усложняет процедуру анализа и увеличивает его стоимость, однако при газохроматографическом определении искомых соединений, является необходимой.

Целью исследования стало определение сравнительных характеристик различных методов анализа донных отложений на примере четырех часто встречающихся оловоорганических соединений: моно-, ди- и трибутил олова, а также трифенилолова. Для сравнения были выбраны газовая хроматография с масс-спектрометрическим детектором, предполагающая стадию дериватизации, масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой в качестве метода суммарного определения всех соединений олова и суммарного определения оловоорганических соединений после дериватизации пробы. Дополнительно сравнительные характеристики анализа выбранных соединений были определены для методов HPLC-ICP-MS и HPLC-MS, не требующих дериватизации экстрактов в процессе пробоподготовки. Обобщенные данные представлены в докладе конференции.

Сравнительные исследования проводились на реальных образцах донных отложений, полученных в рамках ряда работ по определению содержания оловоорганических соединений в морской акватории Балтийского и Баренцева морей и других объектах. Установлено, что использование метода ICP-MS для измерения суммарного содержания всех подвижных форм олова в качестве менее трудоемкого скринингового метода при определении степени загрязненности объектов оловоорганическими соединениями, мало информативно и нецелесообразно. Так, например, вследствие содержания значительного количества сопутствующих соединений олова, суммарное его содержание при определении методом ICP-MS оказывается выше на один-два порядка (диапазон для серии проб от 100 до 2000 мкг/кг), чем суммарное содержание измеряемых оловоорганических соединений (от менее 10 до 600 мкг/кг). Одновременно, следует отметить, что основными компонентами, среди обнаруженных в исследованных нами пробах оловоорганических соединений, были моно- ди- и трибутилолово.

Полученные результаты в детализированном виде будут представлены и обсуждены в стендовом сообщении на конференции.

## ОЧИСТКА СТОЧНЫХ ВОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СОРБЕНТОВ НА ОСНОВЕ ПРИРОДНЫХ АЛЮМОСИЛИКАТОВ ПРИМОРСКОГО КРАЯ

*Л.И. Соколова, Д.С. Гальченко, Н.П. Шапкин, В.И. Разов*

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Дальневосточный федеральный университет»,  
ДВФУ, 690950, г. Владивосток, ул. Суханова, 8

При выращивании аквакультур в искусственно созданных условиях увеличивается их восприимчивость к бактериям вследствие стрессовых условий, которым подвержена рыба (высокая плотность рыбы, гипоксия, высокие концентрации нитритов и аммиака). Эти условия ухудшают иммунную систему рыб, что приводит к увеличению восприимчивости их к инфекции. Для лечения и профилактики заболеваний рыб, креветок и других гидробионтов успешно применяют различные антибиотики, поэтому один из возможных путей попадания антибиотиков в поверхностные воды – стоки аквакультурных ферм. В загрязненной антибиотиками местности, появляются резистентные виды бактерий, которые несут колоссальную опасность для жизни человека, приводят к нарушению микробиоценозов, заражению рыбы и других водных обитателей. Очистка сточных вод аквакультурных ферм от антибиотиков возможна при использовании сорбентов на основе природных алюмосиликатов, что целесообразно с точки зрения рационального использования природных ресурсов.

Для концентрирования антибиотиков в настоящее время используются сорбенты: C18, HLB, ENV+, молекулярно-импринтированные полимеры. Альтернативой им являются сорбенты на основе природных алюмосиликатов.

Целью работы является исследование сорбционных характеристик и физико-химических свойств сорбентов на основе природных алюмосиликатов Приморского края. В качестве объектов исследования выбраны вермикулит Кокшаровского месторождения, каолинит Сухоложского месторождения и монтмориллонит, добываемый на острове Русском. Проведено исследование сорбционной способности сорбентов. Рассчитаны степени поглощения и элюирования антибиотиков (левомицетин, тетрациклин, цефазолин, ципрофлоксацин) на исследуемых сорбентах. Максимальная степень поглощения достигнутая для антибиотиков левомицетина, тетрациклина, цефазолина и ципрофлоксацина при использовании сорбента на основе вермикулита, составила 73%, >99%, 73%, >99% соответственно. Значительное элюирование с сорбента наблюдалось только для левомицетина. Физические свойства исследовались методами рентгенофазового анализа и позитронно-аннигиляционной спектроскопии. Дифрактограммы регистрировали на приборе "Advance-D8" ("Bruker"), используя  $\text{Cu-K}\alpha$ -излучение, в диапазоне углов  $2^\circ < 2\theta < 90^\circ$ . Измерения времен жизни и интенсивности аннигиляций позитронов проводились на спектрометре быстрых задержанных совпадений при помощи сцинтилляционных пластических детекторов размером  $\varnothing 25 \times 15$  мм и ФЭУ 87 на базе анализатора "NOKIA-LP-4840". Временное разрешение спектрометра  $2\tau_0$  составляет 270 пс для источника  $^{60}\text{Co}$  при 30%-ной ширине энергетического "окна". Сорбция происходит за счет интеркаляции молекул антибиотика. Рассчитаны объемы ловушек сорбента, которые составляют  $153,6 \text{ \AA}^3$ ;  $212,6 \text{ \AA}^3$ ;  $217 \text{ \AA}^3$ ;  $266,1 \text{ \AA}^3$ ;  $188,1 \text{ \AA}^3$  для исходного вермикулита, вермикулита с водой, вермикулита с левомицетином, вермикулита с тетрациклином и вермикулита с цефазолином соответственно.

Таким образом, сорбенты на основе вермикулита могут использоваться для извлечения антибиотиков, а сорбенты на основе вермикулита, монтмориллонита и каолинита - для извлечения тетрациклина и ципрофлоксацина из водных растворов.

# СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОЦЕНКИ ИЗМЕНЕНИЯ УРОВНЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ ОБСТАНОВКИ В ПРОМЫШЛЕННЫХ ЗОНАХ ГОРОДА ТВЕРИ НА ПРИМЕРЕ ПОДОРОЖНИКА БОЛЬШОГО (PLANTÁGO MÁJOR)

*Н.А. Соловьева, С.Д. Хижняк, П.М. Пахомов*  
ФГБОУ ВПО «Тверской государственный университет»,  
Россия 170100, г. Тверь, ул. Желябова, 33

Основными источниками поступления вредных веществ в атмосферный воздух городов являются промышленные предприятия и автотранспорт. Различные промышленные загрязнители, попадая в воздух, поглощаются растениями, как непосредственно через ассимиляционный аппарат (листья), так и путем косвенного воздействия через почву. Некоторые растения наиболее чутко реагируют на характер и степень загрязнения атмосферы. Это означает, что они могут служить живыми индикаторами состояния среды. Индикаторные растения могут использоваться как для выявления отдельных загрязнителей воздуха, так и для оценки качественного состояния природной среды. Основной фармакологический эффект растений обеспечивают содержащиеся в них фенольные соединения – природные антиоксиданты. Повышение концентрации фенольных соединений в растениях может наблюдаться под влиянием различных экологических факторов и стрессовых условий.

Таким образом, актуальной задачей является исследование изменений химического состава растений (лекарственных или биоиндикаторных), вызванных влиянием антропогенного фактора, в рамках экологического мониторинга. Целью работы является оценка изменения уровня экологической обстановки в промышленных районах города Твери посредством сравнительного анализа химического состава подорожника большого (*Plantágo májor*) с помощью спектроскопических методов (Фурье-ИК и УФ спектроскопия) в зависимости от года его сбора.

Сбор растений осуществлялся в 2013 и 2015 гг. в идентичных условиях (месяц сбора, погодные условия) в одних и тех же промышленных районах города Твери.

В ходе сравнительного анализа было установлено, что в зависимости от года сбора меняется степень воздействия узлов экологической напряженности, а именно промышленных районов, на исследуемые растительные объекты. Наблюдаются изменения в ИК спектрах подорожника, отражающие общий химический состав растения. В электронных спектрах поглощения спиртовых и водных экстрактов подорожника в УФ области при переходе от сбора одного года к другому отмечена смена доминирования определенных промышленных зон по интенсивности полученных максимумов. Это позволяет судить об изменении степени стрессового воздействия того или иного источника загрязнения на растение, и, следовательно, экологического состояния биосферы. Таким образом, высшие растения могут служить хорошими биоиндикаторами для оценки степени нарушения экологического равновесия окружающей среды. В связи с этим можно предположить, что в период 2013–2015 гг. изменилась рабочая мощность некоторых промышленных предприятий, а значит, количество выбросов загрязняющих веществ в атмосферу.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках выполнения государственных работ в сфере научной деятельности (проект №4.1325.2014/К), государственного задания "Обеспечение проведения научных исследований" на базе ЦКП Тверского государственного университета.

## ПОИСКОВЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА С УФ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ

В.В. Сурсякова<sup>а</sup>, Г.В. Бурмакина<sup>а,б</sup>, А.И. Рубайло<sup>а,б,в</sup>

<sup>а</sup>Институт химии и химической технологии СО РАН,

660036, Красноярск, ул. Академгородок, 50/24;

<sup>б</sup>Сибирский федеральный университет, 660041, Красноярск, пр. Свободный, 79;

<sup>в</sup>Красноярский научный центр СО РАН,

660036, Красноярск, ул. Академгородок 50/24 viktorja\_vs@list.ru

Метод капиллярного электрофореза (КЭ) с успехом применяется для проведения ионного и молекулярного анализа различных объектов. Объекты анализа часто представляют собой сложные многокомпонентные растворы: продукты питания, технологические растворы, атмосферные аэрозоли, биологические жидкости, растительные экстракты и материалы, продукты биокультивации и многие др. Чаще всего метод КЭ, если он не состыкован с масс-спектрометрическим детектором, используется для целевого анализа (target analysis) – определения веществ, которые исследователь заранее ожидает найти в данном объекте. Однако в этом случае возможно совпадение электрофоретических пиков изучаемых и неучтенных веществ. В последние годы все большее внимание привлекает поисковый анализ различных объектов (non-target analysis) – определение веществ, о наличии которых в исследуемом объекте аналитик не был осведомлен до проведения анализа. В основном нецелевой анализ осуществляется хроматографическими методами и реже электрофоретическими методами с МС-детектированием и требует наличия библиотек масс-спектров.

В рамках данной работы рассматривается применение стратегии поискового анализа методом КЭ с УФ детектированием к объектам окружающей среды. Все измерения проводили на приборе КРЦКП СО РАН – системе КЭ с диодноматричным детектором Agilent <sup>3D</sup>CE G1600A (Agilent Technologies, Waldbronn, Germany). Использовали немодифицированные кварцевые капилляры с внутренним диаметром 50 мкм, общей/эффективной длиной: 64,5/56; 48,5/40 см.

Стратегия поискового анализа методом КЭ-УФ<sup>1</sup> включает: 1) анализ пробы с использованием стандартных фоновых электролитов для прямого и косвенного детектирования при таких условиях эксперимента, которые позволяли бы зарегистрировать пики с электрофоретическими подвижностями от максимально до минимально возможного значений; 2) расчет электрофоретических подвижностей и предварительная идентификация, 3) оптимизация разделения соединений на основе разностей подвижностей и ширины пиков в единицах электрофоретической подвижности<sup>2</sup>, 4) анализ с использованием второго фонового электролита, расчет электрофоретических подвижностей и выбор, в случае необходимости, еще одного фонового электролита. Разработан набор расчетных инструментов ElphoSeparation для реализации стратегии. Для выбора оптимальных условий впервые предложены динамические карты электрофоретического разделения (DMES). DMES представляет собой линейчатую диаграмму с теоретическими разрешениями соседних пиков, расположенными в порядке возрастания времен миграции. Разрешение рассчитывается как частное от деления разности эффективных электрофоретических подвижностей соседних ионов на их среднюю ширину пиков в терминах электрофоретической подвижности<sup>2</sup>. Варьируя ряд условий разделения можно отследить изменение разрешения и найти оптимальные условия.

1. Sursyakova V.V., Burmakina G.V., Rubaylo A.I. *Analytical Chemistry*, 2016, In Press.

2. Sursyakova V.V., Rubaylo A.I. *Journal of Separation Science*, 2015, 38, 690.

# МИЦЕЛЯРНО-НАСЫЩЕННЫЕ ФАЗЫ НЕИОННЫХ ПАВ – КАК ОСНОВА СОЗДАНИЯ ТЕСТ-СРЕДСТВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ $\beta$ -НАФТОЛА В ВОДАХ

*Э.И. Такиаитова, И.В. Косырева., С.Ю. Доронин*

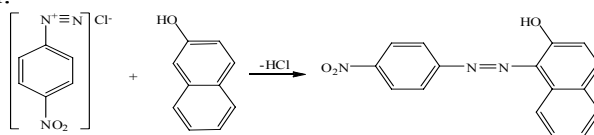
ФГБОУ ВО «СГУ имени Н.Г. Чернышевского»,

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

*i\_kosyрева@mail.ru, doroninsu@mail.ru*

Интерес получения альтернативных классическим органическим экстрагентам водно-мицелярных систем на основе ПАВ, полимерных соединений и т.п. возрастает, благодаря ряду существенных преимуществ их применения в анализе: невысокая токсичность конкретного ПАВ (принцип «зеленой химии»); нелетучесть; достаточно высокая экстрагирующая способность; применение разбавленных водных растворов (низкая концентрация ПАВ  $\sim 2 - 7 \%$ ). Данные обстоятельства позволяют создавать системы на основе ПАВ с применением методологии экстракции в «точке помутнения» для эффективного концентрирования токсикантов из водных сред или их дериватизатов, которые, при наличии окраски, могут быть предложены для качественной или полуколичественной визуальной оценки, а также для количественного определения с применением современных цифровых технологий.

Важным фактором при создании тест-средств на органические вещества, в том числе на  $\beta$ -нафтол, является повышение чувствительности аналитической реакции дериватизацией аналита (улучшение контрастности, снижение предела обнаружения). Для указанной цели в настоящей работе приводятся результаты разработки тест-средства на основе мицелярных фаз неионных ПАВ (ОП-10, Тритон X-100, Тритон X-114) с последующим цветометрическим определением  $\beta$ -нафтола (НАФ), основанного на реакции азосочетания:



Важнейшим этапом разработки тест-средства является оптимизация приготовленного диазо-агента (хлорид *n*-нитрофенилдиазония). Этот реактив, как правило, готовят непосредственно перед выполнением стадии азосочетания (низкая устойчивость) при концентрации  $\sim 1 \cdot 10^{-4}$  М. Нами предположен способ приготовления раствора диазо-компонента (4-нитроанилин +  $\text{NaNO}_2$  +  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) в среде неионного ПАВ. Последний стабилизирует указанную систему и позволяет увеличить концентрацию реагентов за счет солюбилизующего действия ПАВ, увеличивающего растворимость 4-нитроанилина. Этот прием позволил снизить предел обнаружения НАФ более чем на порядок по сравнению с традиционным вариантом приготовления раствора диазо-составляющей.

Система (4-нитроанилин -  $\text{NaNO}_2$  -  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  – неионный ПАВ -  $\text{NaOH}$ ) применена для тест-определения НАФ в интервале концентраций  $2 \cdot 10^{-7}$  -  $5 \cdot 10^{-5}$  М. Концентрацию НАФ определяли визуально по интенсивности окраски мицелярных фаз по сравнению со стандартной цветовой шкалой и по параметрам цвета (R, G, B) с применением цифровых фотографий и программы Adobe Photoshop CS5 при обработке тест-средств. Необходимую часть изображения усредняли до 1 пикселя и оценивали его цветность в стандартных единицах цветности R, G, B. Построены градуировочные зависимости цветометрических характеристик от логарифма концентрации НАФ.

Рассчитаны количественные характеристики (коэффициент распределения, D и степень извлечения, R) экстракции НАФ в исследуемой системе с учетом кинетики процесса в интервале от 5 до 45 минут. Даны рекомендации практического применения полученного тест-средства.

АВТОМАТИЗИРОВАННОЕ МИКРОЭКСТРАКЦИОННОЕ ВЫДЕЛЕНИЕ  
ОФЛОКСАЦИНА ДЛЯ ЕГО ПОСЛЕДУЮЩЕГО ВЭЖХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ В ВОДЕ

*И.И. Тимофеева, С.С. Тимофеев, Л.Н. Москвин, А.В. Булатов*

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии

Университетский пр. 26, 198504, Санкт-Петербург, Россия

[i.i.timofeeva@spbu.ru](mailto:i.i.timofeeva@spbu.ru)

Постоянно возрастающая потребность в контроле качества объектов окружающей среды вызывает необходимость разработки эффективных и безопасных аналитических методов. Важным этапом химического анализа является предварительная подготовка образца, которая включает разделение и концентрирование определяемых веществ. Это наиболее трудоемкий этап анализа, существенно влияющий на надежность и точность результатов. Концентрирование традиционной жидкостно-жидкостной экстракцией широко применяется в аналитической практике, однако этот метод в настоящее время не отвечает основам «зеленой аналитической химии» по критериям расхода токсичных экстрагентов и их воздействию на аналитика и окружающую среду. Более того, к методам разделения и концентрирования выдвигается ряд требований, в первую очередь связанных с повышением эффективности концентрирования, его миниатюризации, возможностью сочетания с инструментальными методами определения и автоматизацией. С этой точки зрения перспективным является применение микроэкстракционного выделения аналитов, активно развивающегося в последние годы.

Возможности нового варианта микроэкстракционного выделения аналита проиллюстрированы на примере определения офлоксацина в водных объектах и пищевых продуктах. Остаточные количества антибиотиков могут выявляться в природной воде, попадая туда со сточными водами фармацевтических предприятий. Кроме того, известны случаи использования антибиотиков в питьевой воде для обеззараживания тары. Активное промышленное разведение рыб предполагает профилактические или лечебные мероприятия с использованием антибиотиков. Отходы такого производства приводят к загрязнению окружающей среды, а продукты аквакультуры могут нанести непоправимый ущерб здоровью человека. Молочные, мясные продукты и яйца также могут содержать остаточные количества антибиотиков вследствие недобросовестного поведения производителя в процессе выращивания птицы и скота. Таким образом, содержание остаточного количества антибиотиков в водных объектах и пищевых продуктах требует строго контроля, что подтверждает актуальность данных исследований.

*Авторы выражают благодарность Российскому научному фонду (Грант № 16-13-10117) за финансовую поддержку проводимых исследований.*

# МОДЕЛИРОВАНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ГОРНЫХ ПОРОД В СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОМ НЕЙТРОН-ГАММА КАРОТАЖЕ МЕТОДОМ ВНУТРЕННЕГО СТАНДАРТА

*Б.Г. Титов, В.М. Грузнов*

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука СО РАН,  
г. Новосибирск, 630090, пр. Академика Коптюга, д. 3.

В настоящее время широко применяется спектрометрический нейтрон-гамма каротаж (СНГК) для определения элементного состава прискважинного пространства. Для возбуждения гамма-спектров используется нейтронное излучение генераторов или изотопов. По характерным линиям гама-спектра радиационного захвата тепловых нейтронов определяется наличие ядер химических элементов в исследуемой горной породе, а по их интенсивности определяется концентрация элементов.

В известной [1] методике определения содержания элементов применена специальная функция поправок на изменение параметров скважины и условий измерения, поправка на величину нейтронного поля, измеренного отдельным детектором. В настоящей работе предложен иной способ учета величины поля тепловых нейтронов.

В общем случае при наличии в области облучения элемента с известной концентрацией  $C_{эт}$  и массой  $m_{эт}$ , так называемого эталонного образца, концентрация неизвестного элемента может быть определена по измеренной интенсивности аналитической линии определяемого элемента и измеренной интенсивности аналитической линии эталонного элемента [2]. Этот метод именуется в литературе методом введения внутреннего стандарта. В скважине таким внутренним стандартом может быть вещество обсадной колонны, элементный состав, толщина и диаметр которой известны и постоянны по всей длине скважины.

В качестве относительной меры потока тепловых нейтронов в пласте предложено использовать интенсивность линии 7,65 МэВ, излучаемой железом обсадной колонны при радиационном захвате тепловых нейтронов. Результаты применения предложенной нормировки гамма спектров приведены на рис.1.

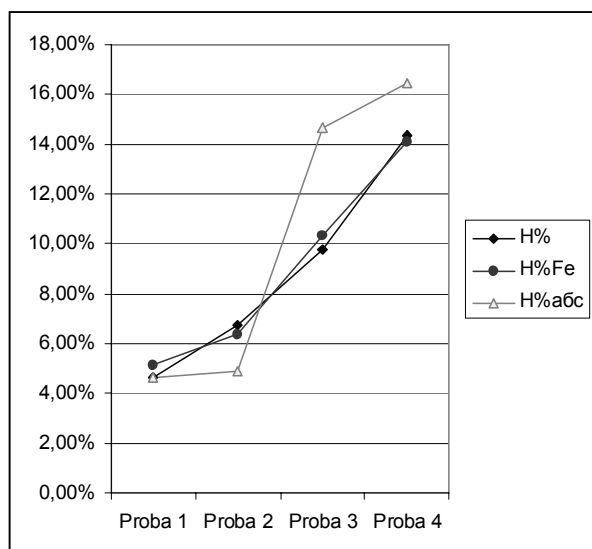


Рис. 1. Измерения относительных концентраций водорода в пробах через имитатор обсадной стальной колонны толщиной 10 мм. Содержание водорода, рассчитанное: H% — по известному химическому составу пласта, H%Fe — по гамма-спектру с учетом предложенной нормировки, H%abc — по спектру без нормировки.

Т.о. предложенная нормировка уменьшает погрешность определения относительных содержаний элементов.

1. Велижанин В.А., Лобода Н.Г., Лобода Д.Р., Бубеев А.А., Зыков Д.Г., Точиленко Г.К. Опыт применения спектрометрического нейтронного гамма-каротажа для оценки

массовых содержаний элементов в породе// Каротажник. — 2013, №3. — С. 108-121.

2. Гумма В.И., Демидов А.М., Иванов В.А., Миллер В.В. Нейтронно-радиационный анализ. М.: Энергоиздат, 1984. — 64 с.

# АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ ТЕПЛИЧНЫХ ХОЗЯЙСТВ НОВОСИБИРСКОЙ ОБЛАСТИ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМОЙ

*В.Д. Тихова<sup>1)</sup>, М.А. Баженов<sup>1)</sup>, Т.А. Прокопенко<sup>2)</sup>*

<sup>1)</sup> ФБГУН Новосибирский институт органической химии им.Н.Н.Ворожцова  
Сибирского отделения РАН, 630090, Новосибирск, ул.Ак.Лаврентьева, 9

<sup>2)</sup> Аграрный комплекс «Сады Гиганта», 630556, Новосибирская область, Новосибирский район, муниципальный округ МО «Березовский сельсовет»

Гидропонный метод выращивания овощей в защищенном грунте признан во многих странах мира и в процессе совершенствования получил дальнейшее развитие в виде малообъемного метода выращивания растений на различных субстратах. В тепличных хозяйствах Новосибирской области (Новосибирский тепличный комбинат и тепличный комбинат «Сады Гиганта») используется субстрат - минеральная вата и минеральные кубики фирмы «Гродан», либо «Волга-Рост», вырабатываемые из горных пород – базальта. В этих хозяйствах все овощи выращиваются методом светокультуры, т.е. круглогодично с досвечиванием с помощью ламп фирмы «Рефлекс».

Данный метод выращивания растений требует постоянного контроля как состава воды, используемой для водоподготовки, так и питательного раствора для капельного полива растений, а также вытяжек из субстрата, т.к. именно они показывают степень усвоения микро и макроэлементов растениями, возможную засоленность и/или избыточные количества удобрений. Кроме того, необходим анализ токсичных металлов таких как свинец, кадмий, цинк, мышьяк –комбинаты сертифицированы по ХАССП (ГОСТ ИСО 22000) и основной их задачей является выращивание экологически чистого и безопасного продукта.

В работе был использован атомно-эмиссионный спектрометр с микроволновой плазмой фирмы Agilent, мод.4100. Простота и относительная дешевизна данного прибора по сравнению с ИСП-АЭС или ИСП-МС-спектрометрами, большой объем исследуемой пробы и приемлемые пределы обнаружения позволили провести необходимый и достаточно подробный мониторинг макро- и микроэлементов в процессе выращивания огурцов и томатов.

Для составления точной рецептуры капельного полива необходимо регулярно проводить полный анализ скважинной воды, используемой для водоподготовки. Три скважины Новосибирского тепличного комбината (НТК) исследованы в мае и три – в сентябре. Было обнаружено, что все скважины этого комбината содержат довольно большое количество натрия – от 65 до 75 мг/л. Вполне вероятно, что именно это приводит к постепенному накоплению натрия в вытяжках из субстратов (до 200-300 мг/л) и требует периодического их промывания. В воде «Садов Гиганта» содержание натрия – 8 мг/л.

Одновременный анализ металлов в воде капельного полива и вытяжках из субстрата позволяет оценить, какие из необходимых элементов и в каком количестве усваиваются растениями. Например, было показано, что содержание бора и марганца в вытяжке из субстрата уменьшается в 2-3 раза по сравнению с его концентрацией в воде капельного полива, а содержание железа, кальция, магния, натрия увеличивается, т.е. происходит их постепенное накопление в субстрате.

Таким образом, в течение 2015-2016 годов в лаборатории микроанализа НИОХ СО РАН было проведено более 1000 анализов металлов с помощью атомно-эмиссионного спектрометра Agilent 4100 для контроля питания растений и экологической безопасности продукции нескольких тепличных хозяйств Новосибирской области.

## ОБОБЩЕННЫЕ ПОКАЗАТЕЛИ В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ: МЕТОДИЧЕСКИЕ И МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ

*И.Ю. Ткаченко*

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»,  
190005, Санкт-Петербург, Московский пр., д.19 E-mail: [ti@b10.vniim.ru](mailto:ti@b10.vniim.ru)

Согласно действующей практике все химические вещества, внедряемые в хозяйственную деятельность, подлежат обязательной токсикологической оценке и гигиеническому нормированию. Для органических соединений, близких между собой по химической структуре, характеру действия и степени опасности, рекомендуется устанавливать групповой гигиенический норматив. Соответствующие «показатели группового состава» относятся к «обобщенным показателям» состояния окружающей среды. Примерами могут служить жиры, фенолы, нефтепродукты суммарно, поверхностно-активные вещества (ПАВ).

Перед разработчиками методик измерений для таких показателей встаёт задача выбора адекватного метода измерений. В ряде случаев решение задачи сводится к непосредственному измерению содержаний всех индивидуальных веществ, входящих в группу, с последующим алгебраическим суммированием результатов измерений (ДДТ и его метаболиты). В том случае, когда это по тем или иным причинам невозможно или нецелесообразно, измеряют содержание опорного компонента, а при определении остальных компонентов опираются на предварительно установленные коэффициенты чувствительности этих компонентов к опорному (например, определение суммы душистых веществ в воздухе). Если применяется метод, связанный с получением интегрального аналитического сигнала (неразделенный пик, поглощение в диапазоне длин волн), формируемого компонентами группы состав которой может быть вариативен как по качественному, так и по количественному признаку, важно, чтобы этот сигнал формировался всеми компонентами группы (нефтепродукты, ингибиторы коррозии).

Метрологи, проводящие аттестацию подобных методик измерений, обращают внимание на специфические источники неопределённости измерений, которые формируют «дефинициальную неопределённость», зависящую в том числе от выбранного метода измерений. Наиболее простые способы уменьшения этой неопределённости – детальное описание измеряемой величины, унификация выбранных опорных веществ, выдача результатов измерений с поясняющей информацией. Другой способ – состоит в оценивании соответствующего вклада в неопределённость, например, вклада, обусловленного отличием соотношения компонентов в градуировочном и анализируемом образце. Наиболее сложный (но эффективный!) способ связан с введением поправок, опирающихся на предварительную информацию о составе анализируемого объекта или информацию, получаемую в ходе его анализа.

Осложняющим фактором является обсуждение проблемы в терминах разных терминосистем (экологического и санитарного контроля, аналитической химии, метрологии).

ОДНОВРЕМЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУЛЬФАНИЛАМИДОВ И  
ТЕТРАЦИКЛИНОВ В ВОДАХ МЕТОДОМ ВЭЖХ ПОСЛЕ ИХ ВЫДЕЛЕНИЯ С  
ПОМОЩЬЮ МАГНИТНОГО СВЕРХСШИТОГО ПОЛИСТИРОЛА

*В.В. Толмачева, В.В. Аняри, Д.И. Ярыкин, С.Г. Дмитриенко, Ю.А. Золотов*

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,  
119991 Москва, Ленинские горы, 1/3, dmitrienko@analyt.chem.msu.ru

В последнее время заметно возрос интерес к определению ветеринарных антибиотиков в объектах окружающей среды. Эти вещества и их метаболиты поступают в почву, поверхностные и подземные воды со смывными водами животноводческих ферм и фармацевтических предприятий, а также с продуктами жизнедеятельности человека и животных. Присутствие остаточных количеств антибиотиков в водах и почвах оказывает негативное воздействие на экологический баланс окружающей среды, вызывая развитие устойчивых к антибиотикам микроорганизмов. Сульфаниламиды (СА) и тетрациклины (ТЦ) благодаря своей высокой противомикробной активности и низкой стоимости являются двумя классами наиболее широко используемых ветеринарных антибиотиков. В связи с низкими содержаниями этих веществ в объектах окружающей среды их определению предшествует стадия концентрирования, которую чаще всего осуществляют методом твердофазной экстракции (ТФЭ). Проблемы, возникающие в процессе ТФЭ, связаны с высокой гидрофильностью СА и ТЦ и способностью ТЦ образовывать комплексы с ионами металлов, вследствие чего степени выделения этих соединений на большинстве сорбентах невысоки. Важен поиск новых сорбентов для одновременного концентрирования антибиотиков нескольких классов. Среди сорбентов, предложенных в последнее время, особый интерес представляют магнитные сорбционные материалы, позволяющие значительно упростить пробоподготовку за счет применения магнитной сепарации.

В настоящей работе для одновременного сорбционного концентрирования СА и ТЦ предложено использовать магнитный сверхсшитый полистирол (ССПС/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>). Магнитный сорбент получали методом адсорбции магнитных наночастиц Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> на сверхсшитом полистироле (ССПС) по методике, предложенной нами ранее [1]. Изучено влияние времени контакта фаз, необходимого для достижения сорбционного равновесия, pH растворов, природы и концентрации аналитов на сорбцию. Найдены условия десорбции СА и ТЦ. Выбраны условия разделения и определения СА и ТЦ методом ОФ ВЭЖХ с амперометрическим детектором. Разделение проводили на жидкостном хроматографе «Цвет-Яуза-04»; использовали хроматографическую колонку Gemini 5u C18. В качестве подвижной фазы использовали смесь ацетонитрил – 0.3%-ный водный раствор H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (20:80; pH 3.5). Показано, что в выбранных условиях за 30 мин достигается разделение сульфаметазина, сульфаметоксипиридазина, сульфаклорпиридазина, сульфаметоксазола, окситетрациклина, хлортетрациклина и доксициклина. Правильность и воспроизводимость определения СА и ТЦ подтверждены методом “введено – найдено” на модельных растворах, приготовленных на основе речной воды.

[1] Толмачева В.В., Аняри В.В., Ибраимова Б.Н., Кочук Е.В., Дмитриенко С.Г., Золотов Ю.А. Полимерный магнитный сорбент на основе наночастиц Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> и сверхсшитого полистирола для концентрирования антибиотиков тетрациклинового ряда // Журн. аналит. хим. – 2015. – Т. 70. – № 11. – С. 1149–1157.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 15-33-70002 мол\_а\_мос).*

## ЭКОТОКСИКОЛОГИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ЗАГРЯЗНЯЕМЫХ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ

*И.И. Томилина, М.В. Ганиева*

ИБВВ РАН, Федеральное государственное бюджетное учреждение Институт биологии внутренних вод им. И.Д.Папанина РАН,  
152742 пос. Борок, Ярославская обл., Некоузский р-н

В последнее время исследованиям качества вод и экологического состояния водных объектов уделяется большое внимание. Современными исследованиями доказано, что наряду с локальным загрязнением, большой вклад в изменение качества вод вносят глобальные преобразования окружающей среды и трансграничные переносы загрязняющих веществ. В настоящее время все водные экосистемы в той или иной степени подвержены антропогенному воздействию. Система мониторинга качества вод в России, как и в большинстве других стран мира, позволяет только дать оценку превышения отдельных компонентов к их лимитирующим показателям – предельно-допустимым концентрациям (ПДК) для водных объектов, в основном подвергающихся воздействию стоков. ПДК практически не учитывают специфику формирования качества вод, их зональные и географические особенности, а также поведение загрязняющих веществ в различных условиях и их комбинированные эффекты, не принимают в расчет процессы аккумуляции веществ в биологических объектах и донных отложениях. Поэтому сложно сделать заключение об основных тенденциях антропогенных преобразований качества вод в условиях комплексных нагрузок на водосборы, включая локальные сбросы, неорганизованные стоки и аэротехногенные потоки трансграничного характера.

В последнее время значительно возрос интерес к альтернативным подходам в оценке состояния природной среды в условиях антропогенного загрязнения, таким как биологическая и токсикологическая оценка влияния загрязняющих веществ на экосистему водоемов. Для этих целей давно используются методы биотестирования, основанные на реакции набора тест-организмов, дающие интегральную оценку негативного воздействия, вызываемого суммарным токсическим действием всего комплекса загрязняющих веществ, содержащихся в водной среде, с учетом их синергизма и антагонизма. Однако, несмотря на массу информации по изучению качества вод методом биотестирования, единая методология биотестирования природных вод и, особенно донных отложений, до конца не разработана.

Широкое применение находит и комплексный триадный подход (TRIAD), объединяющий определение содержания загрязняющих веществ в грунтах, оценку состояния сообществ организмов и биотестирование донных отложений, что позволяет установить причинно-следственную связь между уровнем химического загрязнения и изменениями биоразнообразия донных сообществ.

При оценке экологического благополучия водоемов возникает множество трудностей, связанных с их многокомпонентностью, сложностью взаимодействия отдельных элементов, разнообразием протекающих процессов, значительной изменчивостью состава воды и донных отложений под влиянием естественных факторов и антропогенных нагрузок, различием условий использования и т.д. Только сопоставление результатов биотестирования с геохимическими и гидробиологическими данными позволит наиболее информативно и комплексно оценить качество воды и донных отложений как среды обитания гидробионтов.

МЕТОДОЛОГИЯ АНАЛИЗА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ  
ПРОИЗВОДСТВА КАТОДНОЙ МЕДИ В ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ

*А.В. Троеглазова, Р.А. Аубакирова, С.К. Кабдрахманова, А.М. Жилкашинова*

Восточно-Казахстанский университет имени Сарсена Аманжолова,

070020, г. Усть-Каменогорск, ул. Амурская, 18/1

Промышленные предприятия являются источником техногенного загрязнения окружающей среды вследствие сложности состава перерабатываемого сырья. Среди производственных факторов современной металлургической промышленности города Усть-Каменогорска ведущая роль принадлежит загрязнению атмосферного воздуха. При переработке медных концентратов в атмосферу поступает более 20 видов загрязняющих веществ, в том числе неорганическая пыль, содержащая медь, железо, серу, свинец, мышьяк, кадмий, оксид кремния и т.д. Охрана окружающей среды в промышленных регионах может быть обеспечена лишь при комплексном решении задач, направленных на рациональное использование сырья и предотвращение выпуска некондиционной продукции. Обязательным условием достижения поставленных целей является проведение аналитического контроля качества исходного сырья, полупродуктов и готовой продукции с получением достоверных результатов. Таким образом, совершенствование методов контроля технологических образцов медного производства является актуальной задачей, без решения которой невозможно принятие действенных мер по повышению экологической безопасности производства. Цель работы заключается в усовершенствовании методики определения оксида кремния в металлургическом сырье и технологических полупродуктах получения катодной меди.

Для проведения исследований использовали медный концентрат, шихту Айза плавки, корки с желоба Айза печи, объединенную Айза-пыль. Разложение исследуемых образцов осуществляли способами щелочного сплавления с пероксидом натрия и растворения в смеси  $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HF}$ . Концентрацию аналита определяли спектрофотометрическим [1] и АЭС-ИСП методами. Метрологические характеристики разработанной методики оценивали с позиций концепций погрешности и неопределенности [2, 3].

Оптимизацию условий разложения исследуемых образцов осуществляли с применением четырехфакторного планирования эксперимента (масса навески, природа реагента, продолжительность контакта фаз, температура). На основании полученных результатов разработана методика определения содержания  $\text{SiO}_2$  в кремнийсодержащих образцах медного производства методом АЭС-ИСП после разложения проб способом кислотного растворения в смеси азотной, соляной и плавиковой кислот. Диапазон определяемых содержаний диоксида кремния 0,50-10,0 % масс., точность методики анализа  $\pm \Delta$  0,00001-0,0007 % масс., расширенная неопределенность результатов анализа  $U(\omega_{\text{Si}})$  0,0066-0,0130 % масс.

1. ГОСТ 32221-2013. Концентраты медные. Методы анализа. - М. : Стандартинформ, 2014. - 115 с.

2. РМГ 61-2010. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. - Уральск, 2012 г.

3. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях: пер. с англ. - 2-е изд. - С.-Петербург : ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002. - 149 с.

ПРИМЕНЕНИЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ОБРАЗЦОВ  
ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ КАЧЕСТВА АНАЛИЗА И КОНТРОЛЯ  
РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЯ ПИТЬЕВЫХ ВОД ПО РЯДУ ПОКАЗАТЕЛЕЙ

*А.В. Трубачев<sup>1</sup>, Л.В. Трубачева<sup>2</sup>, С.Ю. Лоханина<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>ФГБУН Удмуртский научный центр УрО РАН, 426067, г.Ижевск, ул. Т.Барамзиной, 34;

<sup>2</sup>ФГБОУ ВПО Удмуртский государственный университет,  
426034, г. Ижевск, ул. Университетская, 1

Выбор методик измерений (МИ) для целей мониторинга объектов окружающей среды (вод различных типов, почв и т.д.) экоаналитическими лабораториями зачастую обусловлен доступностью метода анализа, заложенного в нормативном документе на МИ. Несмотря на наличие в Государственном реестре методик, предусматривающих применение современных методов, таких как РФС, ААС и т.п., при анализе различных типов вод лаборатории продолжают применять спектрофотометрию. Указанный факт обусловлен экономической целесообразностью применения и достаточной эффективностью последнего метода.

В хорде исследования качества питьевых вод большинство лабораторий применяют методики измерений, изложенных в ГОСТах серии «Вода питьевая», часть из которых к настоящему времени переиздана (с 2014 г.), и удовлетворяет предъявляемым на сегодняшний день высоким метрологическим требованиям.

Для определения ряда показателей качества воды питьевой эти НД на МИ указанной серии предусматривают применение фотометрических методов с использованием различных реагентов. Например, для установления массовой концентрации железа общего рекомендуется использовать сульфосалициловую кислоту, 2,2'-дипиридил или фенантролин. В других методиках предлагается несколько способов устранения мешающего влияния сопутствующих компонентов. Так, в ходе определения массовой концентрации марганца возможно применение гидроксида магния, серной кислоты или сульфата ртути (II).

На кафедре Фундаментальной и прикладной химии ФГБОУ ВПО «УдГУ» разработаны и созданы многокомпонентные образцы для контроля состава воды питьевой, содержащие такие макрокомпоненты, как хлорид- и сульфат-ионы, катионы жесткости и микрокомпоненты – железо и марганец. Получены результаты массовой концентрации ионов марганца в присутствии значительных количеств мешающих их фотометрическому определению хлорид-ионов, после их устранения предлагаемыми в ГОСТ 4974 способами. Определены преимущества и недостатки применения каждого из них, выявлена невозможность определения марганца при концентрациях хлорид-ионов превышающих 90 мг/дм<sup>3</sup> с устранением их влияния серной кислотой (метод Б).

Проведен метрологический эксперимент по установлению аттестованного значения массовой концентрации железа общего с применением различных реагентов (сульфосалициловой кислоты, ортофенантролина и 2-2'-дипиридила). Показано, что установленное аттестованное значение различно в случае применения разных реагентов. Эти данные подтверждены результатами работ ряда аккредитованных лабораторий Удмуртии.

Показано, что разработанные образцы могут применяться в целях контроля качества результатов лабораторий, применяющих ГОСТы серии «Вода питьевая», вне зависимости от метода, включенного в область их аккредитации.

## НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ МИКРОВОЛНОВОЙ ПРОБОПОДГОТОВКИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ГЕОЭКОЛОГИЧЕСКИХ ЗАДАЧ

*О.А. Тютюнник., М.С. Киселева, И.В. Кубракова*

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук, 119991, Москва, ул.Косыгина, 19

Для прогноза и контроля экологической опасности техногенных процессов необходимо массовое исследование многочисленных образцов различного состава. Современные инструментальные методы позволяют с высокой производительностью анализировать вещества на содержание широкого круга элементов, однако лимитирующей стадией все еще остается пробоподготовка. Использование современных лабораторных микроволновых систем позволяет существенно ускорить этот процесс и исключить потери летучих микроэлементов.

В последнее время закрытые сосуды для разложения вытесняются сосудами с частичным удалением газовой фазы, в которых сочетаются достоинства открытых (возможность удаления одного из продуктов реакции и смещения равновесия реакции) и закрытых систем (сохранения избыточного давления, поддерживаемого на заданном уровне, а, следовательно, и температуры, превышающей температуру кипения реакционной смеси при атмосферном давлении). Такие особенности обеспечивают возможность увеличения навески образца, повышение эффективности его разложения и, как следствие, снижение пределов обнаружения при инструментальном определении компонентов. В работе представлены результаты определения широкого круга элементов, в том числе летучих, после разложения в сосудах EasyPrep+в микроволновой системе Mars 6. Показана возможность одновременной подготовки образцов различной массы, состава и объема с использованием системы контроля температуры DuoTemp.

Новые возможности микроволновой подготовки продемонстрированы на примере определения серы и ее форм, а также мышьяка, ртути, селена и др. элементов в рудах, породах, донных отложениях и других экологических объектах.

Результаты получены с использованием микроволновой системы Mars 6 (SEMCorp., США), и атомно-абсорбционного спектрометра AA7000 (Shimadzu, Япония) с электротермической атомизацией и ртутной приставкой MVU-1A.

*И.В.Кубракова, Е.С.Торопченова.* Микроволновая подготовка проб в геохимических и экологических исследованиях. // Журн. аналит. химии. 2013. Т. 68. №6. С. 524-534.

*Тютюнник О.А., Гецина М.Л., Торопченова Е.С., Кубракова И.В.* Микроволновая пробоподготовка природных объектов к атомно-абсорбционному ртути и других токсичных элементов. // Журнал аналитической химии. 2013. Т.68. № 5. С.1-10.

*М.С.Киселева, О.А.Тютюнник, А.В.Никулин, И.В.Кубракова* Микроволновая подготовка природных объектов с использованием новых технических решений. //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2014. № 6. Т.80. С.7-11.

*И.Кубракова, О.Тютюнник, М.Киселева* Микроволновая подготовка проб в решении геоэкологических задач.//Аналитика. 2015. № 2. Т.21. С.100-106.

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОЗАМИНОВ В ТОРФЯНЫХ ПОЧВАХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ / ТАНДЕМНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ В СОЧЕТАНИИ С ТВЕРДОФАЗНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИЕЙ

*Н.В. Ульяновский, С.А. Покрышкин, Д.С. Косяков, Д.И. Фалев*

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

Ракетное топливо на основе 1,1-диметилгидразина при попадании в почвы образует широкий круг продуктов трансформации, среди которых могут быть такие высокотоксичные соединения как нитрозамины. Все представители данного класса обладают высокой канцерогенной активностью и могут выступать в качестве основного фактора, оказывающего негативное влияние на окружающую среду. В литературе, посвященной изучению трансформации 1,1-диметилгидразина, до настоящего времени уделялось внимание только одному представителю данного класса – нитрозодиметиламину (НДМА). Агентством ЕРА рекомендуется контролировать девять представителей нитрозаминов: нитрозодиметиламин, нитрозодибетиламин (НДБА), нитрозодиэтиламин (НДЭА), нитрозодифениламин (НДФА), нитрозоди-*n*-пропиламин (НДПА), нитрозометилэтиламин (НМЭА), нитрозоморфолин (НМ), нитрозопиперидин (НПП) и нитропирролидин (НПР).

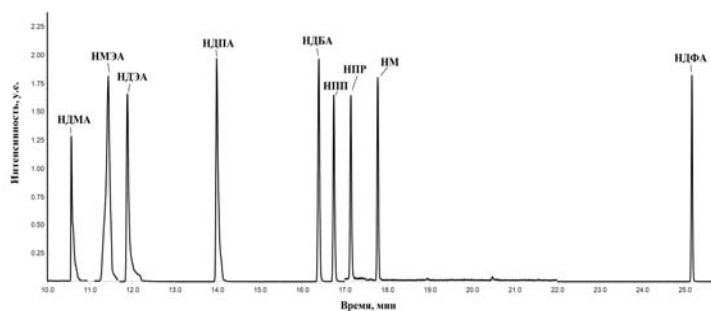
Целью работы является разработка способа определения нитрозаминов в торфяных почвах, загрязненных ракетным топливом, методом газовой тандемной хромато-масс-спектрометрии в сочетании с твердофазной микроэкстракцией.

Исследования выполнялись с использованием ГХ-МС/МС системы TQ8040 (Shimadzu, Япония), оснащенной автоматической системой ввода образцов CombiPAL с опцией твердофазной микроэкстракции. Разделение нитрозаминов проводили на полярной колонке INNOWax (Agilent, США) 30 м × 0,25 мм, с толщиной слоя неподвижной фазы 0,25 мкм. Твердофазную микроэкстракцию выполняли на волокне дивинилбензол/карбоксен/полидиметилсилоксан (DVB/CAR/PDMS). Извлечение нитрозаминов из торфяной почвы осуществляли с использованием системы для ускоренной экстракции под давлением ASE 350 (Dionex, США).

Оптимизированы параметры экстракционного извлечения нитрозаминов из почвы с высоким содержанием органического вещества, параметры ввода образца, хроматографического разделения и масс-спектрометрического детектирования в режиме мониторинга заданных реакций (Рисунок).

Оценены метрологические характеристики разработанного способа. Предел обнаружения аналитов находится на уровне десятых долей мкг/кг образца почвы. Для апробации разработанного подхода

был проанализирован образец торфяной болотной почвы, отобранный в районе падения отработанных частей ракет-носителей в Архангельской области. Обнаружено четыре из девяти изучаемых нитрозаминов: НДМА, НДБА, НПР, НДФА.



*Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 16-33-60159 мол. а. дк) и Минобрнауки России (уникальный идентификатор ПНИЭР RFMEFI61014X0006).*

## КОМБИНИРОВАННЫЙ ПОРТАТИВНЫЙ ФОТОМЕТР

*Ю.И. Фабелинский, Я.И. Симакина*

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской Академии Наук, 119991, Москва, ул. Косыгина 19 e-mail: yana.igorevna@list.ru

Количественное определение ионов металлов является серьезной проблемой, наиболее заинтересованными в решении которой являются медицина, экология, пищевая промышленность. Один из подходов – разработка тест-методов. При очевидных достоинствах этот подход ограничивается получением качественных или полуколичественных результатов, чего часто бывает недостаточно для решения многих практических задач. Другой подход основан на применении недорогих портативных приборов, позволяющих получать более точные результаты. В большинстве случаев такие приборы способны определять только узкий круг соединений или определение сопряжено с трудоемкой пробоподготовкой. Поэтому разработка подходов, сочетающих в себе многоэлементность анализа, простоту, приемлемую стоимость прибора, достаточно высокие достигаемые показатели аналитических характеристик, «неприхотливость» пробоподготовки, остается актуальным направлением.

Нами разработан универсальный фотометр для внелабораторного анализа. Устройство представляет собой приставку к вычислительному устройству на платформе WINDOWS – десктоп или ноутбук, имеющему интерфейс USB. Этот интерфейс обеспечивает как информационный обмен, так и питание постоянным током (+5 В; 500 мА). Фотометр построен на светодиодной технике и включает в себя фотометрическую головку для измерения коэффициента диффузного отражения, разработанную ранее [1], и фотометрическое устройство для определения коэффициента пропускания. Прибор влаго- и пылезащитного исполнения, что позволит работать в полевых условиях.

Проведены испытания фотометра, определены аналитические характеристики метода (чувствительность, воспроизводимость, динамический диапазон определяемых концентраций ионов) при определении токсичных металлов, в частности, меди, марганца, свинца на уровне не выше 0,1 мкг/мл в сложных объектах разработанными методами.

1. Щербакова Я.И., Михайлова А.В., Фабелинский Ю.И. Фотометр диффузного отражения. Полезная модель № 125337.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект 16-33-01114\16.*

# НОВЫЕ ИНВЕРСИОННЫЕ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ИНДИКАТОРНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ

*В.А. Фунтиков, Н.Г. Павлова, О.М. Нефедова*

Балтийский федеральный университет имени Иммануила Канта,  
Россия, 236040, г. Калининград, ул. Университетская, 2, e-mail: funtikovva@mail.ru

Традиционные методики вольтамперометрического химического анализа водных растворов на предмет определения тяжелых металлов основаны главным образом на использовании стеклоуглеродного индикаторного электрода, модифицированного ртутью. В настоящей работе для инверсионного вольтамперометрического анализа предложены индикаторные электроды нового типа, которые не требуют при определенных условиях ртутной модификации. В качестве материалов для индикаторных электродов использованы полупроводниковые кремний и германий с дырочной и электронной проводимостью. Стандартные растворы приготовлены по ГОСТу на основе солей меди, свинца, цинка и кадмия с концентрациями от  $10^{-7}$  до  $10^{-2}$  М. Для определения цинка, кадмия, меди и свинца методом вольтамперометрии впервые использованы вместо электрода из стеклоуглерода индикаторные электроды на основе полупроводников – кремния и германия с разным типом проводимостью с целью поиска новых материалов для индикаторных электродов в вольтамперометрии, способных к катодному накоплению металлов без ртутной пленки.

*Таблица.* Результаты вольтамперометрических измерений проб растворов ионов свинца и меди с концентрацией  $10^{-4}$  М на германиевых электродах

$\Delta I, \text{мкА}$	$E, \text{мВ}$
$10^{-4} \text{М Pb}^{2+}$ (без накопления ртути) электрод - германий (n)	
$297 \pm 8$	$-(435 \pm 24)$
$10^{-4} \text{М Pb}^{2+}$ (с накоплением ртути) электрод - германий (n)	
$223 \pm 11$	$-(416 \pm 1)$
$10^{-4} \text{М Cu}^{2+}$ (без накопления ртути) электрод - германий (p)	
$175 \pm 7$	$123 \pm 1$
$10^{-4} \text{М Cu}^{2+}$ (с накоплением ртути) электрод - германий (p)	
$124 \pm 17$	$82,6 \pm 1,0$
$10^{-4} \text{М Cu}^{2+}$ (без накопления ртути) электрод - германий (n)	
$220 \pm 4$	$181 \pm 19$
$10^{-4} \text{М Cu}^{2+}$ (с накоплением ртути) электрод - германий (n)	
$117 \pm 13$	$119 \pm 15$

Установлено, что кадмий определяется как с ртутной модификацией германия, так и без ртутной модификации, а цинк только с предварительным накоплением ртути, а это позволяет разрабатывать селективные методы вольтамперометрического анализа. Установлено, что в отличие от стеклоуглеродного и кремниевого электродов у германиевых индикаторных электродов с разным типом проводимости аналитический сигнал при определении меди и свинца оказался выше в случае без накопления ртутного модификатора, что свидетельствует о перспективности германиевого электрода.

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ РОДИЯ В ОБЪЕКТАХ ГОРОДСКОЙ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

*Е.Г. Хомутова, В.И. Орлова*

Московский технологический университет (МИТХТ)

119571, Москва, пр. Вернадского, д.86

В последние годы наблюдается тенденция к увеличению содержания металлов платиновой группы (МПГ) в объектах окружающей среды (воздух, почвы, дорожная пыль, и т.д.), главным образом, вследствие массового выделения МПГ в окружающую среду вместе с выхлопными газами автомобилей, использующих катализаторы дожигания топлива, содержащие Pt, Pd, Rh [1, 2]. Вследствие этого явления в ряде работ указывают на токсическое воздействие МПГ на живые организмы, включая человека [1].

Пробы дорожной пыли отбирали в Москве, в местах с различной плотностью дорожного движения: 1) 6-й км МКАД, высокая плотность движения, 2) улица, средняя плотность движения; 3) перекресток высокая плотность движения; 4) тротуар, 2 метра от дороги.

Для вскрытия пробы длительно кипятили в смеси соляной кислоты с многократным добавлением пероксида водорода, который обеспечил количественный переход родия в раствор.

Определение родия проводили каталитическим кинетическим методом по реакции окисления сульфарсазена периодатом в системе проточно-инжекционного анализа (ПИА). Определению не мешают платина и палладий, которые сопутствуют родию в автомобильных катализаторах, в допустимых избытках: 1000 Pt(II); 50 Pd(II).

Правильность результатов подтверждена определением родия методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (таблица).

Таблица. Результаты определения родия в пробах дорожной пыли ( $P=0,95$ ), г/т

№ пробы и место отбора	Способ вскрытия	Каталитический метод, $n=5$		Метод МС-ИСП, $n=3$	
		Найдено	$S_r$	Найдено	$S_r$
№ 1	1	$0,040 \pm 0,012$	0,04	$0,040 \pm 0,020$	0,05
№ 2	1	$0,016 \pm 0,008$	0,02	$0,022 \pm 0,005$	0,04
№ 3	1	$0,025 \pm 0,007$	0,02	$0,026 \pm 0,005$	0,05
№ 4	1	$0,020 \pm 0,004$	0,04	$0,021 \pm 0,005$	0,05

Установлено, что содержание родия в пробах уличной пыли г. Москвы составляет  $0,02 - 0,04$  г/т в зависимости от места отбора пробы. Стандартное отклонение повторяемости результатов определения родия не превышает 0,05.

Содержание родия в пробах уличной пыли г. Москвы ниже, чем приведенное для мест с интенсивным движением в США и Европе [1, 2]

1. Sobrova P., Zehnalek J., Adam V., Beklova M., Kizek R. The effects on soil/water/plant/animal systems by platinum group elements // Central European J. Chem. 2012. V. 10, № 5. P. 1369-1382.
2. Indra S. Sen, Bernhard Peucker-Ehrenbrink, and Nicholas Geboy. Complex Anthropogenic Sources of Platinum Group Elements in Aerosols on Cape Cod, USA // Environ. Sci. Technol. 2013. V.47, №18. P.10188–10196.

## КОМПЛЕКС МЕТОДОВ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА БИОСФЕРЫ РАЗЛИЧНЫХ РЕГИОНОВ СИБИРИ

*А.Р. Цыганкова<sup>1,2,3</sup>, Т.В. Скиба<sup>1,3</sup>, А.В. Купцов<sup>1</sup>, А.И. Сапрыкин<sup>1,2,3</sup>*

<sup>1</sup> ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН

г. Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева 3;

<sup>2</sup> ФГБОУ ВПО Новосибирский государственный университет

г. Новосибирск, ул. Пирогова, д. 2.

<sup>3</sup> ФГБОУ ВО Новосибирский государственный аграрный университет

г. Новосибирск, ул. Добролюбова, 160 saprykin@niic.nsc.ru

Обеспечение продовольственной и экологической безопасности России является актуальной задачей. Для решения этой задачи необходимо расширение и углубление знаний о влиянии природного и антропогенного избытка, дефицита или дисбаланса химических элементов в трофических цепях на продуктивность сельскохозяйственных растений и животных и, в конечном итоге, на качество продукции, употребляемой в пищу человеком. Целью работы является создание аналитического комплекса методов количественного определения микроэлементов, включая тяжелые металлы (ТМ), в биосистемах для оценки экологического состояния различных регионов Сибири.

Для получения полной информации о содержании микроэлементов в пробах растений, биологических жидкостях и тканях животных использовали многоэлементный метод атомно-эмиссионной спектроскопии с возбуждением излучения в индуктивно связанной (ИСП-АЭС) и дуговой плазме (ДПТ-АЭС и ДДП-АЭС). Методы ДПТ-АЭС и ДДП-АЭС целесообразно использовать для анализа растительных образцов и щетины КРС после термического озоления проб. После термической обработки пробы разбавляли в 10-100 раз графитовым порошком, а для градуировки использовали стандартные образцы графитового порошка (СОГ-21). Такой способ пробоподготовки позволяет существенно сократить время анализа. Для анализа биологических жидкостей и тканей проводили кислотное разложение проб в микроволновой печи. Были выбраны температурные программы и реакционные смеси, позволяющие полностью разложить органическую составляющую анализируемых проб. Полученные растворы анализировали методом ИСП-АЭС с использованием многоэлементных стандартных растворов (МЭС). В отличие от спектральных методов анализа, требующих предварительного термического или кислотного разложения проб, метод инверсионной вольт-амперометрии (ИВА) с применением углеродсодержащих сенсоров (ЭкоБиоТест) позволяет проводить анализ биологических жидкостей (кровь, сыворотка и др.) на содержание тяжелых металлов (Cu, Cd, Pb, Zn) без предварительной пробоподготовки. Это значительно упрощает процедуру анализа, сокращает время и повышает надежность результатов.

Разработанный комплекс методик позволяет определять до 30 элементов, включая тяжелые металлы, в диапазоне концентраций от  $10^{-1}$  до  $10^{-6}$  % мас. в растениях, тканях и биологических жидкостях сельскохозяйственных животных. Были проведены выборочные исследования биологического материала КРС и свиней (щетина, кровь, сыворотка, мышцы и ткани) различных пород из разных районов Новосибирской области и Алтайского края на содержание большого набора микроэлементов, в том числе ТМ.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда по проекту №15-16-30003.*

## ГЕОЭКОЛОГИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ МАЛЫХ РЕК

*Е. А. Чекмарева*

ФГБУН Институт водных проблем РАН, 119333 г. Москва, ул. Губкина, д. 3

Геоэкологическое состояние малых рек дает нам представление о состоянии водосборной территории средних и крупных рек, а также водоемов, в которые они впадают. Оценку текущего состояния малых водотоков и их водосборных площадей, выявление источников природного и антропогенного загрязнения, прогнозирование изменения качества воды в будущем рекомендуют проводить с использованием геоэкологического мониторинга малых рек и их водосборных территорий.

Под геоэкологическим мониторингом следует понимать регулярные наблюдения за состоянием ряда компонентов окружающей среды, оказывающих влияние на водоток: дождевых и снеговых осадков, поверхностных и подземных вод, донных отложений, высших водных растений, водной биоты (зоо- и фитопланктон, микроорганизмы и др.), а также систематическое пополнение баз данных о состоянии окружающей среды в регионе.

Главная задача мониторинга - оценить долю антропогенного влияния на малые реки. Прямым индикатором антропогенного загрязнения являются: отклонение температуры и химического состава речных вод от регионального фона, развитие и рост (или деградация) высшей водной растительности, изменение численности и видового состава водной биоты (зоо- и фитопланктон, микроорганизмы и другое). Косвенным индикатором антропогенного загрязнения является общая экологическая обстановка в регионе. С помощью отслеживания анализа статистических данных по региону можно предварительно оценить качество воды на этой территории, выделить зоны природного и антропогенного влияния, расставить акценты при дальнейшем обследовании территории.

Среди факторов, влияющих на малые реки, можно выделить природные или средообразующие факторы (геологические, геоморфологические, гидрологические, почвенные, биологические, климатические и другие) и антропогенные факторы, возникающие в результате природопользования. Среди факторов, непосредственно влияющих на водоток, можно выделить климатические и экономические, они требуют регулярного наблюдения и контроля. В связи с нестабильностью климатических условий, попытки систематизировать гидрологические и гидрохимические данные по малым рекам и создать долгосрочные прогнозы сводятся к минимуму. Климатические изменения влияют на гидрологические параметры, характер и качество осадков и стоков с поверхности, условия существования водных экосистем, фактически на все слагающие водоток компоненты. Экономические факторы оказывают антропогенное воздействие на водный объект следующим образом: общий доход населения влияет на количество и качество сбрасываемых бытовых сточных вод, использование систем очистки воды, количество объектов, сбрасывающих бытовые сточные воды в водные объекты; развитие промышленности и сельского хозяйства влияет на количественную и качественную нагрузку на водный объект и его водосборную площадь, возникновение неконтролируемых сбросов, длительное загрязнение водосборных территорий; развитие строительства влияет на изменение и деформацию речного русла, угнетение водных экосистем. Факторы, стабильно и равномерно воздействующие на водоток, такие как геологические, геоморфологические, гидрологические и тому подобное не требуют постоянного контроля, достаточно изучить их влияние на малый водоток один раз (зависит от региональных особенностей).

Малые реки являются самым уязвимым звеном любой водной системы. Геоэкологический мониторинг поможет оценить состояние малых рек, выявить существующие проблемы, и подобрать оптимальные пути их решения для данного региона.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ «АНАЛИТИКА» -  
ПРОФЕССИОНАЛЬНАЯ ИНФОРМАЦИОННАЯ ПЛОЩАДКА  
ДЛЯ СПЕЦИАЛИСТОВ

*О.А. Шахнович*

ЗАО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА», научно-технический журнал «АНАЛИТИКА»,  
125319, Москва, ул. Краснопролетарская, д.16, стр.2, res-tech@mail.ru

Роль информации в современном мире трудно переоценить. И в России, и за рубежом однозначно признается, что информация превращается в важнейший ресурс, определяющий прогресс общества, его экономический рост. На современном этапе информация (научно-техническая, экономическая, социальная) все активнее проявляет структурообразующее свойство, которое заключается во взаимном влиянии информации и информационных процессов на структурные характеристики экономики и других ключевых социальных систем.

В связи с бурным развитием современных информационных технологий все более остро встает проблема профессиональной обработки информации. Продуктивная работа с информацией возможна только после ее первичного накопления, анализа, структурирования и адаптации под конкретные цели и задачи. В науке и бизнесе эту функцию во многом выполняют профессиональные научно-технические издания.

Журнал «Аналитика» - межотраслевой научно-технический журнал о создании, изучении и применении новых веществ и материалов - от фундаментальных исследований до внедрения передовых промышленных технологий. Журнал посвящен инновационным междисциплинарным решениям в химии и нефтехимии, материаловедении, нанотехнологиях, науках о жизни.

Журнал «Аналитика» - это журнал специалистов для специалистов. Все редакторы журнала имеют научную степень не ниже кандидата наук и являются профессионалами в научно-технической журналистике.

Миссия журнала - формирование единого профессионального информационного пространства для взаимодействия науки, бизнеса и государства в целях создания и развития высокотехнологичных импортонезависимых отечественных производств и решении вопросов инновационного развития экономики России.

## АВТОМАТИЗИРОВАННОЕ ИК-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ

*А.Ю. Шишов, А.В. Булатов, Москвин Л.Н.*

Санкт-Петербургский государственный университет, 198504, Россия, Санкт-Петербург,  
Петродворец, Университетский пр. 26, Институт химии СПбГУ

Загрязнение водных сред нефтепродуктами является типичным и весьма опасным фактором воздействия хозяйственной деятельности человека на окружающую среду. Содержание нефтепродуктов относится к одному из нормируемых показателей, характеризующих качество водных сред.

Наиболее распространенными методами определения нефтепродуктов в водных средах являются ИК-спектрометрический и флуориметрический. Эти методы требуют больших объемов пробы, большого расхода токсичных растворителей а пробоподготовка занимает существенное время.

Для решения проблемы автоматизированного определения содержания нефтепродуктов в водных средах разработана методика их ИК-спектрометрического определения в условиях циклического инъекционного анализ, предполагающая предварительное экстракционно-хроматографическое выделение и концентрирование аналитов во время стадии пробоотбора. Дальнейшее детектирование нефтепродуктов происходит автоматизированно в условиях циклического инъекционного анализа на ИК-анализаторе «ИКН-025». Разработанная методика обеспечивает диапазоны определяемых концентраций нефтепродуктов от 0,03 до 5 мг/л. Производительность методики – 20 определений в час.

## ЗЕЛЕННЫЕ МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА БИОЛОГИЧЕСКОГО ТОПЛИВА

*А.Ю. Шишов, А.В. Булатов*

Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии СПбГУ  
198504, Россия, г. Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр. 26,

В связи с истощением мировых запасов энергоносителей и увеличением количества транспорта все острее ставится вопрос об использовании альтернативных видов топлива, в том числе из биомассы – возобновляемого сырья растительного или животного происхождения, используемого для его получения. Биологическое топливо является перспективной, экологически чистой и возобновляемой альтернативой ископаемому топливу.

Актуальность контроля качества данного объекта не подлежит сомнению, так как потребление энергии все более возрастет, что требует увеличения производства различных видов энергоносителей. При этом особо повышаются требования к экологической безопасности используемых методов анализа.

В последнее время в рамках направления зеленой аналитической химии стали широко развиваться экологически чистые альтернативные подходы, в том числе и для анализа биологического топлива.

Эти подходы включают в себя три основных направления: разработку «безреагентных» методов анализа, миниатюризацию методов пробоподготовки и автоматизацию химического анализа на принципах проточных методов. В свою очередь, миниатюризация и автоматизация позволяют рекордно снизить расход проб и реагентов, а также количество образующихся отходов. Для иллюстрации перечисленных направлений рассматриваются «зеленые» методы определения основных нормируемых аналитов (глицерин, спирты, металлы и др.) в биодизельном топливе. Особое внимание уделяется методам пробоподготовки и их автоматизации.

*Авторы выражают благодарность Российскому научному фонду за финансовую поддержку проводимых исследований (Грант № 16-13-10117).*

## ПРИМЕНЕНИЕ ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

О.А. Шпигун<sup>1,2</sup>, А.В. Затираха<sup>1,2</sup>, А.Д. Смоленков<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Московский Государственный Университет имени М.В.Ломоносова

<sup>2</sup>ООО НТЦ «БиАСен»

Ионная хроматография (ИХ) является лучшим современным методом определения веществ ионного характера в различных объектах. Последнее десятилетие ознаменовалось появлением множества новых прорывных технологий в области ИХ, направленных на повышение селективности, эффективности, экспрессности и чувствительности анализа. Это создание новых вариантов высокочувствительного детектирования, разработка систем он-лайн генерации элюента – гидроксида калия, позволяющих отказаться от приготовления элюента вручную и использовать градиентный режим элюирования, а также получение новых неподвижных фаз для экспрессного и селективного разделения ионов.

Последние достижения в области разработки сорбентов для ИХ связаны с появлением новых типов пелликулярных сорбентов с агрегированными латексами и гиперразветвленными слоями конденсационных полимеров, сорбентов с малым зернением (4 мкм), капиллярных и монолитных колонок. В 2015 году были созданы первые отечественные анионообменные колонки «Seporus АН» для работы в режиме безреагентной ИХ с гидроксидом калия в качестве элюента, которые позволяют проводить разделение до 15 анионов за 30 минут, включая стандартные неорганические анионы, оксигалогениды и анионы слабоудерживаемых органических кислот. По техническим характеристикам эти колонки не уступают современным импортным аналогам и позволяют решать широкий круг аналитических задач.

Область применения ИХ в настоящее время чрезвычайно разнообразна и включает такие важнейшие задачи химического анализа как анализ природных, питьевых, сточных вод и особо чистых вод атомных электростанций; анализ воздуха, почв, продуктов питания, биологических жидкостей и фармацевтических препаратов на содержание органических и неорганических анионов и катионов.

*Работа выполнена при финансовой поддержке “Российского научного фонда” (грант РНФ №16-13-10079) и “Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере” (грант 240ГР/19214).*

## АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СЕНСОР НА ОСНОВЕ РАЗРЯДА ПРИ ВСКИПАНИИ В КАНАЛЕ

*В.В. Ягов, Б.К. Зуев, А.В. Травкина, А.С. Коротков, В.И. Погонин*

Институт геохимии и аналитической химии РАН им. В.И. Вернадского

Оптические методы широко применяются для анализа вод в автономных подводных аппаратах, однако методы атомной спектроскопии не используются по причине отсутствия подходящего источника атомизации и возбуждения, относительно высокого энергопотребления, громоздкости и сложности спектральной аппаратуры. Принципиально возможны два способа реализации подводного атомного спектрального анализа. В первом варианте проба поступает внутрь подводного аппарата, во втором источник спектров находится вовне, внутрь попадает только свет. Первый вариант в принципе позволяет использовать традиционные спектральные приборы, но связан с большими затратами, так как предполагает механические манипуляции с пробой, очистку источника атомизации (горелки, разрядной камеры, распылителя) перед каждым новым анализом и осложнен проблемами изменения газовой атмосферы и коррозией оборудования в замкнутом объеме подводного аппарата. Второй метод ограничивается отсутствием подходящих источников атомизации и возбуждения; в остальном он предпочтительнее, поскольку в нем не возникает проблемы сброса отработанной пробы, внутренняя часть подводного аппарата не подвержена химическим воздействиям и не нужен такой сложный узел, как пробоотборник. Идея предложенного сенсора связана с применением разряда при вскипании в канале (РВК) – импульсного микроплазменного источника атомизации и возбуждения на основе электрического разряда в окружающей подводный аппарат жидкости. В этом варианте вовне выводятся только электроды и световод (или оптическое окно), все химические и электрохимические реакции протекают снаружи, их продукты удаляются в результате естественной конвекции и подводных течений, избавляя исследователя от сложной в условиях автономной работы задачи очистки анализатора перед вводом новой пробы. Важнейшим достоинством РВК является возможность безреагентного анализа морской воды.

Наиболее яркий компонент излучения РВК в отсутствие солей металлов – полоса (0–0) системы  $A^2\Sigma-X^2\Pi$  молекулы гидроксила OH с максимумами 308.9, 307.8 и 306.4 нм. В морской воде эта полоса, как и полоса (1–0) той же системы (максимум 283 нм), ослаблена, вообще, фон в коротковолновой области для морской воды менее интенсивен, видимо, вследствие снижения электронной температуры плазмы в присутствии большого количества атомов Na. Поэтому, несмотря на интенсивное излучение Na, K, Mg и Ca, в морской воде условия определения в некоторых спектральных областях оказываются предпочтительными в сравнении с бессолевыми растворами. (В частности, для атомных линий меди 324.8 и 327.4 нм и марганца 279.5 нм.) Установлено также, что солевые компоненты морской воды действуют как спектроскопический буфер, уменьшающий взаимное влияние солей тяжелых металлов, что особенно существенно при высоком напряжении разряда (3.5 кВ), когда быстрый рост паровой пробки приводит к повышению давления.

*Данная работа была выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы» (Соглашение № 14.604.21.0095 УИС RFMEFI60414X0095).*

## АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ АНАЛИЗАТОР С ИСТОЧНИКОМ НА ОСНОВЕ КАПЕЛЬНО-ИСКРОВОГО РАЗРЯДА

*В.В. Ягов, А.С. Коротков, Б.К. Зуев, Д.Н. Горбачева\*, В.И. Погонин*

Институт геохимии и аналитической химии РАН им. В.И. Вернадского

\*ООО «НьюКем Текнолоджи», Москва, ул. Часовая, 28

Над отрицательно заряженной поверхностью водного раствора может гореть стационарный электрический разряд, близкий по свойствам к тлеющему; для этого требуется источник питания, обеспечивающий напряжение около 1 кВ в цепи с балластным сопротивлением в несколько кОм. Явление получило название atmospheric pressure electrolyte-as-cathode glow discharge, тлеющий разряд атмосферного давления с электролитным катодом, далее ТРЭК. Процессы переноса заряда на границе электролитный катод/плазма - вызов физикам, пока не нашедший достойного ответа. Для аналитиков особый интерес представляет перенос вещества: при достаточной плотности тока и ионной силе раствора происходит аэрозольное распыление жидкости в разряд, и в спектре эмиссии наблюдаются линии присутствующих в растворе металлов. В 1998 г. в ГЕОХИ РАН предложена импульсная версия ТРЭК, получившая название капельно-искровой разряд (КИР). Природа полезной для анализа стадии КИР мало отличается от стационарного ТРЭКа, однако, способ замыкания-размыкания цепи с помощью капли обеспечивает ряд практических удобств: упрощение схемы и снижение мощности источника питания, возможность миниатюризации, отсутствие проблем с отводом тепла и газообразных продуктов. В настоящей работе описаны первые результаты по работе макета прибора с источником на основе КИР и регистрацией на основе портативного спектрометра Maya 2000 Pro (Ocean Optics, США).

Прибор КИР-Майя содержит спектрометр Maya 2000 Pro со световодом, соединенный через USB порт с компьютером; разрядную камеру в пластмассовом корпусе с дверцей, источник высокого напряжения (2.5 кВ, 6 мкФ), плату АЦП для измерения силы тока и синхронизации со спектрометром, соединенную с компьютером через порт RS-232, панель растворов, содержащую емкости для пробы и раствора фоновой кислоты. Капли падают с интервалом 15-40 с, сближение капли с пробой сопровождается разрядом. Бросок силы тока регистрируется платой АЦП, которая посылает синхроимпульс на спектрометр. В течение программно заданного времени Maya 2000 Pro собирает свет, регистрация спектра осуществляется в диапазоне 200-1100 нм с разрешением около 1 нм. Прибор снабжен программным обеспечением, включая пакет математической обработки спектров на основе оригинального алгоритма ординатного распределения для выделения сигнала на нестабильном фоне.

Использовано два типа разрядных камер и, соответственно, два способа ввода пробы: непрерывная и капельная подача. В первом случае объем пробы должен составлять не менее 6 мл, жидкость подается через трубку с переливом с постоянной скоростью, усреднение в результате нескольких разрядов осуществляется без участия оператора. Более трудоемким является введение капельных (25 мкл) проб; в этом случае нанесение пробы перед каждым разрядом осуществляется вручную. Помимо малого объема достоинством этого варианта является возможность работы со сколь угодно агрессивными растворами, например, концентрированной HF.

По результатам измерений в модельных растворах на основе 0.4 М HCl получен атлас линий и полос в спектре КИР для 24 элементов, построены соответствующие градуировочные графики. Прибор использован для измерений содержания Li, Na, K, Mg, Ca, Fe, Cu и Mn в природных водах, технологических растворах и образцах биологических жидкостей.

## ЭЛЕКТРОХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНТНОЕ ДЕТЕКТИРОВАНИЕ АРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПРОТОЧНОМ АНАЛИЗЕ

*В.В. Ягов, М.В. Ненашева\*, Д.А. Макеева\* И.В. Ягова\*\*, М.В. Королева*

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского РАН

\*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова

\*\*Московский государственный медико-стоматологический университет

Во время катодных импульсов алюминиевый электрод с нанометровым оксидным слоем инжектирует в раствор горячие электроны, которые вызывают свечение адсорбированных люминофоров. Финскими исследователями показано, что электрохимический способ возбуждения люминесценции достаточно универсален, изучена катодная электрохемилюминесценция (КЭХЛ) десятков ароматических соединений (например, [1]). Существенным ограничением на практическое применение метода является то обстоятельство, что КЭХЛ органических люминофоров возбуждается при pH выше 9 в растворах, содержащих более 0.1 М щелочного металла. В таких средах катодные импульсы вызывают необратимое повреждение поверхности алюминия вследствие локального подщелачивания и внедрения щелочного катиона в оксидный слой, что вынуждает использовать разовые электроды. Необходимость смены электрода перед каждым измерением создает серьезные неудобства. В настоящей работе щелочную пробу с ароматическим люминофором инжектировали к электроду непосредственно перед измерительным катодным импульсом и тут же удаляли потоком кислого носителя. Такой прием позволил использовать электрод в режиме детектора без существенного дрейфа характеристик в течение дня.

Оптимизация условий определения проводили для доксорубина и тетрациклина. Использовали проточную ячейку, в интервалах между вводами пробы алюминиевый электрод омывался медленным потоком 0.02 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Объем пробы составлял 1 мл; раствор, содержащий ароматический люминофор, готовили на фоне 40 мМ  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  и окислителя, обычно 1 мМ  $\text{KBrO}_3$ . Время сорбции варьировали от 2 с до 1 мин. В этих условиях возможно количественное определение доксорубина (в диапазоне концентраций 35 – 1000 нМ) и тетрациклина (2 – 1600 нМ). Зависимость аналитического сигнала от концентрации линейна в указанных диапазонах концентраций. Пределы обнаружения для доксорубина и тетрациклина составляют 25 нМ и 0.8 нМ, соответственно. Оксихинолин, морин и флуоресцеин характеризуются промежуточной молярной чувствительностью, салицилат люминесцирует в 5 раз слабее, а  $\beta$ -нафтол – в 50 раз слабее доксорубина. По-видимому, условием эффективной КЭХЛ является наличие нескольких кислых (фенольных и карбоксильных) групп в молекуле.

КЭХЛ сопоставляли с фотолюминесценцией (ФЛ). В отличие от КЭХЛ ФЛ доксорубина и тетрациклина в 40 мМ  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  менее интенсивна, чем в нейтральных и слабокислых растворах. Так же неожиданным является то обстоятельство, что обладающий менее интенсивной ФЛ тетрациклин характеризуется более яркой КЭХЛ. Отличия, видимо, связаны с хемосорбцией ароматических анионов, образующихся в  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , на алюминиевом электроде.

Предложенный способ пригоден для детектирования водорастворимых ароматических соединений, в первую очередь конденсированных полифенолов, образующих многозарядные анионы в щелочной среде, в том числе лекарственных препаратов.

1. M. Helin, Q. Jiang, H. Ketamo et al. // *Electrochim. Acta*. 2005. P.725.

## КАТОДНАЯ ЭЛЕКТРОХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ КАДМИЯ НА АЛЮМИНИЕВОМ ЭЛЕКТРОДЕ

*В.В. Ягов, И.В. Ягова\*, М.В. Ненашева\*\*, Д.А. Макеева\*\**

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского РАН

\*Московский государственный медико-стоматологический университет

\*\*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова

Катодная электрохемилюминесценция (кэхл) возникает на электродах с нанометровыми диэлектрическими слоями вследствие туннелирования горячих электронов через поверхностный барьер. Собственная кэхл ионов некоторых тяжелых металлов, в частности ртути, таллия и свинца может быть использована для их определения в водах в наномолярном диапазоне концентраций. Единственное упоминание о кэхл кадмия содержится в работе [1], в которой слабое свечение в области красной границы чувствительности фэу наблюдали при высокой концентрации  $\text{Cd}(\text{II})$  (100 мкМ). Никаких индивидуальных черт кинетики или химии возбуждения не было выявлено, что оставляло место для сомнения: что если эффект связан с примесями?

Первые собственные результаты по кэхл кадмия мы получили после того, как удалось подобрать потенциал, обеспечивающий стационарные условия возбуждения КЭХЛ в 20 мМ  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Градуировочные зависимости линейны в диапазоне 40 нМ - 10 мкМ, однако абсолютная интенсивность КЭХЛ кадмия невысока даже в области насыщения градуировки ( $C > 20$  мкМ), относительно хороший ПО связан с низким уровнем фона. Для наиболее эффективного активатора, индия, интенсивность КЭХЛ в этих условиях в сотни раз выше, однако кинетика отличается: интенсивность КЭХЛ кадмия выходит на максимум при  $t = 30$  мс, тогда как для индия в тех же условиях свечение разгорается медленнее ( $t > 100$  мс). В отличие от катионов  $\text{Pb}(\text{II})$ ,  $\text{Ag}(\text{I})$ ,  $\text{Tl}(\text{I})$ ,  $\text{Tb}(\text{III})$ ,  $\text{Ce}(\text{III})$  и др., КЭХЛ кадмия не усиливается окислителями и не тушится восстановителями (в частности, солями гидразиния). Специфическим реагентом, усиливающим КЭХЛ кадмия, оказался йодид, что, видимо, связано, с образованием умеренно прочных йодидных комплексов ( $\lg \beta_1 = 2.3$ ,  $\lg \beta_2 = 3.9$ ,  $\lg \beta_3 = 5.0$ ). Введение 60 мМ  $\text{NH}_4\text{I}$  помимо четырехкратного повышения интенсивности КЭХЛ приводит к смещению максимума спектра от 570 нм к 650 нм. Наиболее яркую КЭХЛ  $\text{Cd}^{2+}$  наблюдали, используя катодные нанофосфоры (относительно концентрированные растворы кислых солей, образующих поверхностные пленки при катодном подщелачивании). Наиболее эффективным оказался кальций-фосфатный нанофосфор. В этом случае светосумма, излучаемая в течение одного катодного импульса (0.2с), на порядки выше, чем в разбавленной  $\text{H}_2\text{SO}_4$  даже в случае йодидного усиления.

Природа кэхл кадмия, как и всех ионов со структурой  $d^{10}$ , является запутанной. Известно всего несколько аналогов из области фотолюминесценции кристаллофосфоров: при комнатной температуре люминесцируют активированные кадмием  $\text{CaO}$  и  $\text{SrO}$  [2], при 10 К наблюдали фотолюминесценцию ионов  $\text{Cd}^{2+}$  в  $\text{CaF}_2$  и  $\text{SrF}_2$ . [3]. По мнению автора [2], природа центров свечения связана с переносом заряда в комплексе  $\text{Cd-O}$ .

1. *Meulenkamp E.A., Kelly J.J., Blasse G.* // J. Electrochem. Soc. 1993. Vol.140. №1. P.84.
2. *Blasse G.* // Chem. Phys. Lett. 1990. Vol.175. №3. P.237.
3. *Radzhabov E., Kirm M.* // J. Phys. Cond. Matter. 2005. V.17. P.5821.

## АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА В ВИДЕ ЛЕТУЧИХ ГИДРИДОВ В ПОЧВЕ

*Е.В. Якубенко, И.И. Черникова, Т.Н. Ермолаева*

ФГБОУ ВПО Липецкий государственный технический университет,  
39860, Липецк, ул. Московская 30, etn@stu.lipetsk.ru

Соединения мышьяка широко распространены в природе и являются приоритетными загрязнителями объектов окружающей среды. Валовое содержание элемента в почве, установленное Роспотребнадзором, составляет 10 мг/кг сухого вещества. В настоящее время для определения мышьяка уже применяется атомно-абсорбционный метод анализа. Но, вследствие существенного неселективного фонового поглощения, воспроизводимость результатов при пламенной и электротермической атомизации снижается. Улучшить чувствительность анализа методом атомно-абсорбционной спектроскопии позволяет генерация гидридов.

Результаты атомно-абсорбционного определения мышьяка в виде летучих гидридов во многом зависят от качества пробоподготовки. Ультразвуковое излучение, способствующее уменьшению динамической вязкости кислот, возникновению быстрого конвективного массопереноса, положительно зарекомендовало себя при деструкции почв. Навеску почвы обрабатывали 10 М раствором азотной кислоты при 60°C в течение 20 мин в ультразвуковой ванне «Сапфир» с рабочей частотой 35 кГц, в полученный раствор для восстановления мышьяка до As(III) вводили растворы йодида калия и аскорбиновой кислоты и выдерживали в ультразвуковой среде еще 10 мин. Сравнение продолжительности пробоподготовки почв по стандартной методике (нагрев до температуры 180 °C) и с применением ультразвукового излучения показал сокращение времени деструкции пробы практически в 6 раз.

Арсин генерировали в кислой среде действием на раствор пробы борогидрида натрия  $\text{NaBH}_4$ , стабилизированного NaOH. Показано, что на образование и устойчивость арсина влияют концентрация восстановителя и кислоты в анализируемом растворе, присутствие мешающих ионов в пробе, загрязнение реакционной ячейки. Оптимальные концентрации соляной кислоты и борогидрида натрия, стабилизированного 0.5%-ым раствором NaOH, составляют 7.5 М и 0.3 % соответственно, продолжительность реакции гидридообразования 100 с.

Определение As проводили на атомно-абсорбционном спектрометре (ААС) «SpectrAA 220» с гидридной приставкой «VGA-77» фирмы «Varian» (Австралия) при длине волны 193.7 нм методом градуировочного графика и методом добавок. Стандартные растворы для построения градуировочного графика готовили на основе ГСО 7976-2001 («ЭКРОС», Россия), представляющего собой раствор мышьяка (III) с концентрацией 0.101 г/дм<sup>3</sup>. Диапазон линейности графика 0.005 – 0.350 мкг/мл. Предел обнаружения As составляет 0.07 мг/кг.

Проверку правильности определения As в почвах проводили методом «введено – найдено». Статистическая обработка результатов не выявила систематических погрешностей, относительное стандартное отклонение не превышало 0,01. Проанализировано 12 образцов почв, отобранных в районе металлургического предприятия, содержание мышьяка не превышало нормируемого уровня 10 мг/кг.

Таким образом, применение ультразвуковой обработки существенно интенсифицирует процесс пробоподготовки, а определение As в виде летучих гидридов позволяет увеличить прецизионность анализа и уменьшить объем пробы.

## СОВРЕМЕННЫЕ ПОДХОДЫ В СИСТЕМЕ ВЫЯВЛЕНИЯ ЛЕКАРСТВЕННОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПРИРОДНЫХ ВОД

*М.А. Чиганова<sup>1</sup>, И.А. Шанин<sup>2</sup>, С.А. Еремин<sup>2</sup>, Г.М. Баренбойм<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> ФГБУН Институт водных проблем РАН, 119333, Москва, ул. Губкина, д.3; <sup>2</sup> Химический факультет, МГУ имени М.В. Ломоносова, 119991 Москва, Ленинские Горы 1

В последние десятилетия поднята проблема лекарственного загрязнения природных и питьевых вод суши. Работы, касающиеся определения в воде антибиотиков, гормонов, нестероидных противовоспалительных средств и других классов лекарств, проводятся во многих странах мира. Однако в России первые подобные исследования были начаты только в 2009 г. в ИВП РАН. Наши исследования, проведенные на водных объектах – источниках питьевого водоснабжения г. Москвы, выявили в пробах воды и донных отложений 49 действующих веществ лекарственных средств, 43 метаболита известных лекарственных веществ, 11 вспомогательных веществ лекформ и 5 веществ, входящих в состав витаминных комплексов и БАД.

Цель данной работы – создание методики составления программы исследования лекарственного загрязнения водных объектов и выбора оптимальных схем анализа для проведения контроля. Для проведения планомерного исследования по определению лекарственных веществ в воде необходимо составить региональный перечень источников питьевого водоснабжения и рыбохозяйственных водоемов с выделением наиболее значимых источников загрязнения, создать списки лекарств, которые с наибольшей вероятностью могут быть обнаружены в выбранных для исследования водных объектах. По результатам всех собранных данных составляется программа обследования выбранных водных объектов. При этом заранее планируются направления аналитических исследований – тотальный поиск всех возможных соединений либо избирательное обследование вод на заранее выбранные лекарства. Для всех обнаруженных лекарственных веществ и метаболитов дополнительно оценивается токсичность по био- и хемоинформационным технологиям.

По результатам аналитических исследований и применения информационных технологий составляется список приоритетных по опасности лекарств и метаболитов с привязкой к конкретным точкам отбора проб. По данному списку необходимо проводить регулярные контрольные измерения с применением доступных и быстрых методов анализа. Несомненно, жидкостная хроматография в сочетании с масс-спектрометрией стала самым мощным аналитическим инструментом для скрининга и идентификации лекарств в пробах воды и донных отложений. Тем не менее, адекватная подготовка образца является ключевым фактором успешного проведения количественного и качественного анализа. Однако текущие тенденции в определении фармацевтических компонентов требуют уменьшения времени анализа и повышения производительности без ущерба селективности разделения. В этом смысле иммунохимические методы, в частности иммуноферментный анализ, являются более предпочтительными, чем хроматографические.

На модельном эксперименте доказана эффективность использования иммунохимического анализа для определения лекарств в воде как доступной альтернативы хромато-масс-спектрометрическим методам при проведении мониторинга качества вод. Показана возможность использования таких методов с достаточной чувствительностью на фоне реального органического и неорганического загрязнения вод, что дает возможность оценивать качество вод при лекарственном загрязнении водных объектов.

Разработка алгоритма программы поиска лекарственных веществ выполнена в рамках работ по гранту Российского научного фонда (проект №14-17-00672).

## СОДЕРЖАНИЕ

<i>В.Г. Амелин, А.М. Андоралов</i> ИДЕНТИФИКАЦИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕОНИКОТИНОИДНЫХ ИНСЕКТИЦИДОВ В ВОДЕ БЕЗ ПРОБОПОДГОТОВКИ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С КВАДРУПОЛЬ – ВРЕМЯПРОЛЕТНЫМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТОРОМ.....	5
<i>И.А. Ананьева, Я.А. Полякова, Е.Н. Шаповалова, О.А. Шпигун</i> ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАМЕЩЕННЫХ ГИДРАЗИНОВ МЕТОДОМ ВЭЖХ НА СИЛИКАГЕЛЕ, МОДИФИЦИРОВАННОМ НАНОЧАСТИЦАМИ ЗОЛОТА.....	6
<i>Н.Н. Андреева, Л.А. Мелехина, М.В. Подшивалова</i> ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	7
<i>Н.Н. Андреева, М.В. Подшивалова, Л.А. Мелехина, Н.В. Бунина</i> ЭКОСИСТЕМЫ НА ОСНОВЕ ЛЕГКОПЛАВКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ В КОМБИНИРОВАННЫХ МЕТОДАХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЛОВ.....	8
<i>Н.Н. Андреева, А.С. Цвирова, В.С. Красюкова, Н.И. Пономарева</i> ЭКСПРЕССНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА (III) И ХРОМА (VI) В БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ДОБАВКАХ К ПИЩЕ .....	9
<i>А.В. Антоненко., Б.К. Зуев</i> АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СЕНСОР НА ОСНОВЕ КИР-МАЙЯ И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ ДЛЯ АНАЛИЗА ПРИРОДНОЙ ВОДЫ.....	10
<i>А.В. Антоненко, Б.К. Зуев, В.В. Ягов</i> АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СЕНСОР НА ОСНОВЕ КАПЕЛЬНО-ИСКРОВОГО РАЗРЯДА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ.....	11
<i>Т.В. Антонова, В.И.Вершинин, Н.С. Бриленок</i> НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ ОЦЕНКИ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ ФЕНОЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДАХ И СПОСОБЫ ЕЕ СНИЖЕНИЯ.....	12
<i>В.В. Аняри</i> ПЕНОПОЛИУРЕТАН КАК ОСНОВА ДЛЯ СОЗДАНИЯ ТВЕРДОФАЗНЫХ РЕАГЕНТОВ В РЕШЕНИИ ЗАДАЧ ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДАМИ ОПТИЧЕСКОЙ МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ.....	13
<i>Т.М. Байгильдиев, Д.И. Ахмерова, И.А. Родин, О.А. Шпигун, И.В. Рыбальченко</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛФОСФОНОВОЙ КИСЛОТЫ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ТАНДЕМНЫМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ.....	14
<i>Т.М. Байгильдиев, И.А. Родин, А.В. Затираха, О.А. Шпигун, И.В. Рыбальченко</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛФОСФОНОВОЙ КИСЛОТЫ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ ПРИ ПОМОЩИ АНИОНООБМЕННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ТАНДЕМНЫМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ.....	15
<i>Е.А. Белинская, Г.В. Зыкова, Г.Г. Финаков, В.Н. Смирнов</i> МОНИТОРИНГ СОДЕРЖАНИЯ ДИОКСИНОВ В ВЫБРОСАХ В АТМОСФЕРУ МСЗ 3 г. МОСКВЫ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ УТИЛИЗАЦИИ ТБО.....	16
<i>Л.И. Бельх, С.А. Кустова, А.В. Чемякин</i> ХИМИЧЕСКАЯ, РАДИАЦИОННАЯ И ТОКСИКОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СОСТОЯНИЯ ПОЧВ ПОЛИГОНА РАЗМЕЩЕНИЯ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ.....	17
<i>Л.И. Бельх, Н.И. Янченко, Д.А. Халтурина</i> ОТНОШЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ КАК ПОКАЗАТЕЛИ ОЦЕНКИ ИСТОЧНИКОВ ЗАГРЯЗНЕНИЯ .....	18
<i>А.Н. Берлина, А.В. Жердев, М.С. Гаур, Б.Б. Дзантиев</i> ПРИМЕНЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ КОЛЛОИДНОГО ЗОЛОТА, КОНЬЮГИРОВАННЫХ С АПТАМЕРАМИ, ДЛЯ ДЕТЕКЦИИ КАТИОНОВ РТУТИ И СВИНЦА.....	19
<i>Д.С. Большаков, В.Г. Амелин, А.М. Мухрыгина, Т.Б. Никешина</i> НЕПОСРЕДСТВЕННАЯ ЭЛЕКТРОРАСПЫЛИТЕЛЬНАЯ ИОНИЗАЦИЯ КОМПОНЕНТОВ ПРИРОДНЫХ ВОД И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИХ МЕТОДОМ ВРЕМЯПРОЛЕТНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕРБИЦИДОВ – ПРОИЗВОДНЫХ МОЧЕВИНЫ.....	20
<i>Е.С. Бродский</i> СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ.....	21
<i>А.В. Булатов, А.Ю. Шишов, Л.Н. Москвин</i> МНОГОКОМПОНЕНТНЫЙ ПРОТОЧНЫЙ АНАЛИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	22
<i>Н.А. Бурмистрова, С.А. Пиденко, А.А. Чиброва, А.А. Шувалов, Ю.С. Скибина, И.Ю. Горячева</i> ФОТОННОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ВОЛНОВОДЫ, КАК ПЛАТФОРМА ДЛЯ ХИМИЧЕСКИХ И БИОЛОГИЧЕСКИХ СЕНСОРОВ.....	23

<i>Н.А. Бызова, Е.А. Зверева, Н.А. Таранова, А.В. Жердев, Б.Б. Дзантиев</i> ИММУНОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ ТЕСТ-СИСТЕМЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ АНТРОПОГЕННОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ АНТИБИОТИКАМИ И ИХ МЕТАБОЛИТАМИ.....	24
<i>Р.С. Вагапова, С.В. Лапина, Г.С. Ананьева, Е.В. Марьянина</i> ОРГАНИЗАЦИЯ МОНИТОРИНГА СОСТАВА ДЫМОВЫХ ГАЗОВ В ПРОЦЕССЕ ЭКСПЛУАТАЦИИ ПЕЧЕЙ ПИРОЛИЗА.....	25
<i>Р.М. Варламова, Э.П. Медянцева, Г.Р. Мударисова, Г.К. Будников</i> АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СИСТЕМЫ ДВУХ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ БИОСЕНСОРОВ В ОПРЕДЕЛЕНИИ НЕКОТОРЫХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ.....	26
<i>А.А. Васильев, А.В. Соколов</i> ХИМИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ В КОНТРОЛЕ СРЕДЫ ОБИТАНИЯ.....	27
<i>К.Ю. Васильев, В.Ф. Таранченко, А.В. Аксенов, В.В. Шалабай</i> РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ИДЕНТИФИКАЦИИ ЛЕЙКОЦИДИНА В СТОЧНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В СОЧЕТАНИИ С МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЕЙ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ.....	28
<i>В.И. Веришин</i> ПРОБЛЕМЫ ОБЪЕКТИВНОЙ ОЦЕНКИ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ ОДНОТИПНЫХ ПОЛЛЮТАНТОВ.....	29
<i>Веришин В.И., Мамонтова А.В., Усова С.В., Казакова О.А., Бурюкина П.А.</i> ЭКСПРЕССНАЯ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В СИЛЬНО ЗАГРЯЗНЕННЫХ ВОДАХ .....	30
<i>И.П. Витер, А.И. Каменев</i> КОНТРОЛЬ СТАБИЛЬНОСТИ РАБОТЫ ЗОЛОТОГО ЭЛЕКТРОДА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ Se(IV) И As(III) В ПИТЬЕВЫХ ВОДАХ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.....	31
<i>С.С. Воронич, Д.А. Зайцев, О.А. Орловская, Е.Н. Жеребина</i> ТЯЖЕЛЫЕ МЕТАЛЛЫ КАК ИНДИКАТОРЫ ТЕХНОГЕННОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЧВ.....	32
<i>А.М. Воронцов, М.Н. Никанорова</i> ОБЗОР АЛЬТЕРНАТИВНЫХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ВОДАХ.....	33
<i>М.К. Габидулина, И.В. Косырева, С.Ю. Доронин</i> ТЕСТ-ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ НЕКОТОРЫХ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ.....	34
<i>П.П. Гладышев, Д.В. Крыльский, С.А. Гуцин, О.С. Моренков, А.А. Васильев, В.В. Врублевская, С.В. Дежуров, С.А. Ибрагимова</i> РОБОТИЗИРОВАННАЯ ИММУНОХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ СИСТЕМА ОБНАРУЖЕНИЯ ОПАСНЫХ ИНФЕКЦИЙ .....	35
<i>Е.Н. Гончарова, И.П. Семенова, М.А. Статкус, Г.И. Цизин</i> СОРБЦИОННО-ВЭЖХ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ И ЕЕ ЭФИРОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УГЛЕРОДНЫХ СОРБЕНТОВ: СХЕМЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СУБКРИТИЧЕСКОЙ ВОДЫ.....	36
<i>М.В. Горбунова, М.А. Баранова, В.В. Аняри, А.В. Гаршев, С.Г. Дмитриенко, Ю.А. Золотов</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАТЕХОЛАМИНОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ МЕТОДАМИ ОПТИЧЕСКОЙ МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАНОСТЕРЖНЕЙ ЗОЛОТА.....	37
<i>В.В. Гордеев</i> ОПЫТ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВЫХ МЕТАЛЛОВ В МОРСКОЙ ВОДЕ.....	38
<i>С.С. Гражулене, Г.Ф. Телегин, Н.И. Золотарёва, З.К. Мильникова</i> КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ КАДМИЯ, СВИНЦА, ХРОМА, ВИСМУТА И БЕРИЛЛИЯ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ НА УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБКАХ В СОЧЕТАНИИ С АТОМНО-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ .....	39
<i>И.Л. Григорьева, И.А. Лупанова, С.А. Крутенко</i> СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ КАЧЕСТВА ВОДЫ УГЛИЩНОГО ВОДОХРАНИЛИЩА ПО ДАННЫМ МОНИТОРИНГОВЫХ НАБЛЮДЕНИЙ.....	40
<i>И.Л. Григорьева, Л.И. Хрусталева</i> СОДЕРЖАНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ВОДЕ ИВАНЬКОВСКОГО ВОДОХРАНИЛИЩА.....	41
<i>И.Л. Гринштейн, Н.Ю. Исупова, А.В. Хрипун</i> КОМПЛЕКСНЫЕ РЕШЕНИЯ ДЛЯ АНАЛИЗА И МОНИТОРИНГА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ОТ КОМПАНИЙ SHIMADZU И АНАЛИТ.....	42
<i>И.Л. Гринштейн, А.И. Кузин, А.Г. Иванова, Ю.Ф. Кларк-Карская, Д.А. Коркина</i> МЕТОДИЧЕСКИЕ ПРИЕМЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРАВИЛЬНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭЛЕМЕНТОВ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ.....	43

<i>А.И. Данчук, Е.С. Жестовская, Е.С. Фомина, С.Ю. Доронин</i> "CLOUD POINT" ЭКСТРАКЦИЯ МИЦЕЛЛЯРНЫМИ ФАЗАМИ ПАВ ДЛЯ ТЕСТ-ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОКСИКАНТОВ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ В ВОДАХ.....	44
<i>А.И. Данчук, Т.М. Махова, С.Ю. Доронин, С.В. Махов, Ю.Е. Сальковский</i> ПОЛУЧЕНИЕ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНОГО НЕТКАНОГО МАТЕРИАЛА ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ И ААС-ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ.....	45
<i>Л.Л. Демина, Д.Ф. Будько, В.В. Гордеев</i> МЕТОД АНАЛИЗА ФОРМ НАХОЖДЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В МОРСКИХ ДОННЫХ ОСАДКАХ НА ПРИМЕРЕ БЕЛОГО МОРЯ.....	46
<i>С.Л. Дидух, А.Н. Мухина</i> СОРБЦИОННО-АТОМНО-ЭМИССИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КРЕМНЕЗЕМА С ФУНКЦИОНАЛЬНЫМИ ГРУППАМИ АЛИЗАРИНА С.....	47
<i>Р.Х. Дженлода, Д.Г. Петров, В.М. Шкинев, Т.В. Данилова, Б.Я. Спиваков</i> ВЫДЕЛЕНИЕ ДНК ИЗ ПОЧВЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СТОЯЧИХ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЛН И МАГНИТНОГО ПОЛЯ.....	48
<i>Б.Б. Дзантиев</i> ИММУНОАНАЛИТИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ ДЛЯ ДЕТЕКЦИИ ЭКОТОКСИКАНТОВ: ОПЫТ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В РОССИИ И ЗА РУБЕЖОМ.....	49
<i>С.В. Дрогобужская, И.П. Кременецкая</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОРМ НАХОЖДЕНИЯ НИКЕЛЯ В ОБРАЗЦАХ ТЕХНОГЕННОГО ИЛА.....	50
<i>С.В. Дрогобужская, И.П. Кременецкая</i> ПОСТУПЛЕНИЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ В ОКРУЖАЮЩУЮ СРЕДУ ВОКРУГ МЕДНО-НИКЕЛЕВОГО КОМБИНАТА.....	51
<i>Е.С. Евдокимова, И.И. Тимофеева, К.С. Вах, А.В. Булатов, Л.Н. Москвин</i> ХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ВОДНЫХ СРЕД.....	52
<i>В.К. Егоров, Е.В. Егоров, М.С. Афанасьев</i> ВОЗМОЖНОСТИ ИОННО-ПУЧКОВОГО АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	53
<i>Е.В. Елипашева, Е.В. Фадеева, Г.М. Сергеев, Р.Г. Сироткин</i> ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫЕ РЕАКЦИОННЫЕ СИСТЕМЫ АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ЭКОТОКСИКАНТОВ И БИОГЕНОВ В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ.....	54
<i>С.А.Еремин</i> ИММУНОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ.....	55
<i>Н.В. Ермакова, Ю.И. Арутюнов, Л.А. Онучак, И.А. Платонов, Л.В. Павлова</i> СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ СПОСОБА ИДЕНТИФИКАЦИИ ЛЕТУЧИХ КОМПОНЕНТОВ ПРИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ РАВНОВЕСНОЙ ПАРОВОЙ ФАЗЫ ЛЕКАРСТВЕННЫХ РАСТЕНИЙ.....	56
<i>М.С. Ермолин, П.С. Федотов</i> ФРАКЦИОНИРОВАНИЕ НАНО- И МИКРОЧАСТИЦ ПРИ ОЦЕНКЕ СОСТАВА И СВОЙСТВ УЛИЧНОЙ ПЫЛИ.....	57
<i>В.В. Жаркова, Л.А. Бобкова</i> ТЕСТ-СИСТЕМА КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ВОДЫ НА ИОНЫ МЕДИ(II) И МАРГАНЦА(II) «ON-SITE».....	58
<i>А.В. Жигалова, А.Р. Холова, М.Ю. Вождаева, Л.И. Кантор, Н.В. Труханова, И.А. Мельницкий, Е.А. Кантор, О.А. Шпигун</i> ИЗМЕНЕНИЕ КАЧЕСТВА ВОДЫ ИЗ СКВАЖИН ИНФИЛЬТРАЦИОННОГО ВОДОЗАБОРА ПОД ВЛИЯНИЕМ ДЕКОЛЬМАТАЦИИ РУСЛОВЫХ ОТЛОЖЕНИЙ Р. УФЫ.....	59
<i>А.В. Жилкина, В.П. Колотов, В.И. Широкова</i> УСТАНОВКА ДЛЯ КИСЛОТНОГО РАЗЛЮЖЕНИЯ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБ РАЗЛИЧНОГО ТИПА ВОТКРЫТОЙ СИСТЕМЕ.....	60
<i>Г.А. Журавлёва, О.В. Родинков</i> ВЛИЯНИЕ ХЛОРИДА КОБАЛЬТА (II) НА СЕЛЕКТИВНОСТЬ СТАЦИОНАРНЫХ ФАЗ В ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ .....	61
<i>И.С. Журкова</i> ОЦЕНКА ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ПОЧВ КАРАКАНСКОГО БОРА НОВОСИБИРСКОЙ ОБЛАСТИ.....	62
<i>И.К. Журкович, Н.Г. Ковров, Н.В. Луговкина, Б.Л. Мильман</i> ПРЕВРАЩЕНИЯ МИКРОЦИСТИНОВ В ВОДНОЙ СРЕДЕ: АНАЛИТИЧЕСКИЕ И КИНЕТИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ.....	63
<i>И.И. Занозина, И.В. Спиридонова, М.В. Бабинцева, Т.С. Хлопцева, И.Ю. Занозин</i> МОНИТОРИНГ И АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ЛИНЗОВОГО И ЛОВУШЕЧНОГО НЕФТЕПРОДУКТОВ.....	64
<i>М.А. Запезалов</i> СОВМЕСТНЫЙ РОССИЙСКО-КИТАЙСКИЙ МОНИТОРИНГ КАЧЕСТВА ВОД ТРАНСГРАНИЧНЫХ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ БАССЕЙНА р.АМУР (2006-2015 г.) - УСПЕШНЫЙ ОПЫТ МЕЖДУНАРОДНОГО СОТРУДНИЧЕСТВА.....	65

<i>В.М. Захаренко, А.В. Мозжухин, А.Л. Москвин, Ю.С. Худяков</i> ЦИКЛИЧЕСКОЕ ИНЖЕКЦИОННОЕ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТ- И НИТРАТ-ИОНОВ В СЛАБОМИНЕРАЛИЗОВАННЫХ ВОДАХ.....	66
<i>Э.А. Захарова, С.Г. Антонова, Г.Н. Носкова</i> ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОРМ МЫШЬЯКА: ПРОБЛЕМЫ И ДОСТИЖЕНИЯ.....	67
<i>Б.К. Зуев, В.В. Ягов, А.В. Травкина, А.А. Жирков</i> МИКРОПЛАЗМЕННЫЕ АТОМНО-ЭМИССИОННЫЕ СЕНСОРЫ И ИХ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНИТЕЛЬНО К АНАЛИЗУ ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТОВ.....	68
<i>А.Г. Иванова, Д.А. Коркина, Ю.Ф. Кларк-Карская, А.И. Кузин, А.М. Захарова, И.Л. Гринштейн</i> ЧISTОЕ РАБОЧЕЕ МЕСТО КАК СПОСОБ УСТРАНЕНИЯ ФОНОВОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПРИ ЭКОЛОГИЧЕСКОМ МОНИТОРИНГЕ.....	69
<i>О.Н. Изосимова, А.Г. Горшков</i> ОДНОВРЕМЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛАТОВ И НАФТАЛИНОВ В ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ХРОМАТОМАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ.....	70
<i>А.Н. Иоутси, Е.Н. Шаповалова, И.А. Ананьева, О.А. Шпигун</i> ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ НА СИЛИКАГЕЛЕ, ПОСЛОЙНО МОДИФИЦИРОВАННОМ 6,10-ИОНЕНОМ И СУЛЬФАТОМ ДЕКСТРАНА.....	71
<i>С.К. Кабдрахманова, Е. Шаймардан, К. Акатан, А.М. Жилкашинова, А.В. Троеглазова</i> ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКОЕ СОПРОВОЖДЕНИЕ В ОЦЕНКЕ УРОВНЯ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЛИХЛОРИРОВАННЫМИ БИФЕНИЛАМИ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ Г. УСТЬ-КАМЕНОГОРСКА.....	72
<i>М.Я. Каменцев, Л.Н. Москвин, Ю. Малинина, Н.М. Якимова, И.Д. Кучумова</i> КАПИЛЛЯРНО-ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛКИЛАМИНОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ.....	73
<i>Д.О. Кирсанов, О.А. Задорожная, А.В. Легин</i> ОЦЕНКА ТОКСИЧНОСТИ ВОДЫ В ТЕРМИНАХ БИОТЕСТИРОВАНИЯ С ПОМОЩЬЮ МУЛЬТИСЕНСОРНЫХ СИСТЕМ...	74
<i>М.С. Киселева, Д.В. Пряжников, И.В. Кубракова</i> НОВЫЕ МАГНИТНЫЕ СОРБЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ СО СТРУКТУРОЙ «ЯДРО – МНОГОСЛОЙНАЯ ОБОЛОЧКА»: СИНТЕЗ, СВОЙСТВА, ВОЗМОЖНОСТИ.....	75
<i>Ю.Ф. Кларк-Карская, А.М. Захарова, И.Л. Гринштейн, Ю.А. Захаров, Д.С. Ирисов</i> ПРЯМОЙ АНАЛИЗ СУСПЕНЗИЙ ПОЧВЫ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ДВУХСТАДИЙНОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ.....	76
<i>В.П. Колотов, А.В. Жилкина, И.Н. Громяк, Е.С. Торопченнова, Д.С. Гроздов</i> ТОЧНОСТЬ И ПРЕЦИЗИОННОСТЬ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА МЕТОДОМ ИСП-МС.....	77
<i>А.С. Комарова, Т.Д. Черменская, В.В. Человечкова</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЦЕТАМИПРИДА В СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПРОДУКЦИИ.....	78
<i>А.Б. Комиссаров</i> КОМПЛЕКСНАЯ ЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ВОДЫ РЕКИ ТВЕРЦЫ (ИВАНЬКОВСКОЕ ВОДОХРАНИЛИЩЕ).....	79
<i>В.Т. Комов</i> РТУТЬ В НАЗЕМНЫХ И ВОДНЫХ ЭКОСИСТЕМАХ ЕВРОПЕЙСКОЙ ТЕРРИТОРИИ РОССИИ.....	80
<i>А.Н. Корешкова, А.А. Козлов, С.Д. Абдуллаев, А.В. Иванов, В.М. Карпов</i> ФОРМИРОВАНИЕ АНАЛИТИЧЕСКОГО СИГНАЛА СЕНСОРА НА ОСНОВЕ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ С ТОКСИЧНЫМИ НЕПОЛЯРНЫМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ.....	81
<i>В.Е. Котова, Ю.А. Андреев, М.С. Черновьянц</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОМПОНЕНТОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ.....	82
<i>К.Ю. Кравец</i> ОБОГАЩЕНИЕ СЕЛЕНОМ РАСТИТЕЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ В ЗОНЕ ДЕФИЦИТА ЭЛЕМЕНТА.....	83
<i>В.А. Крылов, П.В. Мосягин, А.А. Ермаков</i> ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФИРОВ <i>о</i> -ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ В СЛАБОАЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОЭКСТРАКЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ.....	84

<i>В.А. Крылов, П.В. Мосягин, А. Мешергуй, Д.А. Барминов</i> ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОЕ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФИРОВ ОРТОФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ В ВОДЕ С ЖИДКОФАЗНЫМ МИКРОЭКСТРАКЦИОННЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ.....	85
<i>В.А. Кудрявцева, Р.Л. Левит, Т.А. Попова, Т.Д. Шигаева</i> ОЦЕНКА ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ВОДОЁМОВ.....	86
<i>О.К. Кузьмина, Е.Д. Грибова, И.В. Мухина</i> РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ КОНТРОЛЯ ИНДИКАТОРОВ И ИХ КОМПОЗИЦИЙ В ПЛАСТОВЫХ ВОДАХ ДЛЯ ГЕОФИЗИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	87
<i>Н.К. Куцева</i> АКТУАЛЬНЫЕ ПРАКТИЧЕСКИЕ ПРОБЛЕМЫ ЛАБОРАТОРИЙ ПРИ АНАЛИЗЕ ВОДЫ.....	88
<i>Т.А. Кучменко</i> РАСПОЗНАВАНИЕ ЗАПАХА ВОЗДУХА ПРИ ЭКОМОНИТОРИНГЕ.....	89
<i>Т.А. Кучменко, Е.В. Дроздова</i> КЛАССИФИКАЦИЯ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ГРУППЫ ОПАСНОСТИ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МИКРОВЗВЕЩИВАНИЯ ПАРОВ.....	90
<i>А.А. Кушинир, П.Т. Суханов, Е.В. Чурилина, Ю.А. Сальникова, Г.В. Шаталов</i> СОРБЦИОННО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОФЕНОЛОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ.....	91
<i>С.В. Лапина, Р.А. Сафьянова, Г.С. Ананьева, Е.В. Марянина</i> ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЭКОЛОГО-АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ПРОЦЕССА ПОДГОТОВКИ ФЛОКУЛЯНТОВ ДЛЯ ОЧИСТКИ ПИТЬЕВОЙ ВОДЫ.....	92
<i>В.В. Левинский, К.И. Тетерина, О.А. Тютюнник, М.С. Киселева</i> ИЗУЧЕНИЕ НАКОПЛЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ МЫШЕЧНОЙ ТКАНЬЮ РЕЧНЫХ МОЛЛЮСКОВ.....	93
<i>М.И. Лунёв, П.М. Орлов</i> РАДИОЛОГИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ СЕЛЬХОЗУГОДИЙ И ЧЕРНОБЫЛЬ ( к 30-летию аварии на Чернобыльской АЭС).....	94
<i>В.Н. Майстренко, Р.А. Зильберг, А.В. Сидельников, Д.И. Дубровский</i> ИМПЕДАНСОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ПОВЕРХОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ.....	95
<i>Е.С. Макаренко, П.Ю. Волкова, А.А. Удалова</i> ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ РАДИАЦИОННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ В МАЛЫХ ДОЗАХ НА ГЕНЕТИЧЕСКИЙ ПОЛИМОРФИЗМ ПОПУЛЯЦИЙ СОСНЫ ОБЫКНОВЕННОЙ.....	96
<i>Н.М. Макарова, Е.Г. Кулапина, Е.С. Погорелова</i> ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ ДЛЯ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ АНИОННЫХ ПОВЕРХОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В ПОТОКЕ СТОЧНЫХ ВОД.....	97
<i>И.Б. Макасова, Л.В. Елисеева</i> МЕТОД «ХИМИЧЕСКИХ ЛОВУШЕК» В ОБЕСПЕЧЕНИИ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ НЕСТАБИЛЬНЫХ И РЕАКЦИОННОСПОСОБНЫХ КОМПОНЕТОВ ЗАГРЯЗНЕНИЙ ВОЗДУХА.....	98
<i>А.В. Малков, А.Ю. Кожевников, В.А. Величко</i> Pb, Cd В МОРСКОЙ ВОДЕ. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА РФА ПВО.....	99
<i>А.Г. Мальшева</i> МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ СОСТОЯНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	100
<i>В.О. Мальцева, А.Л. Тимофеев, А.Л. Подкорытов, С.А. Штин, И.А. Шевякова, Н.Н. Заболотских</i> ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НОВЫХ ИСЭ.....	102
<i>Т.А. Марютина, Е.Ю. Савонина, Ан.В. Соин, Б.Я. Спиваков</i> ПРОТОЧНЫЕ СПОСОБЫ ПРОБОПОДГОТОВКИ В АНАЛИЗЕ НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ ПОЧВ.....	103
<i>Н.В. Маслов, М.И. Евгеньев, Ф.М. Гумеров</i> СОДЕРЖАНИЕ ФЕНОЛА В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ ОЗЕР ЭКОСИСТЕМЫ КАБАН.....	104
<i>Т.М. Махова, Е.М. Солдатенко, С.Ю. Доронин, Р.К. Чернова</i> АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫЙ КОМПОЗИТ НА ОСНОВЕ ГЛАУКОНИТА И НАНОЧАСТИЦ МЕДИ ДЛЯ СОРБЦИИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	105
<i>Е.И. Медведев, О.В. Родинков</i> СХЕМА ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРОБЕНЗОЛА В ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ МЕТОДОМ ВЭЖХ-УФ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ НА УГОЛЬНО-ФТОРОПЛАСТОВЫХ СОРБЕНТАХ.....	106

Э.П. Медянцева, Д.В.Брусницын, Р.М.Варламова, Н.В.Шелкоплясова, Г.К.Будников АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ БИОСЕНСОРОВ НА ОСНОВЕ ЭЛЕКТРОДОВ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫМИ МАТЕРИАЛАМИ, ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ПОЧВЫ И РАСТИТЕЛЬНОГО МАТЕРИАЛА ПОТЕНЦИАЛЬНЫМИ ЗАГРЯЗНИТЕЛЯМИ – АЛЛЕРГЕНАМИ.....	107
О.Л. Мезенцева, Г.Б. Слепченко ОПРЕДЕЛЕНИЕ БАРБИТУРАТОВ В ВОЗДУХЕ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ПОМЕЩЕНИЙ МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ.....	108
А.В.Михайлова, В.Г.Амелин, Н.П.Ахметьева, А.А.Гречников. ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ БОЛОТА ВЕШКА (ТВЕРСКАЯ ОБЛАСТЬ).....	109
А.Ю. Михеева, А.Г. Будко, А.И. Крылов ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ПОЛИБРОМИРОВАННЫХ ДИФЕНИЛОВЫХ ЭФИРОВ (ПБДЭ) ИЗ ТВЕРДОЙ ПРИРОДНОЙ МАТРИЦЫ.....	110
Н.Б. Мкртычян, Г.Р. Нежиховский БЮДЖЕТ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОКСИДА УГЛЕРОДА В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ.....	111
А.В. Мозжухин, Ю.С. Худяков, В.А. Логвина СПОСОБ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ В ЦИКЛИЧЕСКОМ ИНЖЕКЦИОННОМ АНАЛИЗЕ.....	112
Л.Н. Москвин, О.В. Родинков, А.Р. Горбачева, Н.М. Якимова ХРОМАТОМЕМБРАННОЕ ГЕНЕРИРОВАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ В РЕЖИМЕ ПОЛНОГО ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЦЕЛЕВЫХ КОМПОНЕНТОВ.....	113
С.В. Мунинова, Д.А. Мясникова, Е.С. Вахранева, Т.Н. Шеховцова МОНИТОРИНГ ПРИРОДНЫХ И СИНТЕТИЧЕСКИХ ПИЩЕВЫХ КРАСИТЕЛЕЙ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ С ПОМОЩЬЮ ПЛЕНОК ИЗ РЕГЕНЕРИРОВАННОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ.....	114
Г.Н. Наумова, Р.К. Чернова, Н.В. Агеева, Е.И. Селифонова ПРИМЕНЕНИЕ ПОЛЬЗОВАТЕЛЬСКОГО ФАКТОРА ДЛЯ КОРРЕКТИРОВКИ МАТРИЧНЫХ ЭФФЕКТОВ ПРИ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ВАЛОВОГО СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ.....	115
Н.Р. Низамутдинова, Г.Ф. Шайдулина, И.Н. Сираева, В.И. Сафарова МОНИТОРИНГ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ТЕХНОЛОГИИ ПОДЗЕМНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ ЗОЛОТА.....	116
А.А. Никонова, С.М. Шишлянников, А.Г. Горшков ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ЖИРНЫХ КИСЛОТ ФИТОПЛАНКТОНА КАК ПОКАЗАТЕЛЯ ПРОДУКТИВНОСТИ ОЗЕРА БАЙКАЛ	117
К.В. Осолок, О.В. Моногарова, Н.В. Алов ОПРЕДЕЛЕНИЕ РТУТИ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА С ПОЛНЫМ ВНЕШНИМ ОТРАЖЕНИЕМ В СОЧЕТАНИИ С ЖИДКОСТНО-ЖИДКОСТНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИЕЙ.....	118
Э.Р. Оскотская, Е.Н. Грибанов, Е.В. Тасканова ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗ(А)ПИРЕНА В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ ВЭЖХ ПОСЛЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ.	119
Э.Р. Оскотская, Е.Н. Грибанов, И.В. Саунина СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ ГРУПП ТРИАЗОЛЫ И СИНТЕТИЧЕСКИЕ ПИРЕТРОИДЫ В ЗЕРНОВЫХ И ЗЕРНОБОБОВЫХ КУЛЬТУРАХ.....	120
Ж.А. Оспанова, С.К. Кабдрахманова, А.В. Троеглазова, А.М. Жилкашинова МОНИТОРИНГ СОДЕРЖАНИЯ ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ВОЛОСАХ И НОГТЯХ НАСЕЛЕНИЯ ГОРОДА УСТЬ-КАМЕНОГОРСКА.....	121
В.М. Островская, Л.К. Шпигун, О.А. Прокопенко, Д.О. Щепилов НОВЫЕ ИНДИКАТОРНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ НА ОСНОВЕ СОЛЕЙ ТЕТРАЗОЛИЯ ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА.....	122
В.Н. Орешкин, Г.И. Цизин РАСШИРЕНИЕ ФУНКЦИЙ ТИГЕЛЬНЫХ АТОМИЗАТОРОВ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ СЛЕДОВ ЭЛЕМЕНТОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ АТОМНО- АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ.....	123
Д.Е. Пахомов, С.С. Воронич, А.З. Разяпов, В.А. Разумов АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ НОВОЙ СИСТЕМЫ ОТБОРА ПРОБ ЗАГРЯЗНЕНИЙ ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСОВ.....	124
О.В. Пелипасов, А.Н. Путьмаков ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИСТОЧНИКА СВЧ ПЛАЗМЫ С ЧАСТОТОЙ 2,45 ГГЦ ДЛЯ АНАЛИЗА ВОДЫ.....	125

<i>И.И. Пиковской, Д.С. Косяков, Н.В. Ульяновский, О.А. Шпигун</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1,1-ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА, МЕТИЛГИДРАЗИНА И ГИДРАЗИНА В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ ГИДРОФИЛЬНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ.....	126
<i>А.В. Пирогов, О.А. Шпигун, М.В. Попик, И.А. Родин, К.Н. Смирнов, А.Н. Ставрианиди, Н.Г. Толмачева</i> НОВЫЕ ПОДХОДЫ К ВЫЯВЛЕНИЮ ПЕРСПЕКТИВНЫХ ХИМИЧЕСКИХ МАРКЕРОВ ДЛЯ ИДЕНТИФИКАЦИИ (ПАСПОРТИЗАЦИИ) МЕСТОРОЖДЕНИЙ УГЛЕВОДОРОДОВ.....	127
<i>И.А. Платонов, И.Н. Колесниченко, Е.А. Новикова, М.С. Лобанова, А.Э. Михеенкова</i> АНАЛИТИЧЕСКИЕ ХРОМАТО-ДЕСОРБЦИОННЫЕ МИКРОСИСТЕМЫ ИНЪЕКЦИОННОГО ТИПА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ.....	128
<i>И.А. Платонов, Н.В. Никитченко, Л.В. Павлова, Е.А. Мазницына</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ЭКСТРАКТОВ РЯБИНЫ ЧЕРНОПЛОДНОЙ АНАЛИТИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ.....	129
<i>И.А. Платонов, Л.В. Павлова, Н.В. Никитченко, Е.А. Новикова, И.Н. Колесниченко</i> СОРЕБЦИОННЫЕ МИКРОТРУБКИ КАК ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ЛЕТУЧИХ СОЕДИНЕНИЙ....	130
<i>И.А.Платонов, Вл.И.Платонов, Вал. И.Платонов, Т.В.Платонова, М.Г.Горюнов</i> ПОРТАТИВНЫЙ ГАЗОВЫЙ МИКРОХРОМАТОГРАФ ДЛЯ АНАЛИЗА ЛЕГКОКИПЯЩИХ АЛИФАТИЧЕСКИХ НЕПРЕДЕЛЬНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОЗДУХЕ.....	131
<i>И.А. Платонов, Е.Н. Тузикова, Е.А. Новикова, И.Н. Колесниченко, И.М. Муханова</i> НОВЫЕ СОРЕБЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ С ВАРЬИРУЕМОЙ ПОРОЗНОСТЬЮ ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ РАЗЛИЧНОЙ ЛЕТУЧЕСТ.....	132
<i>Н.А. Полотнянко, И.А. Морозов, И.В. Казанцева, И.Н. Фадейкина, Е.А. Денисова, С.В. Моржухина, Б.К. Зуев</i> ПРОБООТБОР И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ПЛЕНКАХ НА ПОВЕРХНОСТИ ВОДНЫХ ЭКОСИСТЕМ.....	133
<i>Л.С. Пономарева</i> НОРМАТИВЫ КАЧЕСТВА ВОД.....	134
<i>М.В. Попик, А.В. Пирогов, О.А. Шпигун</i> КОМПЛЕКСНЫЕ ГИДРОХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПЛАСТОВЫХ ВОД ПРИ ПОИСКЕ, РАЗВЕДКЕ И РАЗРАБОТКЕ МЕСТОРОЖДЕНИЙ НЕФТИ И ГАЗА И ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ.....	135
<i>Е.С. Попова, С.В. Моржухина, Б.К. Зуев, Е.О. Александрова, А.Ж. Махамбет</i> ПРОБОПОДГОТОВКА МХОВ-БИОМОНИТОРОВ ДЛЯ АНАЛИЗА СОДЕРЖАНИЯ В НИХ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ.....	136
<i>Д.В. Пряжников, М.С. Киселева, И.В. Кубракова</i> ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МАГНИТНЫХ ПОВЕРХНОСТНО-МОДИФИЦИРОВАННЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ СОРЕБЕНТОВ ДЛЯ МТФЭ-ВЭЖХ-УФ ОПРЕДЕЛЕНИЯ 4-НОНИЛФЕНОЛА В ПРИРОДНЫХ ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ.....	137
<i>А.З. Разяпов, С.С. Воронич, Г.В. Ломакин, А.Е. Баженова, Я.С. Королев</i> ПЕРЕДВИЖНАЯ ЛАБОРАТОРИЯ ОПЕРАТИВНОГО КОНТРОЛЯ ЗАГРЯЗНЕНИЙ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	138
<i>Г.Р. Рамазанова, Т.И. Тихомирова, В.В. Аяри</i> СОРЕБЦИЯ АНИОННЫХ ПИЩЕВЫХ КРАСИТЕЛЕЙ НА СВЕРХСШИТОМ ПОЛИСТИРОЛЕ.....	139
<i>Ю.А. Рахманин, А.Г. Мальшиева</i> ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	140
<i>И.В. Роговая</i> РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА С ЦЕЛЬЮ ОЦЕНКИ БИОДОСТУПНОСТИ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ КОМПОНЕНТОВ В ПРИРОДНОМ ВОДОЕМЕ.....	142
<i>О.В. Родинков, Л.Н. Москвин, В.Н. Постнов</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВ ЭКОТОКСИКАНТОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ С КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ НА НАНОУГЛЕРОДНЫХ СОРЕБЕНТАХ.....	143
<i>Н.Н. Роева, Н.Н. Гребенкин, Д.А. Зайцев, С.С. Воронич, А.Н. Баранов</i> ИССЛЕДОВАНИЕ МИГРАЦИИ ХРОМА В АТМОСФЕРЕ.....	144
<i>Н.Н. Роева, С.С. Воронич, Д.А. Зайцев, О.А. Орловская, Ю.А. Володькина</i> МИГРАЦИЯ ФОРМ РТУТИ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ВОДНЫХ ЭКОСИСТЕМ.....	145

<i>Н.Н. Роева, С.С. Воронич, Д.А. Зайцев, С.А. Янковский, М.Б. Мойсеяк</i> ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТОВ И НИТРИТОВ В ОБЪЕКТАХ РАСТИТЕЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ.....	146
<i>Н.Б. Рожманова, В.С. Мочалова</i> ПОРФИРИНЫ КАК МОДИФИКАТОРЫ В УСЛОВИЯХ КАПИЛЛЯРНОГО ЗОННОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА.....	147
<i>Г.И. Романовская, М.В. Королева, Б.К. Зуев</i> ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЦЕЛЛЮЛОЗНОЙ МАТРИЦЫ, МОДИФИЦИРОВАННОЙ НАНОЧАСТИЦАМИ СЕРЕБРА.....	148
<i>О.Б. Рудаков</i> ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ЭКОТОКСИКАНТОВ В СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ.....	149
<i>Л.В. Рудакова, Е.А. Хорохордина, А.М. Хорохордин, О.Б. Рудаков</i> МОНИТОРИНГ БИСФЕНОЛА А, НОНИЛФЕНОЛА И ТРИКЛОЗАНА В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ТАНДЕМА ТСХ – ЦВЕТОМЕТРИЯ.....	150
<i>Е.А. Рукосуева, Т.И. Тихомирова, Г.И. Цизин</i> ВОЗМОЖНОСТИ ПОРИСТОГО ГРАФИТИРОВАННОГО УГЛЕРОДА ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ИОНОВ И ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ.....	151
<i>Е.В. Рыбакова</i> ИОННАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ ДЛЯ АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ. НЕКОТОРЫЕ АСПЕКТЫ ОТЕЧЕСТВЕННОЙ ИСТОРИИ И МЕТОДОЛОГИИ.....	152
<i>И.В. Рыбальченко, В.Н. Фатеенков</i> МЕТОДЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ В ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ ТЕРРИТОРИЙ БЫВШИХ ОБЪЕКТОВ ПО УТИЛИЗАЦИИ ХИМИЧЕСКОГО ОРУЖИЯ.....	153
<i>О.А. Савватеева, К.В. Миронова</i> КОМПЛЕКСНАЯ ЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СОСТОЯНИЯ ТЕРРИТОРИИ Г. КАШИНА ТВЕРСКОЙ ОБЛАСТИ.....	154
<i>Е.Ю. Савонина, Ан.В. Соин, Т.А. Марютина</i> НОВЫЙ КОМБИНИРОВАННЫЙ СПОСОБ АНАЛИЗА НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ ПОЧВ.....	155
<i>А.Е. Сараева, И.В. Роговая, Л.И. Колмыкова, Е.М. Коробова, Б.К. Зуев</i> ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ВОДЕ (ХПК) “БЕЗРЕАГЕНТНЫМ” МЕТОДОМ ОКСИТЕРМОГРАФИИ И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ ДЛЯ АНАЛИЗА ПРИРОДНОЙ ВОДЫ.....	156
<i>В.И. Сафарова, Н.Р. Низамутдинова, Г.Ф. Шайдулина</i> ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ НА ГИДРОСФЕРУ АВАРИЙНЫХ РАЗЛИВОВ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРОВ ПРОИЗВОДСТВА КУЧНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ ЗОЛОТА.....	157
<i>В.И. Сафарова, Р.М. Хатмуллина, А.Р. Мухаматдинова, А.М. Сафаров</i> МОНИТОРИНГ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ В АНТРОПОГЕННО НАГРУЖЕННЫХ РЕГИОНАХ.....	158
<i>В.И. Сафарова, Р.М. Хатмуллина, Г.Ф. Шайдулина, А.М. Сафаров, Е.В. Фатьянова</i> ПОДХОДЫ К ФОРМИРОВАНИЮ СИСТЕМЫ КОНТРОЛЯ И МОНИТОРИНГА КОМПОНЕНТОВ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ.....	159
<i>Л.А. Синяева, Н.А. Беланова, С.И. Карпов, В.Ф. Селеменев, Ф. Рёсснер</i> КРЕМНИЙСОДЕРЖАЩИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ СОРБЦИОННОГО ВЫДЕЛЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ФОСФОЛИПИДОВ В РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБЪЕКТАХ И ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТАХ .....	160
<i>Н.О. Ситков, А.В. Соловьев, Т.М. Зимина</i> РАЗРАБОТКА МИНИАТЮРНОГО СЕНСОРА ДЛЯ ИМПЕДИМЕТРИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПАТОГЕННЫХ МИКРООРГАНИЗМОВ.....	161
<i>Г.Б. Слепченко, М.А. Гаврилова, О.Л. Мезенцева, И.О. Максимчук</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ АФЛАТОКСИНА М <sub>1</sub> В МОЛОКЕ МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ.....	162
<i>А.Н. Смагунова, Т.В. Степанова, В.С. Толмачева, У.В. Ондар, Е.Н. Коржова</i> ИЗУЧЕНИЕ СИСТЕМАТИЧЕСКИХ ПОГРЕШНОСТЕЙ В РЕЗУЛЬТАТАХ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА (РФА) НАГРУЖЕННЫХ АЭРОЗОЛЯМИ АСПИРАЦИОННЫХ ФИЛЬТРОВ.....	163
<i>В.В. Смирнов, М.В. Беляков, А.И. Крылов</i> СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СПОСОБОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ.....	164

<i>Л.И. Соколова, Д.С. Гальченко, Н.П. Шапкин, В.И. Разов</i> ОЧИСТКА СТОЧНЫХ ВОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СОРБЕНТОВ НА ОСНОВЕ ПРИРОДНЫХ АЛЮМОСИЛИКАТОВ ПРИМОРСКОГО КРАЯ.....	165
<i>Н.А. Соловьева, С.Д. Хижняк, П.М. Пахомов</i> СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОЦЕНКИ ИЗМЕНЕНИЯ УРОВНЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ ОБСТАНОВКИ В ПРОМЫШЛЕННЫХ ЗОНАХ ГОРОДА ТВЕРИ НА ПРИМЕРЕ ПОДОРОЖНИКА БОЛЬШОГО ( <i>PLANTÁGO MÁJOR</i> ).....	166
<i>В.В. Сурсякова, Г.В. Бурмакина, А.И. Рубайло</i> ПОИСКОВЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА С УФ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ.....	167
<i>Э.И. Такшаитова, И.В. Косырева., С.Ю. Доронин</i> МИЦЕЛЯРНО-НАСЫЩЕННЫЕ ФАЗЫ НЕИОННЫХ ПАВ – КАК ОСНОВА СОЗДАНИЯ ТЕСТ-СРЕДСТВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ $\beta$ -НАФТОЛА В ВОДАХ.....	168
<i>И.И. Тимофеева, С.С. Тимофеев, Л.Н. Москвин, А.В. Булатов</i> АВТОМАТИЗИРОВАННОЕ МИКРОЭКСТРАКЦИОННОЕ ВЫДЕЛЕНИЕ ОФЛОКСАЦИНА ДЛЯ ЕГО ПОСЛЕДУЮЩЕГО ВЭЖХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ В ВОДЕ.....	169
<i>Б.Г. Титов, В.М. Грузнов</i> МОДЕЛИРОВАНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ГОРНЫХ ПОРОД В СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОМ НЕЙТРОН-ГАММА КАРОТАЖЕ МЕТОДОМ ВНУТРЕННЕГО СТАНДАРТА.....	170
<i>В.Д. Тихова, М.А. Баженов, Т.А. Прокопенко</i> АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ ТЕПЛИЧНЫХ ХОЗЯЙСТВ НОВОСИБИРСКОЙ ОБЛАСТИ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМОЙ.....	171
<i>И.Ю. Ткаченко</i> ОБОБЩЕННЫЕ ПОКАЗАТЕЛИ В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ: МЕТОДИЧЕСКИЕ И МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ.....	172
<i>В.В. Толмачева, В.В. Аняри, Д.И. Ярыкин, С.Г. Дмитриенко, Ю.А. Золотов</i> ОДНОВРЕМЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУЛЬФАНИЛАМИДОВ И ТЕТРАЦИКЛИНОВ В ВОДАХ МЕТОДОМ ВЭЖХ ПОСЛЕ ИХ ВЫДЕЛЕНИЯ С ПОМОЩЬЮ МАГНИТНОГО СВЕРХСШИТОГО ПОЛИСТИРОЛА.....	173
<i>И.И. Томилина, М.В. Гапеева</i> ЭКОТОКСИКОЛОГИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ЗАГРЯЗНЯЕМЫХ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ.....	174
<i>А.В. Троеглазова, Р.А. Аубакирова, С.К. Кабдрахманова, А.М. Жилкашинова</i> МЕТОДОЛОГИЯ АНАЛИЗА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ ПРОИЗВОДСТВА КАТОДНОЙ МЕДИ В ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ.....	175
<i>А.В. Трубочев, Л.В. Трубочева, С.Ю. Лоханина</i> ПРИМЕНЕНИЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ КАЧЕСТВА АНАЛИЗА И КОНТРОЛЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЯ ПИТЬЕВЫХ ВОД ПО РЯДУ ПОКАЗАТЕЛЕЙ .....	176
<i>О.А. Тютюнник., М.С. Киселева, И.В. Кубракова</i> НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ МИКРОВОЛНОВОЙ ПРОБОПОДГОТОВКИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ГЕОЭКОЛОГИЧЕСКИХ ЗАДАЧ.....	177
<i>Н.В. Ульяновский, С.А. Покрышкин, Д.С. Косяков, Д.И. Фалев</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОЗАМИНОВ В ТОРФЯНЫХ ПОЧВАХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ / ТАНДЕМНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ В СОЧЕТАНИИ С ТВЕРДОФАЗНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИЕЙ .....	178
<i>Ю.И. Фабелинский, Я.И. Симакина</i> КОМБИНИРОВАННЫЙ ПОРТАТИВНЫЙ ФОТОМЕТР .....	179
<i>В.А. Фунтиков, Н.Г. Павлова, О.М. Нефедова</i> НОВЫЕ ИНВЕРСИОННЫЕ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ИНДИКАТОРНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ....	180
<i>Е.Г. Хомутова, В.И. Орлова</i> ОПРЕДЕЛЕНИЕ РОДИЯ В ОБЪЕКТАХ ГОРОДСКОЙ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	181
<i>А.Р. Цыганкова, Т.В. Скиба, А.В. Купцов, А.И. Сапрыкин</i> КОМПЛЕКС МЕТОДОВ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА БИОСФЕРЫ РАЗЛИЧНЫХ РЕГИОНОВ СИБИРИ.....	182

<i>Е.А. Чекмарева</i> ГЕОЭКОЛОГИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ МАЛЫХ РЕК.....	183
<i>О.А. Шахнович</i> НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ «АНАЛИТИКА» - ПРОФЕССИОНАЛЬНАЯ ИНФОРМАЦИОННАЯ ПЛОЩАДКА ДЛЯ СПЕЦИАЛИСТОВ.	184
<i>А.Ю. Шишов, А.В. Булатов, Л.Н. Москвин</i> АВТОМАТИЗИРОВАННОЕ ИК- СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ ...	185
<i>А.Ю. Шишов, А.В. Булатов</i> ЗЕЛЕННЫЕ МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА БИОЛОГИЧЕСКОГО ТОПЛИВА.....	186
<i>О.А. Шпигун, А.В. Затираха, А.Д. Смоленков</i> ПРИМЕНЕНИЕ ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	187
<i>В.В. Ягов, Б.К. Зуев, А.В. Травкина, А.С. Коротков, В.И. Погонин</i> АТОМНО- ЭМИССИОННЫЙ СЕНСОР НА ОСНОВЕ РАЗРЯДА ПРИ ВСКИПАНИИ В КАНАЛЕ....	188
<i>В.В. Ягов, А.С. Коротков, Б.К. Зуев, Д.Н. Горбачева, В.И. Погонин</i> АТОМНО- ЭМИССИОННЫЙ АНАЛИЗАТОР С ИСТОЧНИКОМ НА ОСНОВЕ КАПЕЛЬНО- ИСКРОВОГО РАЗРЯДА.....	189
<i>В.В. Ягов, М.В. Ненашева, Д.А. Макеева И.В. Ягова, М.В. Королева</i> ЭЛЕКТРОХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНТНОЕ ДЕТЕКТИРОВАНИЕ АРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПРОТОЧНОМ АНАЛИЗЕ.....	190
<i>В.В. Ягов, И.В. Ягова, М.В. Ненашева, Д.А. Макеева</i> КАТОДНАЯ ЭЛЕКТРОХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ КАДМИЯ НА АЛЮМИНИЕВОМ ЭЛЕКТРОДЕ...	191
<i>Е.В. Якубенко, И.И. Черникова, Т.Н. Ермолаева</i> АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА В ВИДЕ ЛЕТУЧИХ ГИДРИДОВ В ПОЧВЕ.....	192
<i>М.А. Чиганова<sup>1</sup>, И.А. Шанин<sup>2</sup>, С.А. Еремин<sup>2</sup>, Г.М. Баренбойм<sup>1</sup></i> СОВРЕМЕННЫЕ ПОДХОДЫ В СИСТЕМЕ ВЫЯВЛЕНИЯ ЛЕКАРСТВЕННОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПРИРОДНЫХ ВОД.....	193
СОДЕРЖАНИЕ.....	194

**Х ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ  
ПО АНАЛИЗУ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ  
ЭКОАНАЛИТИКА-2016**

*Тезисы докладов*

**26 июня – 02 июля 2016 г.**

**УГЛИЧ**

Компьютерная верстка Е. А. Заботкина, И. В. Чалова

Фото на обложке В. В. Юрченко

Подписано в печать 06.06.16. Формат 60х90 1/8. Усл. печ. л. 25,5.

Тираж 400 экз. Заказ № 16156.

Отпечатано в типографии ООО «Филигрань»

150049, г. Ярославль, ул. Свободы, д. 91

pechataet@bk.ru



Эколого-аналитическая ассоциация «Экоаналитика» опирается на ведущие научные учреждения в области аналитической химии, на самых крупных специалистов по анализу объектов окружающей среды. Ассоциация имеет большой опыт работы с государственными, российскими и зарубежными организациями.

За годы существования Ассоциацией разработаны крупные научные, научно-организационные и производственные проекты в области аналитической химии.

Мероприятия, осуществляемые Ассоциацией, получают широкий отклик и во многом способствуют развитию и укреплению экологической аналитической службы.

Ассоциация является комиссией по анализу объектов окружающей среды Научного совета РАН по аналитической химии. Она тесно связана с государственными структурами, занимающимися аналитическим контролем объектов окружающей среды.

*Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды проводилась на базе:*



1994 г.

1996 г.

1998 г.

2000 г.

*Кубанский государственный университет*



2003 г.

*Санкт-Петербургский государственный университет*



2006 г.

*Самарский государственный университет*



2009 г.

*Марийский государственный университет*



2011 г.

*Архангельский государственный технический университет*



2014

*Калининградский госуд.техн. университет*



2016

*Институт биологии внутренних вод  
им. И.Д. Папанина РАН*