

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ РАН ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ
ЭКОЛОГО-АНАЛИТИЧЕСКАЯ АССОЦИАЦИЯ «ЭКОАНАЛИТИКА»**

**ИНСТИТУТ ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ
ИМ. Н.С. КУРНАКОВА РАН**

**ИНСТИТУТ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ СЕВЕРА УрО РАН
СЕВЕРНЫЙ (АРКТИЧЕСКИЙ) ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ**

**VIII Всероссийская конференция
по анализу объектов окружающей среды**

26 июня – 2 июля 2011

**«ЭКОАНАЛИТИКА-2011»
и Школа молодых ученых, посвященные 300-
летию со дня рождения М.В. Ломоносова**



**Архангельск
2011**

КОНФЕРЕНЦИЯ ПРОВОДИТСЯ ПРИ ФИНАНСОВОЙ ПОДДЕРЖКЕ:

Российского фонда фундаментальных исследований
(проект № 11-03-06028-г)

(проект № 11-03-06818-моб-г)

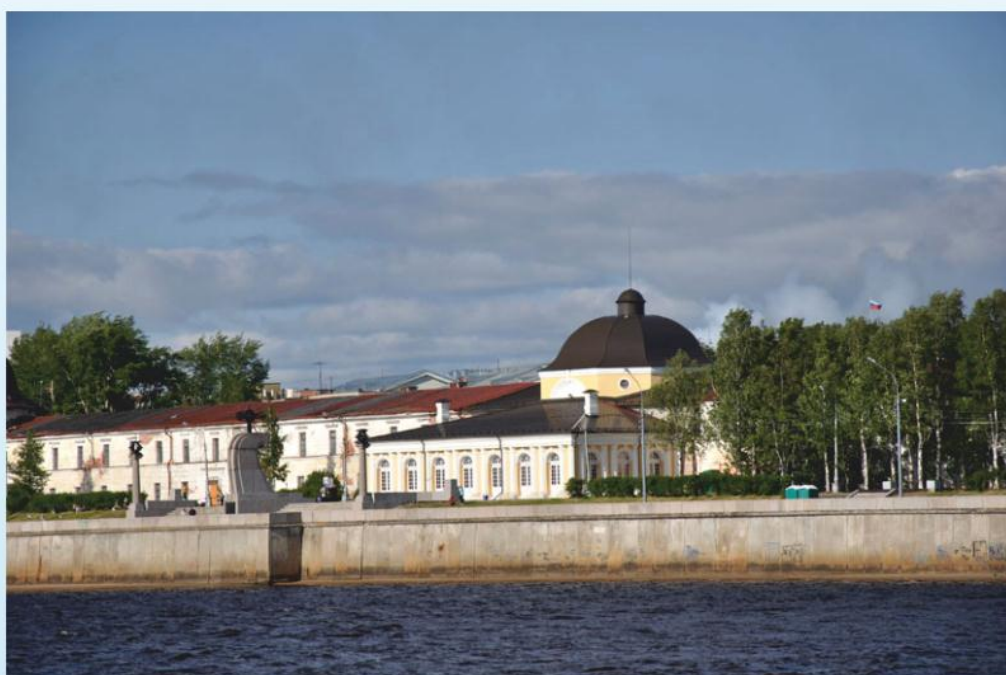
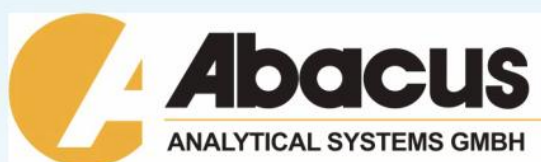
Компания “Аналит” (Санкт - Петербург)

“Abacus Analytical Systems GmbH” (Москва)

ООО “Термо Техно” (Москва)

ООО “Техноаналит” (Москва)

ЗАО “Аврора Лаб” (Москва)



СОДЕРЖАНИЕ

СЕКЦИОННЫЕ ДОКЛАДЫ

В.В. Апяри, С.Г. Дмитриенко, Ю.А. Золотов ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МИНИ-СПЕКТРОФОТОМЕТРОВ – КАЛИБРАТОРОВ МОНИТОРОВ ВМЕСТО СПЕКТРОМЕТРОВ ДИФFUЗНОГО ОТРАЖЕНИЯ	23
В.Н. Беляев, М.Ю. Петрова, Е.В. Клипп, Ю.А. Карпов ПРИОРИТЕТНЫЕ ЗАГРЯЗНИТЕЛИ ВЫБРОСОВ МУСОРОСЖИГАТЕЛЬНЫХ ЗАВОДОВ И МЕТОДЫ ИХ КОНТРОЛЯ	24
К.Г. Боголицын, Т.Ф. Личутина, М.А. Гусакова ОБОБЩЕННЫЕ ПОКАЗАТЕЛИ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ НОРМИРОВАНИЕ	25
Л.А. Валиева, А.Р. Мухаматдинова, А.Т. Магасумова, Р.М. Хатмуллина, В.И. Сафарова ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕФТЯНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ПОЧВЕ И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ	26
И.Е. Васильева, Е.В. Шабанова АНАЛИЗ ПРИРОДНЫХ И СИНТЕТИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ С ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА МЕТОДОМ ДУГОВОЙ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ	27
В.И. Вершинин АВТОМАТИЗАЦИЯ КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ПО ДУГОВЫМ СПЕКТРАМ	28
О.Е. Головин, А.М. Киселев, И.О. Конюшенко, В.М. Немец, Д.Д. Никеев, А.С. Носов ОЦЕНКА ДОСТОВЕРНОСТИ РЕЗУЛЬТАТА ПРИ ИДЕНТИФИКАЦИИ СМЕСЕЙ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ПО ОПТИЧЕСКИМ СПЕКТРАМ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАСПОЗНАВАНИЯ ОБРАЗОВ	29
Л.И. Горяева РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ПОКАЗАТЕЛЕЙ МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ПИТЬЕВОЙ, ПРИРОДНОЙ И ОЧИЩЕННОЙ СТОЧНОЙ ВОДЫ	30
И.Ю. Горячева ИММУНОХИМИЧЕСКИЕ ТЕСТ-МЕТОДЫ ДЛЯ КАЧЕСТВЕННОГО И КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ	31
А.А. Гречников, А.Е. Кубасов, А.В. Пенто, С.С. Алимпиев ЛАЗЕРНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ И БИООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПРИРОДНЫХ СРЕДАХ	32
И.Л.Гринштейн АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ И ИСПЫТАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ ШИМАДЗУ	33
В.М. Грузнов ПОЛЕВОЙ ЭКОЛОГИЧЕСКИЙ ГАЗОАНАЛИТИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ	34
Б.Б. Дзантиев ИММУНОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕХНОГЕННЫХ НАНОЧАСТИЦ И ТОКСИЧНЫХ ВЕЩЕСТВ	35
Н.А. Дудина АВТОМАТИЧЕСКИЙ ХИМИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД	36

В.П. Колотов, В.И. Широкова, М.В. Аленина, И.Н. Киселева, А.В. Садовников ТЕРМИНОЛОГИЯ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ: РАЗРАБОТКА ИНТЕГРИРОВАННОГО ОНТОЛОГИЧЕСКОГО ЭЛЕКТРОННОГО РЕСУРСА ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ.....	37
А.Д. Кондратьев ОРГАНИЗАЦИЯ МЕРОПРИЯТИЙ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ В РП ОЧ РН С УЧЕТОМ ЗАКОНА «О РАЙОНАХ ПАДЕНИЯ КОСМИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ»	38
М.И. Косткина, М.Н. Ахунова АВТОМАТИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ УСКОРЕННОЙ ПРОБОПОДГОТОВКИ В ЭКОЛОГИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ.....	39
А.И. Крылов АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ СИСТЕМ КОНТРОЛЯ И МОНИТОРИНГА ЗАГРЯЗНЕНИЙ ВОЗДУХА.....	40
В.А. Крылов, А.В. Крылов, П.В. Мосягин, Л.В. Бочкарева, Ю.О. Маткивская СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ МИКРОЭКСТРАКЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ТОКСИКАНТОВ.....	41
Н.К. Куцева, А.В. Карташова, А.В. Чамаев НОРМАТИВНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ВОДЫ	42
М.И. Лунёв АГРОЭКОЛОГИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ УГОДИЙ: КОНТРОЛЬ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЧВ.....	43
В.Н. Майстренко, А.В. Сидельников ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ ТИПА «ЭЛЕКТРОННЫЙ ЯЗЫК» ДЛЯ ЭКСПРЕСС- ИДЕНТИФИКАЦИИ СОСТАВА И ПРИРОДЫ СТОЧНЫХ ВОД	44
Б.Л. Мильман ХИМИЧЕСКАЯ ИДЕНТИФИКАЦИЯ В ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ.....	45
Ю.В. Нартова, С.А. Еремин, Т.Н. Ермолаева ПЬЕЗОКВАРЦЕВЫЙ ИММУНОСЕНСОРА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛДРИНА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	46
Т.С. Папина, С.С. Эйрих ОПРЕДЕЛЕНИЕ УЛЬТРАНИЗКИХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВЕЩЕСТВ ПРИ ПАЛЕОКЛИМАТИЧЕСКИХ И ПАЛЕОЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ЛЕДНИКОВЫХ КЕРНОВ (ПРОБЛЕМЫ, ОСОБЕННОСТИ, ПЕРСПЕКТИВЫ).....	47
Л.Д. Раднаева, Г.А. Осипов ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОБЪЕКТОВ ЭКОСИСТЕМЫ ОЗ. БАЙКАЛ.....	48
А.Г. Ревенко ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА ПРИ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ	49
О.В. Родинков, Л.Н. Москвин ХРОМАТОМЕМБРАННАЯ ЖИДКОСТНАЯ АБСОРБЦИЯ В АНАЛИЗЕ ВОЗДУХА	50
Рыбакова Е.В. ПРИМЕНЕНИЕ КАПИЛЛЯРНОЙ ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИЗЕ ВОД.	51
И.В. Рыбальченко, Н.В. Комарова УСПЕХИ И ПРОБЛЕМЫ ФОРМИРОВАНИЯ МЕТОДИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	52

Р.З. Сафиева, В.М. Филатов, А.П. Янгузова РАЗРАБОТКА МНОГОМЕРНЫХ МЕТОДИК ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА РОССИЙСКИХ НЕФТЕЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА БЛИЖНЕЙ ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ	53
М.А. Статкус РАЗРАБОТКА ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ МЕТОДОВ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НОВЫХ ПРИЕМОМ СОРБЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ВЕЩЕСТВ	54
А.Ф. Троянская ЭКОЛОГО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ И МОНИТОРИНГ СОЗ В ЦЕЛЯХ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ НА СОВРЕМЕННОМ ЭТАПЕ МОДЕРНИЗАЦИИ В ЛЕСОПРОМЫШЛЕННОМ КОМПЛЕКСЕ НА СЕВЕРО-ЗАПАДЕ РФ	55
О.А. Тютюнник, М.Л. Гецина, Е.С. Торопченнова, И.В. Кубракова МИКРОВОЛНОВАЯ ПРОБОПОДГОТОВКА ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТОВ К ОПРЕДЕЛЕНИЮ РУТИ И ДРУГИХ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ МЕТОДАМИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ	56
П.С. Федотов ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДОВ ВЕЩЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ОЦЕНКИ БИОЛОГИЧЕСКОЙ ДОСТУПНОСТИ СЛЕДОВ ЭЛЕМЕНТОВ И ТОКСИЧНЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	57
А.А. Шелепчиков, Е.С. Бродский, Д.Б. Фешин ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ В ВОЗДУХЕ В УСЛОВИЯХ ТРОПИКОВ МЕТОДОМ ПАССИВНОГО ОТБОРА ПРОБ	58
Н.М. Щеголькова БИОТЕСТЫ: СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ	59
С.Н. Яшкин ИССЛЕДОВАНИЕ СОРБЦИИ КАРКАСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В УСЛОВИЯХ ГАЗОВОЙ И ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	60
СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ	
Е.М. Адамова, В.М. Иванов СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ И ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ УЛЬТРАКАИНА БРОМФЕНОЛОВЫМ СИНИМ	62
Т.А. Адамович, Т.О. Смирнова, Т.Я. Ашихмина МЕТОДЫ АЭРОКОСМИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА В ОЦЕНКЕ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ТЕХНОГЕННО-НАРУШЕННЫХ ТЕРРИТОРИЙ НА ПРИМЕРЕ КИРОВО-ЧЕПЕЦКОГО ХИМИЧЕСКОГО КОМБИНАТА	63
Н.В. Алешина, М.С. Черновьянц КИНЕТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИОАМИДОВ НА ОСНОВЕ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ПЯТИЧЛЕННЫХ ГЕТЕРОЦИКЛОВ	64
Н.А. Амирханова, Л.И. Трубникова, Р.С. Исламова МЕТОД ПРОБООТБОРА И ОЦЕНКА СОДЕРЖАНИЯ ХРОМА (IV) В ВОЗДУХЕ СТАНКА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ХРОМСОДЕРЖАЩИХ СПЛАВОВ	65
А.А. Амосов, О.В. Прохоркина, А.И. Горшков, Е.Е. Щербаков ИСПЫТАНИЯ АНАЛИЗАТОРОВ АКПМ И АВП ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В СИСТЕМАХ КОНТРОЛЯ ВОДНЫХ И ГАЗОВЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СРЕД ЯЭУ	66
С.В. Андреев, В.А. Кутвицкий, О.В. Сорокина, Л.П. Маслов, М.С. Голованова, К.А. Карпенко ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА ОКСИДНЫХ ВИСМУТСОДЕРЖАЩИХ СЕНСОРНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ, ИСПОЛЪЗУЕМЫХ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ	67

Л.Д. Андрулайтис, О.С. Рязанцева К ВОПРОСУ О ДОСТОВЕРНОСТИ АНАЛИЗА РТУТИ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ	68
Т.В. Антонова СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИМЕРНЫХ ФЛОКУЛЯНТОВ В ВОДАХ.....	69
Н.К. Бабенко, Д.Л. Котова, Т.А. Крысанова, А.С. Чирятьев, С.Н. Николаева ОЦЕНКА ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД НА ТЕРРИТОРИИ ПУРОВСКОГО РАЙОНА	70
С.С. Бабкина, И.В. Росин, А.Г. Горюнова МОНИТОРИНГ КАЧЕСТВА ВОДЫ МОСКВОРЕЦКОГО ВОДОИСТОЧНИКА И ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ЕЕ ЗАГРЯЗНЕНИЯ	71
С.В. Базарсадуева, В.В. Тараскин ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ДОННЫХ ОРГАНИЗМОВ КАК БИОИНДИКАТОРОВ СОСТОЯНИЯ ЭКОСИСТЕМЫ ОЗ. БАЙКАЛ.....	72
Н.В. Баранова, Л.К. Неудачина, А.В. Пестов, В.А. Старцев НОВЫЕ ПОЛИМЕРНЫЕ ХЕЛАТНЫЕ СОРБЕНТЫ ДЛЯ СОРБЦИОННО- СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ.....	73
З.Л. Баскин АКТИВНЫЙ И ПАССИВНЫЙ НЕПРЕРЫВНЫЙ СОРБЦИОННЫЙ ПРОБООТБОР В ЭКОЛОГО- АНАЛИТИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ	74
З.Л. Баскин НЕПРЕРЫВНЫЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ ЭКОЛОГО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ВОЗДУХА	75
З.Л. Баскин ПРОМЫШЛЕННЫЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ СОСТАВА, РАСХОДА И КОЛИЧЕСТВА ВЫБРОСНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ГАЗОВ.....	76
А.Е. Бахур, М.Л. Нозик, Т.М. Овсянникова, Л.И. Мануилова НЕФТЕГАЗОВЫЙ КОМПЛЕКС: ПРОБЛЕМЫ РАДИОЭКОЛОГИИ И ПУТИ ИХ РЕШЕНИЯ	77
В.Г. Березкин, А.В. Чаусов ПРИМЕНЕНИЕ ФРОНТАЛЬНО-ВЫТЭСНИТЕЛЬНО-ЭЛЮЭНТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В ТСХ ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ПРИМЕСЕЙ	78
Т.А. Бланк, Л.П. Экспериандова, О.Б. Радченко, О.А. Запорожец СРАВНЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ВАРИАНТОВ ТИТРИМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА К. ФИШЕРА, ОТЛИЧАЮЩИХСЯ РАЗНЫМИ СПОСОБАМИ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ.....	79
А.Я. Болсуновский, А.И. Сапрыкин, А.М. Жижаяев, СВ. Палесский, А.Г. Дегерменджи ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ УРАНА В БАССЕЙНЕ РЕКИ ЕНИСЕЙ В ЗОНЕ ВЛИЯНИЯ ПРЕДПРИЯТИЙ РОСАТОМА	80
Т.С. Большунова СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МЕТОДОВ ИСП-МС И АЭС ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ СНЕГОТАЛОЙ ВОДЫ РАЙОНОВ НЕФТЕДОБЫВАЮЩЕГО КОМПЛЕКСА.....	81
А.В. Булатов, А.Л. Москвин ЦИКЛИЧЕСКИЙ ИНЖЕКЦИОННЫЙ АНАЛИЗ ПРИРОДНЫХ ГАЗООБРАЗНЫХ СРЕД.....	82
Д.А. Бурмыкин, Д.А. Чепелянский, А.И. Ревельский, И.А. Ревельский СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СРЕДНЕЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ, ОСНОВАННЫЙ НА ИХ ВЫДЕЛЕНИИ В КАПИЛЛЯРНЫХ КОЛОНКАХ И ГХ/МС АНАЛИЗЕ КОНЦЕНТРАТА.....	83

И.В. Бурькин, М.С. Черновьянц, А.А. Лесина РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ КАПИЛЛЯРНО-ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ 5-ЭТОКСИ-2-[2-(МОРФОЛИНО)-ЭТИЛТИО]БЕНЗИМИДАЗОЛА.....	84
И.А. Буряков, В.Т. Мацаев, О.Ю. Пыхтеев ВЗАИМОСВЯЗЬ ОСНОВНЫХ АНАЛИТИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ СПЕКТРОМЕТРОВ ИОННОЙ ПОДВИЖНОСТИ.....	85
Н.А. Бызова, А.Е. Урусов, Е.А. Зверева, А.В. Жердев, Б.Б. Дзантиев ИММУНОХРОМАТОГРАФИЯ – ЭКСПРЕССНЫЙ МЕТОД ДЕТЕКЦИИ НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	86
И.Н. Ваганов, Б.В. Фунтиков, А.П. Трофимов, И.Г. Спиридонов РАЦИОНАЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС ПРИРОДНЫХ СОРБЕНТОВ ДЛЯ ОЧИСТКИ ПОЧВ, ГРУНТОВ И АКВАТОРИЙ ОТ РАЗЛИВОВ И ПЛЕНОК НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ.....	87
Р.С. Василевич ВЛИЯНИЕ КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ РТУТИ С ГУМИНОВЫМИ КИСЛОТАМИ НА ЕЕ МИГРАЦИОННУЮ СПОСОБНОСТЬ В ПОЧВАХ СЕВЕРО-ВОСТОКА ЕВРОПЕЙСКОЙ ТЕРРИТОРИИ РОССИИ	88
А.И. Васильева, Л.И. Кантор, И.А. Мельницкий, Н.В. Труханова ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПИРЕТРОИДОВ В ВОДЕ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.....	89
С.М. Васина, Д.М. Аронбаев, Б.Д. Кабулов ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ ДЛЯ НЕПРЕРЫВНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕКИСЛОГО ГАЗА В АТМОСФЕРЕ.....	90
А.В. Вельямидова, А.Ф. Троянская СТОЙКИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ ЗАГРЯЗНИТЕЛИ В ДОННЫХ ОСАДКАХ ПРЕСНОВОДНЫХ ОЗЕР НА СЕВЕРО-ЗАПАДЕ РОССИИ.....	91
В.А. Вешняков, И.М. Бабкин, Ю.Г. Хабаров, О.С. Бровко ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТОВ И НИТРАТОВ С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ.....	92
О.М. Вилкова, В.В. Якшин ОПЫТ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АЭС-ИСП В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И РАСТВОРОВ ПОДЗЕМНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ.....	93
Л.А. Волкова, Н.А. Ермакова К ВОПРОСУ О ПРИЧИНАХ ВОЗНИКНОВЕНИЯ СИСТЕМАТИЧЕСКОЙ ПОГРЕШНОСТИ ПРИ ХИМИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ	94
М.А Волкова., А.Н. Недугов., А.В. Нечаева, А.В. Кайсин ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ КОМПОНЕНТОВ, ВХОДЯЩИХ В СОСТАВ АЛЮМОКРЕМНИЕВЫХ ФЛОКУЛЯНТОВ – КОАГУЛЯНТОВ, НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ВОДОПОДГОТОВКИ И ВОДООЧИСТКИ.....	95
М.Ю. Воробьева, И.В. Роговая, С.В. Моржухина, Б.К. Зуев ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ОКСИТЕРМОГРАФИИ В РЕШЕНИИ ЗАДАЧ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ ГИДРОХИМИИ.....	96
С.С. Воронич, А.З. Разяпов, А.П. Скибарко, А.Г. Хлопаев СОДЕРЖАНИЕ И ХАРАКТЕР РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В ПОЧВАХ РАЗЛИЧНЫХ ЗОН НА ТЕРРИТОРИИ МОСКВЫ.....	97
О.Н. Воронцова, Н.М. Кокрятская СОСТАВ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ОЗЕРА МАСЕЛЪГСКОГО (КЕНОЗЕРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ПАРК, АРХАНГЕЛЬСКАЯ ОБЛАСТЬ).....	98

Н.А. Гаврилова, М.А. Гусакова, К.Г. Боголицын ИНТЕГРАЛЬНЫЙ ХАРАКТЕР ПАРАМЕТРА ХПК (НА ПРИМЕРЕ СТОЧНЫХ ВОД ПРОИЗВОДСТВА КОМПЛЕКСНОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ДРЕВЕСИНЫ)	99
И.Р. Галинуров, А.М. Сафаров, В.И. Сафарова, Т.П. Смирнова К ВОПРОСУ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КЛАССА ОПАСНОСТИ ШЛАМОВ ОТРАБОТАННЫХ БУРОВЫХ РАСТВОРОВ НАКЛОННОГО БУРЕНИЯ	100
О.Б. Гонтарь, Е.А. Святковская, Н.Н. Тростенюк СОСТОЯНИЕ ДРЕВЕСНЫХ ИНТРОДУЦЕНТОВ НА УРБАНИЗИРОВАННЫХ ТЕРРИТОРИЯХ КОЛЬСКОГО СЕВЕРА	101
И.Л. Гринштейн, Т.Э. Елтышева, А.М. Захарова ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ И ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	102
И.Л. Гринштейн, Т.Э. Елтышева, А.С. Землянкина ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ	103
И.В. Груздев, М.В. Филиппова, И.М. Кузиванов, Б.М. Кондратенко ДВУХСТАДИЙНАЯ ХИМИЧЕСКАЯ МОДИФИКАЦИЯ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ГИДРОФИЛЬНЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДНЫХ СРЕДАХ МЕТОДОМ ГХ-ДЭЗ/МС	104
И.В. Груздев, М.В. Филиппова, И.Г. Зенкевич ИДЕНТИФИКАЦИЯ АНИЛИНА И ЕГО ГАЛОГЕНПРОИЗВОДНЫХ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ ИНДЕКСАМ УДЕРЖИВАНИЯ	105
И.В. Гуляев, Д.А. Чепелянский, А.И. Ревельский, И.А. Ревельский РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ПРОЦЕССЕ КАПИЛЛЯРНОЙ ХРОМАДИСТИЛЛЯЦИИ	106
Т.Н. Гуничева, М.В. Пастухов РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ NA, MG, AL, SI, P, S, CL, K, CA, MN, FE, NI, CU, ZN, RB, SR И ZR В ТКАНЯХ РЫБ. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ	107
Т.Н. Гуничева, И.Е. Васильева ИЗУЧЕНИЕ ОДНОРОДНОСТИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ В МАТЕРИАЛЕ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА МЫШЕЧНОЙ ТКАНИ БАЙКАЛЬСКОГО ОКУНЯ БОК-2 МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА	108
Ю.М. Дедков, П.С. Шашкина СРАВНЕНИЕ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ РАЗЛИЧНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ КАК СОРБЕНТОВ	109
С.Г. Дмитриенко, П.А. Волков, В.В. Аяри, Ю.А. Золотов ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИГЕКСАМЕТИЛЕНГУАНИДИНА ГИДРОХЛОРИДА («БИОПАГ-Д») В ВОДАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАНОЧАСТИЦ ЗОЛОТА И ПЕНОПОЛИУРЕТАНА	110
Ю.Н. Дубров, В.Н. Смирнов, С.Ю. Семенов, Е.А. Белинская, К.В. Алибекова ИДЕНТИФИКАЦИЯ И АНАЛИЗ ПОЛИБРОМИРОВАННЫХ СОЗ МЕТОДОМ ГХ-МС	111
Л.Е. Дулов УЛУЧШЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ НЕИЗВЕСТНЫХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВОЙНОЙ ГРАДИЕНТНОЙ ВЭЖХ С ДЕТЕКТОРОМ ЗАРЯЖЕННОГО АЭРОЗОЛЯ	112
Л.А. Духова, О.Н. Лукьянова, С.В. Радченко ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЧЕВИНЫ В МОРСКОЙ ВОДЕ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ КОМПЛЕКСНЫХ ГИДРОХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ	113

М.И. Евгеньев, И.И. Евгеньева, Н.Г. Николаева, С.Ю. Мамыкина АНАЛИТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПАССИВНОГО ПРОБООТБОРНИКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОКСИКАНТОВ В ВОЗДУХЕ	114
Е.В. Елипашева, П.Н. Куликов, Г.М. Сергеев МОНИТОРИНГ ЭКОТОКСИКАНТОВ И БИОГЕНОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ: ГИДРОХИМИЧЕСКАЯ СИТУАЦИЯ И ПРОГНОЗНЫЕ РЕШЕНИЯ	115
Е.В. Елсуфьев, В.Н. Лосев СОРБЦИОННО-ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АПАВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КРЕМНЕЗЕМА, МОДИФИЦИРОВАННОГО ПОЛИ-(4,9-ДИОКСАДОДЕКАН)ГУАНИДИНОМ	116
З.А. Жаковская, Л.О. Хорошко, В.Н. Петрова, Д.А. Субетто, В.А. Никифоров УРОВНИ И КОНГЕНЕРНЫЕ ПРОФИЛИ ПХДД/ПХДФ В ДАТИРОВАННЫХ ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ОЗ. ЛЕСНОЕ (СОЛОВЕЦКИЕ ОСТРОВА, БЕЛОЕ МОРЕ)	117
С.А. Загородникова, В.А. Загородникова, Е.Г. Хомутова, О.И. Останина МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННОГО ТЕСТ-МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ РОДИЯ	118
С.А. Загородникова, В.А. Загородникова, Е.Г. Хомутова, Н.А. Мальцева, О.И. Останина РАЗРАБОТКА ТЕСТ-МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ РУТЕНИЯ	119
С.А. Загородникова, В.А. Загородникова, Е.Г. Хомутова, О.И. Останина МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА ТЕСТ-МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ ОСНОВАННЫХ НА КАТАЛИТИЧЕСКИХ РЕАКЦИЯХ	120
Н.К. Зайцев, С.В. Шорин, В.В. Юрицын ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУММАРНЫХ ПАРАМЕТРОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	121
П.М. Зайцев, Д.В. Красный, К.В. Сурмелева ИНВЕРСИОННО-ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛИБДЕНА (VI) В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ	122
Н.П. Заксас, В.А. Герасимов, А.И. Сапрыкин АНАЛИЗ БИОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХСТРУЙНОЙ ДУГОВОЙ ПЛАЗМЫ.....	123
М.А. Запечалов, И.В. Семенова, В.А. Сурнин, Н.Н. Лукьянова, А.А. Макаренко, Д.Г. Левшин КОМПЛЕКСНОЕ ОБСЛЕДОВАНИЕ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ В РАЙОНЕ СТРОИТЕЛЬСТВА ОЛИМПИЙСКИХ ОБЪЕКТОВ «СОЧИ-2014».....	124
А.В. Загираха, А.Д. Смоленков, О.А. Шпигун НОВЫЕ АНИОНООБМЕННИКИ С ПОВЫШЕННОЙ ГИДРОФИЛЬНОСТЬЮ ДЛЯ ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	125
С.Б. Заякина, Г.Н. Аношин, Б.Л. Щербов, В.А. Лабусов, А.Н. Путьмаков СОВРЕМЕННЫЙ АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ	126
Ю.А. Зольников, Ю.Ю. Петрова СОРБЦИОННО-КАТАЛИТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ(II) В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ В СОЧЕТАНИИ С ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ.....	127
В.М. Иванов, Т.О. Самарина, В.Н. Фигуровская СОРБЦИОННО-ОПТИЧЕСКОЕ И ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ(II) НИТРОЗО-Р- СОЛЮ В ВИДЕ ИОННОГО АССОЦИАТА С ПАВ.....	128
Е.М. Игумнова, В.А. Никифоров, Т. Васког, Э Енсен ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ Н-ПЕРФТОРАЛКАНКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ В ВОДНЫХ ОБРАЗЦАХ.....	129

В.А. Капитанов, А.И. Карапузиков, В.П. Мамышев, Ш.Ш. Набиев, С.Л. Одинцов, Ю.Н. Пономарев, И.В. Шерстов, А.В. Володин, Д.А. Болясов ДИСТАНЦИОННАЯ ДИАГНОСТИКА ЭКОЛОГИЧЕСКИ ОПАСНЫХ ВЕЩЕСТВ В АТМОСФЕРЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОПТИКО-АКУСТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ.....	130
Д.Э. Каптур, Н.С. Осин, Н.П. Ивановская, Н.В. Васильев ПОЛУЧЕНИЕ МАРКЕРА РЯДА ТРИАМИНОДИЭТИЛЕНУКСУСНЫХ КИСЛОТ ДЛЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО ИММУНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА БИОПАТОГЕНОВ.....	131
Д.В. Капустин, С.А. Солнцев, К.О. Нагорнов, В.И. Капустин МНОГОПАРАМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД МОНИТОРИНГА ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ	132
И.В. Каранди, Д.Х. Китаева, М.М. Бузланова АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ.....	133
А.И. Карапузиков, Ш.Ш. Набиев, К.Г. Зенов, И.В. Шерстов, А.В. Володин, Д.А. Болясов, А.М. Бабаков ЛАЗЕРНЫЙ ОПТИКО-АКУСТИЧЕСКИЙ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗАТОР ПАРОВ ОПАСНЫХ ВЕЩЕСТВ В АТМОСФЕРЕ	134
В.Г. Катанаева, А.В. Селянин ОЦЕНКА СОДЕРЖАНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В СОЛЕННЫХ ОЗЕРАХ ПРИИШИМЬЯ	135
С.Ю. Кельина, Д.О. Цымбал, Ю.М. Дедков ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ФОТОКАТАЛИТИЧЕСКОГО ОКИСЛЕНИЯ В СИСТЕМЕ УФ-НАНО- $TiO_2-K_2Cr_2O_7$ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ХПК.....	136
Г.П. Киселев, А.В. Пучков, В.В. Крячюнас И.М. Киселева АНАЛИЗ РАДОНА-222 НА ТЕРРИТОРИИ АРХАНГЕЛЬСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОЙ АГЛОМЕРАЦИИ	137
Д.Х. Китаева, И.В. Каранди, М.М. Бузланова ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСИ МЕТАНОЛА В СТЕКЛООМЫВАЮЩИХ ЖИДКОСТЯХ ДЛЯ АВТОМОБИЛЕЙ МЕТОДОМ ПЕРЕМЕННОТОКОВОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ.....	138
В.В. Коковкин, В.Ф. Рапута, Е.В. Полякова, О.В. Шуваева, А.А. Юдина ПРИМЕНЕНИЕ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ АНИОНОВ В ПРОБАХ СНЕГОТАЛЫХ ВОД	139
В.В. Коковкин, В.Ф. Рапута МОНИТОРИНГ АНТРОПОГЕННЫХ ИСТОЧНИКОВ ПО СОСТАВУ СНЕЖНОГО ПОКРОВА.....	140
Г.М. Колесов НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ АЭРОЗОЛЕЙ КАК ПОКАЗАТЕЛЕЙ СОСТОЯНИЯ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ И ИСТОЧНИКА ЕЕ ЗАГРЯЗНЕНИЙ	141
А.А. Колотвин ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕРЕФТАЛЕВОЙ, ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТ И СУЛЬФИРОВАННЫХ ПРОИЗВОДНЫХ БЕНЗИДИНА В ВОДЕ МЕТОДОМ ИОН-ПАРНОЙ ВЭЖХ.....	142
А.А. Колотвин ОПРЕДЕЛЕНИЕ В ВОДНЫХ СРЕДАХ СУЛЬФИРОВАННЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ЛИНЕЙНЫХ П-ТЕРФЕНИЛСУЛЬФОНА, П-КВАТЕРФЕНИЛСУЛЬФОНА И П-СЕКСИФЕНИЛСУЛЬФОНА МЕТОДОМ ВЭЖХ	143
Н.В. Комарова, С.С. Софронова ШИРОКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДА КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ДЛЯ АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	144

А.О. Кондраков, Ф.Х. Фриммель, И.А. Ревельский РАЗРАБОТКА СПОСОБА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЛЕГУЧИХ ПРОДУКТОВ ДЕЗИНФЕКЦИИ В ВОДЕ ПЛАВАТЕЛЬНЫХ БАССЕЙНОВ, ОСНОВАННОГО НА СОЧЕТАНИИ МЕТОДОВ ТВЁРДОФАЗНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИИ И ГАЗОВОЙ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ.....	145
В.Д. Корж МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ГИДРОСФЕРЫ КАК ОТКРЫТОЙ ДИНАМИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ	146
Е.М. Коробова, Э.М. Седых, Н.В. Корсакова, Н.П. Старшинова, Л.В. Кригман, В.Ю. Березкин О ХИМИЧЕСКОМ СОСТАВЕ ПИТЬЕВЫХ ВОД БРЯНСКОЙ ОБЛАСТИ И СОДЕРЖАНИИ В НИХ ЙОДА	147
Е.Н. Коротаяева, Л.И. Торопов ТЯЖЕЛЫЕ МЕТАЛЛЫ В СНЕЖНОМ ПОКРОВЕ Г. ПЕРМИ	148
Л.А. Костерева, А.В. Мозжухин, А.Л. Москвин, Е.В. Телегина ПРОТОЧНО-ИНЖЕКЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММЫ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ С ПОМОЩЬЮ РЕАКТИВА ПАР	149
Л.А. Костерева, А.В. Мозжухин, А.Л. Москвин, Е.В. Телегина ПРОТОЧНО-ИНЖЕКЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММЫ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ С ПОМОЩЬЮ РЕАКТИВА ДИТИЗОН.....	150
Т.С. Кострюкова, Н.С. Осин, Н.П. Ивановская, Д.В. Романов, Н.В. Васильев НОВЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ РЕАГЕНТЫ И МЕТОДЫ ИММУНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО ЭКОЛОГИЧЕСКОГО АНАЛИЗА.....	151
Д.А. Крамер, И.О. Тихонова ОЦЕНКА ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ МАЛЫХ РЕК.....	152
П.П. Кречетов, Т.В. Королева, О.В. Черницова МЕТОДОЛОГИЯ МОНИТОРИНГА СОСТОЯНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ В РАЙОНАХ ПАДЕНИЯ ОТДЕЛЯЮЩИХСЯ ЧАСТЕЙ РАКЕТ-НОСИТЕЛЕЙ.....	153
В.А. Крылов, А.В. Крылов, Л.В. Бочкарева, О.Ю. Чернова, Л.Б.Нуштаева МИКРОЭКСТРАКЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ ТОКСИКАНТОВ ИЗ ВОДЫ С ДИСПЕРГИРОВАНИЕМ «ЛЕГКИХ» ЭКСТРАГЕНТОВ.....	154
Т.Н. Кувичкина, А.Н. Решетиллов ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ С ПОМОЩЬЮ БИОСЕНСОРОВ НА ОСНОВЕ БАКТЕРИАЛЬНЫХ И ДРОЖЖЕВЫХ КУЛЬТУР.....	155
М.И. Кузьмин, Е.Н. Тарасова, А.А. Мамонтов, Е.А. Мамонтова, Е.Черняев, З. Амирова ДИОКСИНЫ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ЮЖНОГО БАЙКАЛА, ОТОБРАННЫХ НА ПОДВОДНЫХ АППАРАТАХ «МИР 2».....	156
Н.К. Куцева, А.В. Карташова, А.В. Чамаев МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ВОДЫ.....	157
Е.А. Лавринович, А.Н. Могилевский, А.П. Новиков, Ю.И. Фабелинский ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ НЕПТУНИЯ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ.....	158
Н.В. Лакиза, Л.К. Неудачина, Ю.Г. Ятлук ИЗВЛЕЧЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ.....	159
А.С. Лапина, Г.И. Маринина, М.С. Васильева ЭЛЕКТРОАНАЛИТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОЧНОГО ОКСИДНОГО РУТЕНИЕВО-ТИТАНОВОГО ЭЛЕКТРОДА	160
С.В. Лапшина, Р.А. Сафьянова, Е.Е. Бобрешова, Г.С. Ананьева ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИЭТАНОЛАМИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ С ДРУГИМИ АЛКИЛАМИНАМИ	161

Н.С. Ларина, Н.А. Шелпакова, Г.А. Меркушина, Ю.Н. Короткова ФОРМЫ НАХОЖДЕНИЯ НЕКОТОРЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ВЕРХОВЫХ ТОРФЯНИКАХ.....	162
Н.С. Ларина, С.С. Масленникова, С.Г. Беспоместных ДОННЫЕ ОТЛОЖЕНИЯ КАК ОБЪЕКТ МОНИТОРИНГА СОСТОЯНИЯ ВОДОЕМА.....	163
В.Н. Леднев, С.М. Першин ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ ЛАЗЕРНОГО ПУЧКА НА АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СПЕКТРОСКОПИИ ЛАЗЕРНО-ИНДУЦИРОВАННОЙ ПЛАЗМЫ	164
А.В. Леднева, А.И. Ревельский, Д.А. Чепелянский, А.С. Самохин, Д.А. Бурмыкин И.А. Ревельский НОВЫЙ ПОДХОД К БЫСТРОЙ ИДЕНТИФИКАЦИИ ПЕСТИЦИДОВ В СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПРОДУКЦИИ, ОСНОВАННЫЙ НА ИСПОЛЬЗОВАНИИ БАЗЫ ДАННЫХ ПО БРУТТО-ФОРМУЛАМ ПЕСТИЦИДОВ И ОПРЕДЕЛЕНИИ ТАКИХ ЭЛЕМЕНТОВ, КАК ГАЛОГЕНЫ, ФОСФОР И СЕРА.....	165
А.В. Леднева, М.В. Федосеева, А.В. Облезова, А.И. Ревельский, Д.А. Чепелянский И.А. Ревельский БЫСТРЫЙ СКРИНИНГ ПРОБ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ НА СОДЕРЖАНИЕ ГАЛОГЕН- И СЕРОСОДЕРЖАЩИХ ПЕСТИЦИДОВ	166
С.В. Леонтьева, И.Н. Галяутдинова, Р.А. Черкасов, А.Р. Гарифзянов ЖИДКОСТНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ НЕКОТОРЫХ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ АМИНОМЕТИЛФОСФИНОКСИДАМИ.....	167
Л.П. Логинова, Е.А. Решетняк, О.Ю. Коновалова, Н.А. Никитина, Н.В. Светлова ИНДИКАТОРНЫЕ ПЛЕНКИ НА ОСНОВЕ РЕАГЕНТОВ, ИММОБИЛИЗОВАННЫХ В ОТВЕРЖДЕННОМ ЖЕЛАТИНОВОМ ГЕЛЕ.....	168
Л.П. Логинова, Н.А. Никитина ОБ ОПЫТЕ ПРЕПОДАВАНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ «ЭКОАНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ» ДЛЯ СТУДЕНТОВ-МАГИСТРОВ.....	169
Е.Г. Локтионова, Ю.М. Дедков, А.М. Пучкова ИЗУЧЕНИЕ СОСТОЯНИЯ АКВАТОРИИ ПЛЯЖЕЙ Г. АСТРАХАНИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ САНИТАРНО-ГИГИЕНИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ	170
В.Н. Лосев, Ю.Д. Макаренко СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЕБРА(I) С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КРЕМНЕЗЕМА, ХИМИЧЕСКИ МОДИФИЦИРОВАННОГО ДИТИОКАРБАМИНАТНЫМИ ГРУППАМИ, И ДИТИЗОНА.....	171
В.Н. Лосев, С.И. Метелица рН -ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ ДЛЯ ДАТЧИКОВ НЕПРЕРЫВНОГО ДЕЙСТВИЯ В АНАЛИЗЕ ПРИРОДНЫХ ВОД.....	172
В.Н. Лосев, С.Л. Дидух, А.К.Трофимчук КРЕМНЕЗЕМЫ, ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНО МОДИФИЦИРОВАННЫЕ ПОЛИГЕКСАМЕТИЛЕНГУАНИДИНОМ И ПРОИЗВОДНЫМИ НИТРОЗО-НАФТОЛОВ, ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА.....	173
А.П. Лужецкая, Е.С. Наговицына, В.С. Поддубный, Ю.И. Маркелов, С.А. Береснев, С.Ю Горда, С.М. Сакерин, В.N. Holben, A.V. Smirnov ОСОБЕННОСТИ ОПТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АТМОСФЕРНОГО АЭРОЗОЛЯ НА СРЕДНЕМ УРАЛЕ.....	174
А.Т. Магасумова, Р.М. Хатмуллина, В.И. Сафарова, Г.Ф. Шайдулина, Е.В. Фатьянова ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ НА «ФЕНОЛЬНЫЙ ИНДЕКС».....	175
Н.В. Мазняк, В.Н. Лосев, А.П. Морозова ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЕ АТОМНО-АДСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЕБРА В БИОЛОГИЧЕСКИХ ДОБАВКАХ, ПИТЬЕВЫХ И МИНЕРАЛЬНЫХ ВОДАХ	176

И.И. Малахова, В.Д. Красиков ВОЗМОЖНОСТИ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИЗЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	177
Н.А. Малахова, Е.В. Викулова, Л.И. Колядина, Н.Ю. Стожко, С.Ю. Сараева, Х.З. Брайнина ЭКСПРЕССНЫЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ФОРМ МЫШЬЯКА (III) И (V).....	178
И.Н. Маликова, Г.Н. Аношин, Ж.О.Бадмаева ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ ФОРМ РТУТИ В ПОЧВАХ ДЛЯ ВЫЯВЛЕНИЯ НАЧАЛЬНЫХ СТАДИЙ ЗАГРЯЗНЕНИЯ.....	179
P.R. Mammadov SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF SILVER IN WATER OF CASPIAN SEA.....	180
Е.А. Мамонтова, Е.Н. Тарасова, А.А. Мамонтов МОНИТОРИНГ АТМОСФЕРНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ХЛОРООРГАНИЧЕСКИМИ СОЕДИНЕНИЯМИ (ХОС) С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА ПАССИВНОГО ПРОБООТБОРА НА АЗИАТСКОЙ ТЕРРИТОРИИ РОССИИ	181
Е.А. Мамонтова, Е.Н. Тарасова, А.А. Мамонтов СЕЗОННЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ В ПОЧВАХ ВОСТОЧНОЙ СИБИРИ С ТОЧКИ ЗРЕНИЯ ТРАНСГРАНИЧНОГО ПЕРЕНОСА	182
Е.А. Мамонтова, Е.Н. Тарасова, О.А. Пройдакова, И.Ю. Пархоменко К ВОПРОСУ О ВЛИЯНИИ СЕЗОННЫХ ИЗМЕНЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ТОКСИКАНТОВ В ПОЧВАХ ВОСТОЧНОЙ СИБИРИ В ОЦЕНКЕ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЧВ	183
Д. Ю. Марченко, С.И. Петров АВТОМАТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ МУЛЬТИСЕНСОРНОГО СКАНИРОВАНИЯ ПРИ ПОМОЩИ СПЕКТРОФОТОМЕТРА X-RITE EYE ONE PRO	184
Т.И. Маслакова, А.В. Колташева, И.Г. Первова, И.Н. Липунов, Т.Н. Дуброва ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ И ТЕСТ-МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ	185
Т.И. Маслакова ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПИРИДИНА.....	186
В.Т. Мацаев, И.А. Буряков, О.Ю. Пыхтеев, Г.Г. Сороко АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ КОНТАКТНОГО ОБНАРУЖИТЕЛЯ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ.....	187
Э.П. Медянцева, Р.М. Варламова, Г. Р. Сахапова, Г.К. Будников АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ДВУХ БИФЕРМЕНТНЫХ СЕНСОРОВ НА ЕДИНОЙ ПОДЛОЖКЕ В ОПРЕДЕЛЕНИИ ГЕРБИЦИДОВ ТРИАЗИНОВОГО РЯДА	188
А.Ф. Мейсурова, С.Д. Хижняк, П.М. Пахомов МОНИТОРИНГ ВОЗДУШНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ В РАЙОНЕ СВИНОВОДЧЕСКОГО КОМПЛЕКСА	189
А.П. Мельников, Н.К. Зайцев, С.В. Шорин, В.В. Юрицын ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРХЛОРАТ - И ПЕРРЕНАТ-ИОНОВ В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ С ПОМОЩЬЮ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ ИОНОСЕЛЕКТИВНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ И ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ НА ГРАНИЦЕ ЭЛЕКТРОЛИТ-ЭЛЕКТРОЛИТ.....	190
В.А. Минаев, В.В. Шлыгин, С.А. Бусев ПЕРСПЕКТИВЫ МЕТОДА ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ СЛЕДОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПЕРХЛОРАТА АММОНИЯ В РАЗЛИЧНЫХ ОБЪЕКТАХ ПРОИЗВОДСТВЕННОЙ, ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И БИОСРЕДАХ.....	191
А.А. Мишина, Т.А. Кучменко, Д.Л. Чувашев, В.А. Бесько НОВЫЙ ПОДХОД К МОНИТОРИРОВАНИЮ СОСТОЯНИЯ И ГЛУБИНЫ ПОРАЖЕНИЯ РАБОТНИКОВ В РАБОЧИХ ЗОНАХ ПРЕДПРИЯТИЙ ПО ВЫДЫХАЕМОМУ ВОЗДУХУ	192

О.В. Моногарова, К.В. Осколок ПРЯМОЕ РЕНГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПЕНОПОЛИУРЕТАНОВЫХ СОРБЕНТОВ	193
Е.Г. Морозов, В.М. Никольский АНАЛИЗ ВОДЫ РЕК ТВЕРИ НА СОДЕРЖАНИЕ НИТРИТ-ИОНОВ.....	194
М.Л. Москалева, Г.Н. Носкова, Н.А. Колпакова ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ НИТРИТА МЕТОДОМ ПРЯМОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ НА ЗОЛОТОМ МИКРОЭЛЕКТРОДНОМ АНСАМБЛЕ	195
Л.Н. Москвин, Н.М. Якимова ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В МИНЕРАЛЬНЫХ ПИТЬЕВЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ СОРБЦИОННЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ.....	196
П.В. Мосягин, В.А. Крылов, А. В. Крылов КОНДЕНСАЦИОННО-ЭКСТРАКЦИОННЫЙ МЕТОД КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ТОКСИКАНТОВ ИЗ ВОЗДУХА ДЛЯ ИХ ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ.....	197
В.В. Мошкин, Л.А. Хустенко КОММУТАЦИОННЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО СИГНАЛА	198
Ш.Ш. Набиев, В.Л. Вакс, Е.Г. Домрачева, Л.А. Палкина, С.И. Приползин, Е.А. Собакинская, М.Б. Черняева ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗ ИЗОТОПОМЕРОВ ВОДЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ НЕСТАЦИОНАРНОЙ ТЕРАГЕРЦОВОЙ СПЕКТРОСКОПИИ	199
Е.С. Наговицына, В.А. Поддубный МЕТОД ФЛЮИД-ЛОКАЦИИ АТМОСФЕРЫ В ЗАДАЧЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ СТРУКТУРЫ ПОЛЕЙ КОНЦЕНТРАЦИЙ АЭРОЗОЛЯ.....	200
А.Ф. Надеин СОДЕРЖАНИЕ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПОТОКАХ СТОЧНЫХ ВОДАХ НА ОЧИСТНЫХ СООРУЖЕНИЯХ ИСАКОГОРКИ	201
Л.В. Некрасова, Я.В. Русских, Е.Н. Чернова, З.А. Жаковская, В.А. Никифоров ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ВЕЩЕСТВ В ПРИРОДНОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ-ТАНДЕМНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ.....	202
Л.К. Неудачина, Е.Л. Лебедева ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ В РАСТИТЕЛЬНОМ СЫРЬЕ И ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ	203
В.П. Нехорошев, С.В. Нехорошев, И.Э. Нифантьев ИДЕНТИФИКАЦИЯ 4-МЕТИЛЭТКАТИНОНА.....	204
Л. В. Нечаев, О. Н. Чайковская, И. В. Соколова ОЦЕНКА КОНСТАНТ РАВНОВЕСИЯ ДЛЯ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ С ГУМИНОВЫМИ КИСЛОТАМИ МЕТОДОМ ТУШЕНИЯ ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ.....	205
А.Н. Низовцев, В.А. Безносиков, Б.М. Кондратенко, Г.А. Симонов, Д.Н. Габов ОЦЕНКА УРОВНЯ ЗАГРЯЗНЕНИЯ РТУТЬЮ ТЕХНОГЕННО НАРУШЕННОЙ ТЕРРИТОРИИ НАЦИОНАЛЬНОГО ПАРКА	206
Т.Б. Никешина ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗАПИРЕНА В ПРИРОДНОЙ И СТОЧНОЙ ВОДАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.....	207

И.А. Никитина, А.Ф. Троянская, Н.А. Рубцова МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРФЕНОЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В СТОЧНЫХ ВОДАХ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТЕХНОЛОГИЙ ПРОИЗВОДСТВА БЕЛЕННОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ.....	208
В.А. Никифоров, Е.М. Игумнова ЖИДКОФАЗНАЯ МИКРОЭКСТРАКЦИЯ КАК ПЕРСПЕКТИВНЫЙ МЕТОД ПРОБОПОДГОТОВКИ.....	209
Р.А. Нуждов, Л.Д. Раднаева, А.М. Плюснин ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО РАЗДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ ПРИРОДНЫХ ГАЗОВ В ЗОНЕ АКТИВНОГО ВОДО- И ГАЗООБМЕНА РАЗРЫВНЫХ НАРУШЕНИЙ ВОСТОЧНОГО ПОБЕРЕЖЬЯ ОЗЕРА БАЙКАЛ	210
В.Н. Орешкин, Г.И. Цизин ПРЯМОЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ В ПРИРОДНЫХ СРЕДАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКИХ ТИГЕЛЬНЫХ АТОМИЗАТОРОВ	211
К.В. Осолок, О.В. Моногарова ПРЯМОЕ АТОМНО-ЭМИССИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ НА ПЕНОПОЛИУРЕТАНОВЫХ СОРБЕНТАХ.....	212
Э.Р. Оскотская, Н.Н. Басаргин, Е.Н. Грибанов, Е.В. Кузнецов ЦИФРОВОЕ ФОТОДЕТЕКТИРОВАНИЕ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ МАРГАНЦА (II) ПОСЛЕ ЕГО ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ СОРБЕНТОМ	213
В.М. Островская Е.О. Полянская НАБОР ТЕСТ-СРЕДСТВ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ОЧИСТКИ КОЛЛЕКТОРНЫХ ВОД В МЕСТАХ БУРЕНИЯ ГАЗОВЫХ СКВАЖИН.....	214
Л.И. Очертянова, А.С. Алиханян, А.С. Берлянд, О.Ю.Васильева, Л.Д. Большакова ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ СУБСТАНЦИИ ЛЕКАРСТВЕННОГО ПРЕПАРАТА ШУНЛИТ.....	215
Л.А. Павлова ПРИНЦИП ФОРМИРОВАНИЯ БАЗ ДАННЫХ МОНИТОРИНГА ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ И ОБМЕНЕ ИНФОРМАЦИЕЙ В РАМКАХ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА ОБЪЕКТОВ КОСМОДРОМА БАЙКОНУР, В ТОМ ЧИСЛЕ РАЙОНОВ ПАДЕНИЯ (СТЕНДОВОЕ СООБЩЕНИЕ).....	216
С.А. Перевалов, Г.И. Малюфеева, Е.В. Кузовкина, А.П. Новиков, Б.Я. Спиваков ИЗВЛЕЧЕНИЕ ПЛУТОНИЯ В РАЗЛИЧНЫХ СОСТОЯНИЯХ ОКИСЛЕНИЯ ИЗ МОДЕЛЬНОЙ ГРУНТОВОЙ ВОДЫ МЕТОДОМ ТВЕРДОФАЗНОЙ ЭКСТРАКЦИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ N- БЕНЗОИЛФЕНИЛГИДРО-КСИЛАМИНА.....	217
А.С. Перегудов, А.Б. Урюпин, К.А. Кочетков ЭКОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ЯМР - ИССЛЕДОВАНИЙ ПРОДУКТОВ ПРЕВРАЩЕНИЯ ТАБАКА В ВОЗДУШНОЙ СРЕДЕ	218
Д.Б. Петренко, Ю.М. Дедков АНТРОПОГЕННАЯ МИГРАЦИЯ МЕТАЛЛОВ ГРУППЫ ПЛАТИНЫ В ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЕ.....	219
В.Г. Петров, А.В. Трубачев, Е.А. Харалдина СОВРЕМЕННЫЕ СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЕМ	220
В.Г. Петров, М.А. Корепанов ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЕ И КИНЕТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ УСЛОВИЙ ОБРАЗОВАНИЯ ДИОКСИДОВ В ИНСИНЕРАТОРАХ	221
В.Г. Петров, О.С. Набокова, М.А. Шумилова ОБ ОСОБЕННОСТЯХ ПОВЕДЕНИЯ ТЕХНОГЕННОГО МЫШЬЯКА В ПРИРОДНЫХ СРЕДАХ ПРИ РАБОТАХ ПО УНИЧТОЖЕНИЮ ЛЮИЗИТА.....	222

В.Н. Петрова, З.А. Жаковская, В.А. Никифоров ПАУ В СНЕЖНОМ ПОКРОВЕ АРКТИЧЕСКИХ ТЕРРИТОРИЙ (О. ШПИЦБЕРГЕН).....	223
Ю.В. Плеханова, Ю.Е. Фирсова, Н.В. Доронина, А.Н. Решетиллов ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ БИОСЕНСОР ДЛЯ ДЕТЕКЦИИ ДИХЛОРМЕТАНА	224
Н.Ф. Плотницына, Т.А. Зимовейскова МОНИТОРИНГ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ (СОЗ) В ПРОМЫСЛОВЫХ РЫБАХ БАРЕНЦЕВА МОРЯ	225
И.Г. Повар ОЦЕНКА ИЗМЕНЕНИЙ КОНЦЕНТРАЦИЙ ИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ЗАГРЯЗНЕННЫХ ЭКОСИСТЕМАХ НА ОСНОВЕ ТЕОРИИ БУФЕРНОЙ ЕМКОСТИ.....	226
С.Е. Погарев, В.В. Рыжов, С.Е. Шолупов, Н.Р. Машьянов, А.Д. Шашко, П.В. Пителимов ОСОБЕННОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНОГО АНАЛИЗАТОРА РА-915М ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РТУТИ В РАЗЛИЧНЫХ СРЕДАХ	227
Д.А. Погребная, Р.У. Умарханов, Ю.В. Стребкова, Т.А. Кучменко, А.Е. Небольсин ПРИМЕНЕНИЕ «ЭЛЕКТРОННОГО НОСА» ДЛЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА ВОЗДУХА РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ ВМС	228
Т.Б. Починок, П.В. Тарасова, М.А. Гостева, В.М. Островская СОРБЦИОННО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПИРОГАЛЛОЛОВОГО КРАСНОГО И ЕГО ПРОИЗВОДНЫХ, ИММОБИЛИЗОВАННЫХ В ЖЕЛАТИНОВУЮ МАТРИЦУ	229
А.С. Почтовалова, К.Г. Боголицын, Т.В. Соболева ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ КАЧЕСТВА ЗАБИРАЕМОЙ ВОДЫ НА СОСТАВ СТОЧНЫХ ВОД ЦБП ПО ПАРАМЕТРУ ХПК.....	230
О.А. Пройдакова, И.Е. Васильева ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЛОВ, СВЯЗАННЫХ С ОРГАНИЧЕСКИМ ВЕЩЕСТВОМ ПОЧВ И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ	231
О.А. Пройдакова ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ И ФОРМЫ НАХОЖДЕНИЯ МЕТАЛЛОВ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ УСТЬ-ВИХОРЕВСКОГО ЗАЛИВА УСТЬ-ИЛИМСКОГО ВОДОХРАНИЛИЩА	232
Д.В. Пряжников, М.С. Карина, Е.С. Торопченнова ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА В ФОРМЕ ТРИБРОМПРОИЗВОДНОГО В ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ	233
Л.А. Пьянкова, Н.А. Малахова, С.Ю. Сараева, Н.Ю. Стожко, Х.З. Брайнина ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ СЕНСОР НА ОСНОВЕ НАНОЧАСТИЦ ВИСМУТА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ НИКЕЛЯ В ПРИРОДНЫХ И ПИЩЕВЫХ ОБЪЕКТАХ	234
О.В. Родинков, Г.А. Журавлева ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИЗШИХ СПИРТОВ ВО ВЛАЖНОМ ВОЗДУХЕ С СОРБЦИОННЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ	235
С.В. Романенко, Е.В. Ларионова, Н.С. Шеховцова, А.Н. Вторушина, Д.М. Карачаков В.В. Морозова УЧЕБНО-ЛАБОРАТОРНЫЙ КОМПЛЕКС «ЭКОЛОГИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ»	236
С.В. Романенко, Я.Г. Заика ИССЛЕДОВАНИЕ АДДИТИВНОСТИ ИНВЕРСИОННО-ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО СИГНАЛА ИОДА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ В БАД И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	237
Т.А. Романова, М.Ш. Дрешер, Т.З. Лыгина ОЦЕНКА СОСТОЯНИЯ ПОЧВ РЕСПУБЛИКИ ТАТАРСТАН В ПРИРОДНЫХ УСЛОВИЯХ И ПОД ВЛИЯНИЕМ ТЕХНОГЕННЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ МЕТОДАМИ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ.....	238

Т.А. Романова, М.Ш. Дрешер, Ю.А. Гаврилова МЕТОДЫ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ В ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ ОЦЕНКЕ КАЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ И ПОДЗЕМНЫХ ВОД РЕСПУБЛИКИ ТАТАРСТАН	239
Г.И. Романовская, М.В. Королева, А.Ю. Оленин, А.С. Коротков, Б.К. Зуев ПРИМЕНЕНИЕ АНИЗОТРОПНЫХ СВОЙСТВ АКВАЗОЛЕЙ СЕРЕБРА ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ СЕЛЕКТИВНОСТИ ЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В РАСТВОРАХ	240
Н.А. Рубцова, А.Ф. Троянская, Е.А. Вахрамеева ОРГАНИЧЕСКИ СВЯЗАННЫЙ ХЛОР В ДОННЫХ ОСАДКАХ МАЛЫХ ОЗЕР ТАЕЖНОЙ ЗОНЫ ЕВРОПЕЙСКОГО СЕВЕРА	241
Я.В. Русских, Е.Н. Чернова, Л.В. Некрасова, Е.Ю. Воякина, В.А. Никифоров, З.А. Жаковская ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИАНОТОКСИНОВ В ОБРАЗЦАХ ПРИРОДНОЙ ВОДЫ ВОДОЕМОВ СЕВЕРО-ЗАПАДА РФ	242
Е.И. Савельева, О.И. Орлова, Н.В. Криворотова, Г.В. Каракашев, Н.Л. Корягина ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОДУКТОВ ПРЕВРАЩЕНИЯ ЛЮИЗИТА В ВОДЕ И БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ	243
Е.Ю. Савонина, П.С. Федотов ДИНАМИЧЕСКОЕ ФРАКЦИОНИРОВАНИЕ ФОРМ СЕЛЕНА В ПОЧВАХ.....	244
А.К. Сагидуллин, Л.А. Шелудякова, Б.С. Смоляков, Л.М. Левченко ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ГРУПП БИОЛОГИЧЕСКИХ И УГЛЕРОДСОДЕРЖАЩИХ СОРБЕНТОВ.....	245
Б.Р. Сайфутдинов, А.А. Пимерзин ЗАКОНОМЕРНОСТИ СОРБЦИИ ПРОИЗВОДНЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ ГЕТЕРОЦИКЛОВ НА ХИМИЧЕСКИ МОДИФИЦИРОВАННЫХ КРЕМНЕЗЕМАХ В УСЛОВИЯХ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	246
М.А. Саморукова, М.Г. Первова, Т.И. Горбунова, В.И. Салоутин ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОДУКТОВ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ПОЛИХЛОРБИФЕНИЛОВ С ТРИМЕТИЛОЛПРОПАНОМ.....	247
В.И. Сафарова, Л.А. Валиева, Г.Ф. Шайдулина, Р.М. Хатмуллина, Е.Б. Галактионова, Е.В. Фатьянова ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИСТОЧНИКОВ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ НЕФТЬЮ И НЕФТЕПРОДУКТАМИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ	248
В.И. Сафарова, Г.Ф. Шайдулина, Р.М. Хатмуллина, Е.В. Фатьянова ПРОВЕДЕНИЕ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ НА ТЕРРИТОРИЯХ С ВЫСОКОЙ АНТРОПОГЕННОЙ НАГРУЗКОЙ	249
В.И. Сафарова, Г.Ф. Шайдулина, Н.Р. Низамутдинова, Т.Н. Михеева КОСВЕННАЯ ОЦЕНКА ЗАГРЯЗНЕНИЯ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ИССЛЕДОВАНИЯ СНЕГОВОГО ПОКРОВА И РАСТИТЕЛЬНОСТИ	250
Н.С. Сафронова, Е.С. Гришанцева, Г.С. Коробейник КОМПЛЕКС АНАЛИТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СОСТАВА ЭКОЛОГО- ГЕОХИМИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ	251
А.А. Селезнев, Е.А. Кочеткова, И.В. Ярмошенко, А.Н. Медведев ИЗУЧЕНИЕ ЗАГРЯЗНЕНИЯ УРБАНИЗИРОВАННОЙ СРЕДЫ ТЯЖЕЛЫМИ МЕТАЛЛАМИ НА ОСНОВЕ АНАЛИЗА ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОНИЖЕННЫХ УЧАСТКОВ РЕЛЬЕФА.....	252
М.П. Семушина, К.Г. Боголицын, А.Ю. Кожевников ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФАКТОРОВ, ВЛИЯЮЩИХ НА ПРОЦЕСС СОРБЦИИ НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА ВЕРХОВЫМ ТОРФОМ	253

О.Е. Симакова, Г.И. Карпушина, О.А. Дегтярева, Н.Н. Басаргин КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ СЛЕДОВ МАРГАНЦА ПОЛИМЕРНЫМИ ХЕЛАТООБРАЗУЮЩИМИ СОРБЕНТАМИ, СОДЕРЖАЩИМИ РАЗЛИЧНЫЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ГРУППЫ	254
С.А. Симанова, М.В. Афонин, Д.А. Житенева, А.А. Михалчан НАНО-, МИКРО-ПОРИСТЫЕ УГЛЕРОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ. СОРБЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ МЕТАЛЛОВ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ	255
М.Ю. Сеницын, И.П. Витер, А.Г. Борзенко АТОМНО-АБСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ С ИСТОЧНИКОМ СПЛОШНОГО СПЕКТРА: ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ В ЭКОЛОГИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ	256
А.А. Слобода, М.А. Гусакова ИДЕНТИФИКАЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ, ВЫДЕЛЕННЫХ ИЗ СТОЧНЫХ ВОД ПРОИЗВОДСТВА ЦБП, С ПОМОЩЬЮ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ	257
Р.С. Смирнов, А.Д. Смоленков, О.Г. Татаурова, О.А. Шпигун ДЕРИВАТИЗАЦИЯ С ГЛИОКСИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ - НОВЫЙ ПОДХОД К ВЭЖХ-УФ ОПРЕДЕЛЕНИЮ НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА.....	258
Т.П. Смирнова, А.Т. Магасумова, В.И. Сафарова, Г.Ф. Шайдулина СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ФОРМ СЕРЫ В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ, ОБОГАЩЁННЫХ ТЯЖЁЛЫМИ МЕТАЛЛАМИ	259
И.Г. Соболева., Т.Н. Ермолаева ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕСТИЦИДОВ МЕТОДОМ ОБРАЩЕННО-ФАЗОВОЙ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	260
А.В. Соин, Е.Ю. Савонина, Т.А.Марютина НОВЫЙ СПОСОБ ПРОБОПОДГОТОВКИ НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ ПОЧВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ	261
Е.С. Соловьёва, И.Г. Широких, Т.Я. Ашихмина ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АКТИНОМИЦЕТОВ В ДИАГНОСТИКЕ СОСТОЯНИЯ ПОЧВ	262
Л.М. Сороковикова, И.В. Томберг, В.Н. Синюкович, Г.И. Поповская, Н.В. Башенхаева, А.К. Тулохонов МОНИТОРИНГ ДЕЛЬТЫ Р. СЕЛЕНГИ – ГЛАВНОГО ПРИТОКА БАЙКАЛА	263
М.А. Статкус, А.С. Сохраняева, Г.И.Цизин, Ю.А. Золотов ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СУБКРИТИЧЕСКОЙ ВОДЫ ДЛЯ ДЕСОРБЦИИ ФЕНОЛОВ С ОБРАЩЕННО- ФАЗНЫХ СОРБЕНТОВ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ПРОТОЧНОГО СОРБЦИОННО-ВЭЖХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ	264
В.В. Сурякова, Г.В. Бурмакина, А.И. Рубайло ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛОВ В ПРИРОДНЫХ И ПИТЬЕВЫХ ВОДАХ КРАСНОЯРСКОГО РЕГИОНА МЕТОДАМИ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ И КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА.....	265
Е.Н. Тарасова, А.А. Мамонтов, Е.А. Мамонтова МОНИТОРИНГ КОМПОНЕНТОВ ТРОФИЧЕСКОГО СТАТУСА В ОЗ.БАЙКАЛ.....	266
Т.А. Ташлыкова ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ ВОД АНГАРСКОЙ АКВАТОРИИ УСТЬ-ИЛИМСКОГО ВОДОХРАНИЛИЩА	267
К.В. Титова, Н.М. Кокрятская СПОСОБЫ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ФОРМ ЖЕЛЕЗА ИЗ ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ	268
Е.С. Торопченнова, Л.Ю. Мартынов, Д.В. Пряжников, М.Л. Гецина, Н.В. Корсакова И.В. Кубракова ВЛИЯНИЕ ПОЛНОТЫ КИСЛОТНОГО РАЗЛОЖЕНИЯ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ	269

А.Ф. Троянская, Е.С. Колпакова, И.А. Никитина, Т.А. Королёва ХЛОРФЕНОЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ В ДОННЫХ ОСАДКАХ ОЗЕР КЕНОЗЕРСКОГО НАЦИОНАЛЬНОГО ПАРКА	270
Л.В. Трубачева, С.Ю. Лоханина, А.В. Трубачев, А.Н. Леонтьева ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ МАКРО-ИОНОВ ПРИРОДНЫХ ВОД НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА	271
Л.В. Трубачева, С.Ю. Лоханина, А.В. Трубачев ПОДТВЕРЖДЕНИЕ ТЕХНИЧЕСКОЙ КОМПЕТЕНТНОСТИ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИМИ ЛАБОРАТОРИЯМИ ПРИ УЧАСТИИ В МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЯХ	272
Л.И. Трубникова МОНИТОРИНГ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ТЕРРИТОРИИ ГОРОДА БЕНЗ(А)ПИРЕНОМ.....	273
Е.В. Труханова, М.Ю. Вожаева, Л.И. Кантор, Е.А. Кантор О ДОПОЛНИТЕЛЬНОМ ОБРАЗОВАНИИ ТРИГАЛОМЕТАНОВ ИЗ ГАЛОГЕНУКСУСНЫХ КИСЛОТ В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ	274
Е.В. Труханова, Л.И. Кантор, Е.А. Кантор ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЛОГЕНУКСУСНЫХ КИСЛОТ МЕТОДОМ РЕАКЦИОННОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.....	275
С.В. Усова, И.В. Падалко, В.С. Сальников АХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОКСИЧНЫХ ВЕЩЕСТВ, МИГРИРУЮЩИХ ИЗ НАПОЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ В ОКРУЖАЮЩУЮ СРЕДУ.....	276
Е.В. Фатьянова, В.И. Сафарова, Г.Ф. Шайдулина, Р.М. Хатмуллина ОРГАНИЗАЦИЯ И ПРОВЕДЕНИЕ МОНИТОРИНГА ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ В РЕСПУБЛИКЕ БАШКОРТОСТАН.....	277
Д.Б. Фешин, П.В. Фимушкин, Е.С. Бродский, О.В. Сергеев, О.А. Сперанская БИСФЕНОЛ А В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ В РОССИИ	278
О.Л. Филиппова, М.Ю. Вожаева, Л.И. Кантор, И.А. Мельницкий, Н.В. Труханова, Е.А. Кантор СУММАРНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОРОДСОДЕРЖАЩИХ ОГРАНИЧЕННО-ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПИТЬЕВОЙ И ПРИРОДНОЙ ВОДЕ.....	279
К.С. Фультес, А.В. Булатов, Л.Н. Москвин ЦИКЛИЧЕСКОЕ ИНЖЕКЦИОННОЕ ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИКЕЛЯ В АЭРОЗОЛЯХ ВОЗДУХА	280
Ю.Г. Хабаров, Н.Д. Камакина, Д.Е. Лахманов ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА	281
И.С. Халиков ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПОКАЗАТЕЛЯ ОБЩЕГО ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА В КАЧЕСТВЕ ИНДИКАТОРА ЗАГРЯЗНЕНИЯ И ОЦЕНКИ СОСТОЯНИЯ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ.....	282
И.С. Халиков, Т.Б. Мамченко ОБНАРУЖЕНИЕ ПОВЫШЕННОГО СОДЕРЖАНИЯ МЫШЬЯКА В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ БЕЛОГО МОРЯ	283
Т.М. Халфин, Д.Ю. Марченко, А.В. Рощин, И.В. Кумпоненко ПРОБЛЕМЫ РАЗРАБОТКИ МАЛОГАБАРИТНОГО ОПТИЧЕСКОГО МУЛЬТИСЕНСОРНОГО АНАЛИЗАТОРА	284
Р.М. Хатмуллина, И.М. Китаева, В.И. Сафарова, Ф.Х. Кудашева, Т.П. Смирнова О ВОЗМОЖНОСТИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ В ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ПРИ НАЛОЖЕНИИ ПИКОВ	285

Р.Т. Хильянен, К.Г. Боголицын, Н.С. Ларионов ТЕХНОЛОГИЯ АВТОМАТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ СОСТАВА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ, СТОЧНЫХ И ПРИРОДНЫХ ВОД В РЕЖИМЕ ON-LINE.....	286
С.В. Химченко, Л.П. Экспериандова ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МАЛОБЮДЖЕТНОЙ ПОРТАТИВНОЙ АППАРАТУРЫ В ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОМ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗЕ	287
А.Р. Холова, М.Ю. Вожаева, Л.И. Кантор, И.А. Мельницкий, Н.В. Труханова, Е.А. Кантор ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛАТОВ В ВОДЕ	288
Л.О. Хорошко, Г.И. Кухарева, З.А. Жаковская, В.А. Никифоров ПОЛИХЛОРИРОВАННЫЕ БИФЕНИЛЫ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ФИНСКОГО ЗАЛИВА	289
И.В. Хохлова, И.А. Рощина, Т.Г. Кузьмина, Т.В. Ромашова ОПЫТ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ U, Th, Mo и W В ПОЧВАХ	290
Т.Г. Цюпко, О.Б.Воронова, В.В. Перекотий, С.В. Дмитриева ОСОБЕННОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПРОБАХ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПОСЛЕ ИХ КАРБОНИЗАЦИИ.....	291
Е.А. Чередник, А.Г. Зарубин, А.С. Сальников АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ СБОР ИНФОРМАЦИИ И ПОСЛЕДУЮЩАЯ МАТЕМАТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ДАННЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ЖЁСТКОСТИ ВОДЫ.....	292
Е.В. Шабанова, И.Е. Васильева АТОМНО-ЭМИССИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ 20 ЭЛЕМЕНТОВ ПО СПОСОБУ ВДУВАНИЯ- ПРОСЫПКИ ДЛЯ ГЕОЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА.....	293
Л.Г. Шайдарова, А.В. Гедмина, И.А. Челнокова, Г.К. Будников ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОКИСЛЕНИЕ И ПРОТОЧНО-ИНЖЕКЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА НА ЭЛЕКТРОДЕ С ПЛЕНКОЙ ГЕКСАЦИАНОФЕРРАТА ПАЛЛАДИЯ С ВКЛЮЧЕННЫМИ ОКСО-ЧАСТИЦАМИ РУТЕНИЯ.....	294
Л.Р. Шамсутдинова, А.В. Королёва, Ф.Ф. Хизбуллин ОЦЕНКА УРОВНЯ ХИМИЧЕСКОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЧВ ТЕРРИТОРИИ ОАО «УФАХИМПРОМ».....	295
С.С. Шацкая, И.А. Деревягина, Н.Ф. Глазырина, В.П. Исупов, А.Г. Владимиров, С. Ариунбилэг, Н.З. Ляхов МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМЫ В ИССЛЕДОВАНИИ МИКРОКОМПОНЕНТНОГО СОСТАВА ОЗЁР МОНГОЛИИ.....	296
Г.А. Шрамко, Э.А. Александрова, Б.Е. Красавцев БИОЛОГИЧЕСКИЙ МЕТОД ОЦЕНКИ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИ АКТИВИРОВАННОЙ ВОДЫ	297
А.С. Шуваева, Л.В. Лебедь, Т.А. Дружкина, Н.Н. Гусакова МОНИТОРИНГ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ АНТРОПОГЕННО-ДЕПРЕССИРОВАННЫХ ТЕРРИТОРИЙ МАЛЫХ ГОРОДОВ	298
О.В. Шуваева, Е.В. Полякова, О.С. Кошечева ПРИМЕНЕНИЕ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....	299
Е.В. Шульгина, А.С. Почтовалова, К.Г. Боголицын, И.В. Баженова МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАМЕТРА ХПК НА ОСНОВЕ АНАЛИЗА ОТЕЧЕСТВЕННЫХ И ЗАРУБЕЖНЫХ МЕТОДИК.....	300
А.В. Шуманов, С.А. Солнцев, К.О. Нагорнов, В.И. Капустин СИСТЕМА ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА ЖИДКИХ ПРОБ.....	301

М.А. Шумилова, О.П. Дружакина СНЕЖНЫЙ ПОКРОВ КАК ИНТЕГРАЛЬНЫЙ ИНДИКАТОР ЗАГРЯЗНЕНИЯ ГОРОДСКОЙ СРЕДЫ	302
М.А. Шумилова, О.С. Набокова, В.Г. Петров ОСОБЕННОСТИ ПОВЕДЕНИЯ СОЕДИНЕНИЙ МЫШЬЯКА В ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЕ.....	303
Н.В. Щеглова, Т.В. Попова ИОНОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ ПОДГРУППЫ ЦИНКА В ВОДАХ	304
Г.Я. Эстрина, Е.Ю. Никифорова, Н.В. Труханова, И.А. Мельницкий К ВОПРОСУ О РАСПРЕДЕЛЕНИИ ФОРМ АЗОТА В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ	305
Н.А. Юшкедова, В.А. Поддубный, Ю.И. Маркелов ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МОДЕЛИ ПРОЦЕССОВ ПАССИВНОГО ОТБОРА ПРОБ ДИОКСИДА АЗОТА ПРИ МОНИТОРИНГЕ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА	306
В.В. Ягов, Т.О. Феденко, И.В. Ягова РЕДОКС-СЕЛЕКТИВНАЯ КАТОДНАЯ ЭЛЕКТРОХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ.....	307
В.В. Якшин, О.М. Вилкова ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЦЕЗИЯ И СТРОНЦИЯ ИЗ ПРИРОДНЫХ ВОД И ПОЧВ КРАУН-ЭФИРАМИ ВО ФТОРОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ	308
И.М. Яснев, О. В. Мустя, С.С. Ермаков ИМПУЛЬСНО-ПЕРЕМЕННОТОКОВОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДНЫХ СРЕДАХ.....	309
Е.А. Яшкина, Д.А. Светлов, С.Н. Яшкин СОРБЦИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ АМИНОВ НА ПОВЕРХНОСТИ ГРАФИТОПОДОБНОГО АДСОРБЕНТА <i>HYPERCARB</i> В УСЛОВИЯХ ВЭЖХ.....	310

СЕКЦИОННЫЕ ДОКЛАДЫ

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МИНИ-СПЕКТРОФОТОМЕТРОВ – КАЛИБРАТОРОВ МОНИТОРОВ ВМЕСТО СПЕКТРОМЕТРОВ ДИФFUЗНОГО ОТРАЖЕНИЯ

В.В. Апяри, С.Г. Дмитриенко, Ю.А. Золотов

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, 119991 Москва,
Ленинские горы, 1/3, apyari@mail.ru

Широкое распространение сорбционно-спектроскопических методов анализа объектов окружающей среды сдерживается недостаточным развитием приборной базы. Один из путей решения этой проблемы видится в использовании новейших достижений электроники и, в частности, оптоэлектронной промышленности [1, 2]. К числу миниатюрных электронных устройств относятся калибраторы мониторов. Они предназначены для контроля цветопередачи в полиграфии, а также автоматической калибровки мониторов, сканеров и принтеров и выпускаются в промышленном масштабе. Они компактны и имеют невысокую стоимость. Современные калибраторы мониторов представляют собой USB-совместимые устройства с голографической дифракционной решеткой в роли монохроматора и светодиодным массивом в роли детектора и имеют встроенный источник излучения. С точки зрения аналитической химии важно то, что некоторые из них позволяют измерять коэффициенты диффузного отражения в интервале длин волн от 380 до 730 нм с шагом 10 нм, а также цветометрические характеристики образцов, такие как цветовые координаты в системах RGB, CMYK, Lab и другие.

В нашей работе, на примере калибраторов мониторов Eye-One Pro (производства GretagMactbeth) и Colormunki Photo (X-Rite, Incorporated), оценена возможность использования подобных устройств для измерения аналитического сигнала окрашенных соединений в фазе пенополиуретана и проведено сравнение их характеристик с характеристиками лабораторного колориметра Спектротон.

Обработаны методические вопросы, связанные с измерением аналитического сигнала (коэффициенты диффузного отражения) с помощью калибраторов. Сопоставлены спектры диффузного отражения, полученных с помощью калибраторов и колориметра Спектротон, изучена зависимость формы и амплитуды полосы поглощения от концентрации определяемого соединения в водном растворе. Установлено, что спектры характеризуются одинаковым положением максимума и схожи по форме полосы. Оценены чувствительность и воспроизводимость определения различных веществ с использованием перечисленных устройств.

К достоинствам калибраторов по сравнению с колориметром можно отнести сравнительно низкую стоимость, совместимость с компьютером, возможность обработки большого количества данных за малое время, возможность работы с малыми количествами сорбента. Все это делает перспективным их использование в анализе объектов окружающей среды.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований

Литература

1. Островская В.М., Прокопенко О.А., Серeda В.В., Марченко Д.Ю. Использование мини-спектрофотометра Eye-One Pro для ускоренного определения веществ с помощью тестовых средств. / Тез. докл. на III Всероссийской конференции «Аналитика России 2009», Краснодар, 27 сентября – 3 октября 2009 г., С. 147.
2. Апяри В.В., Дмитриенко С.Г., Батов И.В., Золотов Ю.А. Мини-спектрофотометр Eye-One Pro как альтернатива спектрометру диффузного отражения. // Журн. аналит. химии. 2011. Т. 66. № 2. С. 148 – 154.

ПРИОРИТЕТНЫЕ ЗАГРЯЗНИТЕЛИ ВЫБРОСОВ МУСОРОСЖИГАТЕЛЬНЫХ ЗАВОДОВ И МЕТОДЫ ИХ КОНТРОЛЯ

В.Н. Беляев¹, М.Ю. Петрова², Е.В. Клипп³, Ю.А. Карнов¹

¹ОАО «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «ГИРЕДМЕТ». 119017, г. Москва, Б. Толмачёвский пер., д. 5, стр. 1; belyaev@giredmet.ru

²ГУП «Государственный природоохранный центр». 121019, г. Москва, ул. Новый Арбат, дом 11 стр.1; ecolaboratory@yandex.ru

³ООО «Аналитический, сертификационный и экологоаналитический центр «АНСЕРТЭКО». 119049, Москва, Ленинский проспект, 4; ansertek@mtu-net.ru

В Москве в настоящее время функционирует три современных мусоросжигательных завода, перерабатывающих в год 720 тыс. тонн твёрдых бытовых отходов и завод по термической утилизации биологических и медицинских отходов. Их эксплуатация позволяет значительно снизить объёмы размещаемых на полигонах отходов, снизить загрязнение атмосферного воздуха и понизить опасность распространения биологического загрязнения.

Пристальное внимание общественности и контролирующих органов к строительству и эксплуатации мусоросжигательных заводов требует создания системы объективного и исчерпывающего контроля их за негативным воздействием на окружающую среду. Отсутствие такой системы сдерживает развитие современной системы обезвреживания твёрдых бытовых отходов, создание которой позволило бы многократно снизить отрицательное воздействие на среду обитания стремительно возрастающих объёмов отходов человеческой жизнедеятельности.

Значительный вклад в развитие системы контроля выбросов мусоросжигательными установками загрязняющих веществ в атмосферный воздух внесли государственные природоохранные органы Германии, опыт которых был положен в директиву Европейского Союза, нормирующую воздействие мусоросжигания на окружающую среду. Однако директива не обеспечивает исчерпывающего контроля всего спектра загрязняющих веществ.

В Москве в выбросах мусоросжигательных заводов контролируют следующие группы загрязняющих веществ: газообразные, галогенводороды (хлористый водород и фтористый), пыль, тяжёлые металлы и токсичные элементы, диоксины и бензфураны, полиароматические углеводороды. Если мусоросжигательный завод оснащён системой подавления оксидов азота выбросы загрязняются так же аммиаком. Для контроля параметров выбросов определяют содержание кислорода и углекислого газа, объёмную скорость газовой смеси, температуру и влажность.

ОБОБЩЕННЫЕ ПОКАЗАТЕЛИ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ НОРМИРОВАНИЕ

К.Г. Боголицын, Т.Ф. Личутина, М.А. Гусакова

Институт экологических проблем Севера УрО РАН
163002, г. Архангельск, набережная Северной Двины, д. 23

Интегрирование России в международное экономическое пространство предусматривает совершенствование природоохранного законодательства на основе принципа «наилучших существующих технологий». Из определения следует, что это технология, основанная на последних достижениях науки и техники, направленная на снижение негативного воздействия на окружающую среду. При этом, Федеральным Законом «Об охране окружающей среды» 2002 г. (ст.1) введено понятие технологического норматива - норматива допустимых выбросов и сбросов веществ, который отражает допустимую массу выбросов и сбросов загрязняющих веществ в окружающую среду в расчете на единицу продукции. Таким образом, рассматривается необходимость перехода от принципов экологического нормирования к принципу технологического нормирования.

Особая роль в осуществлении данных мероприятий отводится эколого-аналитическому контролю и мониторингу негативного воздействия на окружающую среду хозяйственной деятельности промышленных предприятий на основе обобщенных показателей качества.

Обобщенный показатель качества воды – это определяемая непосредственным измерением количественная характеристика ее свойства, важного для оценки качества и обусловленного совместным влиянием содержащихся в воде приоритетных групп компонентов-загрязнителей. С точки зрения построения эколого-аналитического контроля качества вод приоритетным является ХПК.

Проведены комплексные химико-аналитические исследования формирования трансформации компонентного состава производственных сточных вод целлюлозно-бумажных предприятий (ОАО «АЦБК» и ОАО «Монди СЛПК»), определен и экспериментально подтвержден перечень основных интегральных показателей эколого-аналитического контроля качества сточных вод: ХПК, БПК₅, взвешенные вещества, азот общий и фосфор общий.

Выполнен сопоставительный анализ отечественных (ПНД Ф) и международных (ISO) методик определения основных показателей качества сточных вод ЦБП и установлены границы их применимости для эколого-аналитического контроля. Обоснован приоритетный для целей контроля характер параметра ХПК. Установлен вклад в значение ХПК индивидуальных компонентов и отдельных фракций веществ различной химической природы. Разработаны технологические нормативы, соответствующие международным требованиям достижения НСТ. На примере ОАО «Архангельский ЦБК» показана возможность применения данных подходов для оценки эффективности производственной деятельности предприятий ЦБП.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕФТЯНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ПОЧВЕ И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ

Л.А. Валиева, А.Р. Мухаматдинова, А.Т. Магасумова, Р.М. Хатмуллина, В.И. Сафарова

ГУ Управление государственного аналитического контроля
Министерства природопользования и экологии Республики Башкортостан
г. Уфа, ул.Российская, 21, e-mail – guugak@mail.ru, ugak@ufanet.ru

Среди большого разнообразия токсичных химических веществ, поступающих в окружающую среду, приоритетными являются нефтяные углеводороды, максимальная интенсивность воздействия которых наблюдается при авариях на магистральных нефтепроводах. Опасность такого загрязнения обусловлена не только экстремальным краткосрочным негативным воздействием нефтяных углеводородов, но и возможностью их скопления в толще прирусловых пойменных почв, которые затем, мигрируя в грунтовые и поверхностные воды, вызывают хроническую интоксикацию донных биоценозов. В связи с этим оценка негативного воздействия и идентификация нефтяного загрязнения в природных объектах является актуальной.

В данной работе представлены результаты идентификации нефтяных углеводородов в пробах почвы и донных отложений, техногенно нарушенных в результате аварийного разлива нефтепродуктов. Исследования проводили методами инфракрасной спектроскопии (ИК-спектроскопии) и газожидкостной хроматографии (ГЖХ). ИК-спектры образцов пленочных нефтепродуктов и отобранных проб почвы и донных отложений снимали с помощью спектрофотометра FTIR-8400S. Анализ методом ГЖХ выполняли на хроматографе GC 17F Shimadzu. Сопоставление проб проводили путем качественного и количественного сравнения полученных ИК-спектров и хроматограмм. При визуальной оценке ИК-спектров сравнивали общий их вид, число пиков, волновые числа соответствующих пиков и их интенсивность. При количественном сравнении ИК-спектров проводили измерения волновых чисел и значения оптических плотностей в максимумах полос поглощения. При сравнении хроматограмм рассматривали состав n-алканов, особенности геометрической формы групп пиков, а также соотношения высот пиков.

Уровень загрязнения нефтепродуктами исследованных проб варьировал в широком диапазоне концентраций. При сравнении конфигурации и интенсивности ИК-спектров исследованных проб и образцов нефтепродуктов выявлено их различие. На хроматограммах это различие заключалось в изменении относительной доли легких n-алканов. Почвенные слои подверглись перемещению в результате проведения ликвидационных работ, выветриванию, что привело к изменению состава нефтепродуктов.

Установлено, что в почве и донных отложениях происходит активное депонирование реликтовых углеводородов (фитана и пристана) – маркеров нефтяного загрязнения. Исследование послойного распределения нефтяных углеводородов в почвенном профиле показало, что в верхних слоях обнаруживаются более тяжелые n-алканы, а также изопреноидные углеводороды. В нижних слоях почвенного профиля накапливаются более легкие углеводороды, при этом отмечено, что в этих пробах состав нефтепродуктов изменился в наименьшей степени.

АНАЛИЗ ПРИРОДНЫХ И СИНТЕТИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ С ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА МЕТОДОМ ДУГОВОЙ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

И.Е. Васильева, Е.В. Шабанова

Учреждение Российской академии наук Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения РАН, Иркутск, Фаворского, 1А, vasira@igc.irk.ru

Атомно-эмиссионная спектроскопия с дуговым разрядом позволяет анализировать большой набор элементов с пределами обнаружения от 0,5-10 ppm в широком диапазоне содержаний непосредственно из твердого вещества (порошковых проб). Ограничение накладывается на анализ образцов с содержанием органического вещества более 10 мас. %. Использование индуктивно связанной плазмы требует переведения проб в раствор, что тоже проблематично в присутствии плохо растворимых органических соединений. Применение комплекса приёмов физического моделирования вещества природных осадков (модификация вещества проб при разбавлении нейтральной средой), выбор оптимизированных условий получения, регистрации дуговых спектров и способов математической обработки данных позволяют снизить влияние органической компоненты на параметры плазмы разряда и получить количественный результат атомно-эмиссионного анализа (АЭА).

Повышение точности измерений и снижение пределов обнаружения обеспечиваются применением компьютеризированного спектрального оборудования: стабильных электродуговых генераторов, светосильных дифракционных спектрометров с многоканальной регистрацией спектра и делением аналитических сигналов во времени. Компьютерная обработка спектральной информации предусматривает выбор и использование оптимизированных аналитических параметров для каждой линии аналита с учётом особенностей спектральной установки, типа и структуры градуировок. Разработаны приёмы для одновременного определения макро- и микроэлементного состава из аналитических навесок, для которых влияние матричных эффектов минимально. Кроме этого, адаптация традиционных методических подходов многоэлементного анализа основана на моделировании процессов обработки спектральных данных с привлечением методов многомерного статистического анализа, прикладной статистики объектов числовой и нечисловой природы, теории оптимизации, отличительной особенностью которых является обучение. Обучение выполняется по универсальной оптимизационной технологии – методу обратного распространения ошибки. В качестве критериев оптимизации использованы общепринятые в аналитической химии представления о качестве результатов анализа, характеризуемом минимальными случайными и систематическими погрешностями предсказания при обучении и тестировании. Для сравнения вариантов пробоподготовки образцов и способов обработки измерений использованы статистические оценки результата (среднее, относительное стандартное отклонение, относительная систематическая погрешность) и градуировки (среднее квадратичное отклонение, адекватность, размах относительной систематической погрешности).

Эффективность предложенного комплекса методических приёмов продемонстрирована при анализе состава органических сорбентов, палладий-медь-содержащих катализаторов, железомарганцевых конкреций, донных отложений оз. Байкал с преобладанием вклада диатомей и оз. Котокель с содержанием сапропелей более 20 мас. %. Достоверность результатов АЭА подтверждена сравнением с аттестованными данными для стандартных образцов состава аналогичных природных сред и получением независимыми аналитическими методами согласованных результатов измерений.

АВТОМАТИЗАЦИЯ КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ПО ДУГОВЫМ СПЕКТРАМ

В.И. Вершинин

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

Исследования экологических объектов часто приводят к «обнаружению» отсутствующих токсикантов и, что еще хуже, к необнаружению присутствующих токсикантов, особенно нетрадиционных для данного региона. Желательно периодически проверять, не появились ли в составе изучаемых объектов новые токсиканты. Автоматизированный качественный анализ экологических объектов важен и в аспекте скрининга. В экологических исследованиях уже применяют масс-спектрометрические и хроматографические системы компьютерной идентификации (СКИ), являющиеся частью программного обеспечения соответствующих приборов. Однако попытки создать СКИ для автоматизированной спектральной идентификации элементов (например, тяжелых металлов) до сих пор не давали результатов. Так, общеизвестный многоканальный анализатор МАЭС-10 [1] не отличает присутствующие элементы от отсутствующих, «опознаваемых» из-за случайных межэталонных наложений. Опасность ошибок растет по мере повышения погрешности измерения длин волн ($\Delta\lambda$) и усложнения состава пробы.

Проблему можно решить с помощью алгоритма [2], основанного на расчете числа случайных совпадений, максимально возможного для заданного уровня значимости (α) нуль-гипотезы. Это число ($N_{кр}$), различное для разных элементов и зависящее от $\Delta\lambda$ и α , вычисляется методами теории вероятностей и служит критерием идентификации. Как правило, для действительно присутствующих в пробе элементов, возбуждаемых в условиях анализа, реальное число наблюдаемых линий его эталонного спектра превышает критерий $N_{кр}$, а для отсутствующих элементов этот критерий не достигается. Можно ограничиться проверкой совпадений не для всех, а лишь для небольшого числа (N) заранее отобранных аналитических линий каждого элемента. Правильные и устойчивые результаты качественного анализа многоэлементных проб получаются даже при $N=10$.

В докладе сообщается о разработанной в ОмГУ по заказу ООО «ВМК-Оптоэлектроника» системе компьютерного качественного анализа проб произвольного состава, реализующей вышеописанный алгоритм. Приборный комплекс включает спектрометр СТЭ-1 и анализатор МАЭС-10. Стандартный пакет Атом-3.1. дополнен новым модулем, включающим программу отбраковки случайных совпадений. Локальная база данных содержит длины волн 10-20 аналитических линий каждого элемента (пока что для 15 элементов). Найден относительно «универсальный» режим возбуждения и регистрации, который позволяет получать высококачественные дуговые спектры объектов (почвы и др.), пригодные для одновременного достоверного опознавания элементов пробы в автоматическом режиме на уровне 0,001% и выше. Обнаружение металлов, присутствующих на уровне ниже $10^{-4}\%$, пока что оказалось невозможным. Анализ единичной пробы занимает около 10 минут [3]. Новая СКИ успешно прошла проверку при расшифровке качественного состава стандартных образцов и почв, загрязненных тяжелыми металлами. Планируется проверка эффективности этой СКИ в масштабных эколого-аналитических исследованиях.

Литература

1. Шелпакова И.Р., Гаранин В.Г., Чаньшева Т.А. // Аналитика и контроль. 1998, т.1, №3, с.33-40.
2. Вершинин В.И., Топчий В.А., Наумов С.Е. // Журн. аналит. химии. 1987, т.42, №5, с. 637-645.
3. Вершинин В.И., Серебренников И.В. // Методы и объекты химического анализа. 2009, т.4, № 2, с.145-152.

ОЦЕНКА ДОСТОВЕРНОСТИ РЕЗУЛЬТАТА ПРИ ИДЕНТИФИКАЦИИ СМЕСЕЙ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ПО ОПТИЧЕСКИМ СПЕКТРАМ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАСПОЗНАВАНИЯ ОБРАЗОВ

О.Е. Головин, А.М. Киселев, И.О. Конюшенко, В.М. Немец, Д.Д. Никеев, А.С. Носов
Физический факультет Санкт-Петербургского государственного университета,
198504, Санкт-Петербург, Петродворец, ул.Ульяновская д.3, nemec_vm@mail.ru

Задача идентификации сложных соединений и их смесей достаточно часто встречается при решении проблем охраны окружающей среды. Характерным примером является задача поиска источника загрязнения природного объекта при наличии данных о всех возможных источниках. Важным источником информации в таких случаях являются оптико-спектральные характеристики веществ. Задача может быть решена путем сравнения спектров загрязняющего вещества со спектрами веществ, содержащихся в возможных источниках загрязнения. Основной проблемой в таких случаях является сложность спектров веществ (например, нефтепродуктов) и, как следствие, невозможность проведения полного анализа и сравнения состава всех рассматриваемых веществ. Одним из путей решения проблемы является использование методов распознавания образов (МРО). В этом случае производится сравнение не составов веществ, а их образов, в качестве которых выступают оптические спектры в целом. Такой подход в настоящее время пользуется определенной популярностью. Одной из его проблем с точки зрения аналитики является неопределенность метрологических характеристик – сложность определения возможной погрешности метода.

Для исследования возможностей МРО в задачах идентификации были сформированы две группы объектов – набор образцов растительных масел и набор образцов масел машинных. В качестве образов использовались оптические абсорбционные спектры в видимой области (300-760 нм) и ближнем ИК-диапазоне (1,5-2,5 мкм). Ввиду значительной размерности образов (большого числа длин волн, на которых измерялось поглощение – около 1000 для каждого диапазона) была проведена процедура сокращения размерности с использованием метода главных компонент (МГК). Для распознавания образов использовался аппарат проверки гипотез, основанный на теории Байеса. Для определения возможной ошибки идентификации была построена процедура численного интегрирования функций распределения условной вероятности по пространству главных компонент. В качестве «неизвестных» образцов, подлежащих идентификации использовались отдельно отобранные независимые образцы масел, не участвовавшие в построении обучающей базы. В результате работы процедуры были правильно идентифицированы все «неизвестные» образцы и подсчитана вероятность ошибки идентификации. При этом вероятность ошибки уменьшается по мере введения в рассмотрение большего числа главных компонент.

Основным результатом работы явилось создание законченной численной процедуры и реализация ее в виде компьютерного приложения, решающего задачу идентификации смесей сложных соединений с подсчетом вероятности ошибки идентификации.

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ПОКАЗАТЕЛЕЙ МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ПИТЬЕВОЙ, ПРИРОДНОЙ И ОЧИЩЕННОЙ СТОЧНОЙ ВОДЫ

Л.И. Горяева

Федеральное государственное унитарное предприятие
"Уральский научно-исследовательский институт метрологии"
620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4

В перечень показателей, характеризующих степень естественного или техногенного загрязнения питьевых, природных и сточных вод, входит значительное число различных химических элементов и неорганических ионов. Анализ водных объектов на содержание хлоридов, сульфатов, нитратов, фторидов, других анионов, а также на содержание техногенных металлов является одним из наиболее массовых видов производственного экологического контроля. При этом в силу сравнительно низкой временной стабильности состава проб водных объектов достоверность результатов контроля можно подтвердить только результатами контроля точности выполняемых измерений. Для измерений показателей состава различных объектов наиболее эффективным способом контроля точности получаемых результатов является анализ стандартных образцов (СО), близких по составу к анализируемым объектам. В отличие от таких объектов анализа как металлы, сплавы и другие вещества и материалы достаточно стабильного состава, создать СО на основе естественной воды практически невозможно. Удобным выходом из данного положения является создание стабильных СО-имитаторов, близких по минеральному составу к соответствующим типам вод.

Начиная с 2000 г. ФГУП "УНИИМ" приступил к разработке и производству стандартных образцов минерального состава природной воды. В настоящее время в Государственный реестр утвержденных типов СО внесены шесть типов подобных образцов. Аттестуемыми характеристиками СО являются массовые концентрации неорганических анионов, различных металлов, некоторых органических компонентов, химическое потребление кислорода, жесткость и т.п. (в зависимости от типа СО). Материал СО представляет собой механическую смесь органических и неорганических солей. При выборе исходных веществ для каждого типа СО принимают во внимание растворимость в воде, устойчивость состава каждого вещества, отсутствие взаимодействия между веществами после смешивания в сухом виде и после растворения в воде, слабую окраску получаемого раствора и другие факторы. В качестве вещества-основы, как правило, используют неорганические соли, имеющие хорошую растворимость в воде, химически инертные по отношению к другим компонентам материала СО, а также с большим значением предельно-допустимых концентраций (ПДК) их анионов в питьевой воде и природной поверхностной воде.

Каждый экземпляр СО представляет собой навеску вещества, предназначенную для получения 1 дм³ раствора путем растворения в дистиллированной воде. Проведенные исследования подтверждают стабильность материала СО в сухом виде, в упаковке в течение 3 – 5 лет при соблюдении условий хранения. Приготовленный раствор СО хранению, как правило, не подлежит. Состав растворов СО близок к минеральному составу природной поверхностной воды средней полосы России.

Применение стандартных образцов минерального состава воды при внутрилабораторном контроле и при проверках квалификации экоаналитических лабораторий посредством межлабораторных сравнительных испытаний показало, что данные СО являются эффективным средством обеспечения достоверности результатов измерений.

ИММУНОХИМИЧЕСКИЕ ТЕСТ-МЕТОДЫ ДЛЯ КАЧЕСТВЕННОГО И КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ

И.Ю. Горячева

Саратовский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского

Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) представляют собой приоритетную группу загрязнителей объектов окружающей среды и пищевых продуктов. Особенностью их присутствия в различных объектах являются, как правило, низкие концентрации, а так же одновременно присутствие нескольких ПАУ.

В связи с этим к методам определения ПАУ предъявляются высокие требования по чувствительности и селективности. В полной мере этим требованиям удовлетворяют хроматографические методы, особенно с масс-спектрометрическим и флуоресцентным детектированием. Однако эти методы требуют использования дорогостоящего оборудования, длительны и осуществимы только в лабораторных условиях.

Удачную альтернативу представляют иммунохимические тест-методы, которые могут быть реализованы непосредственно на месте отбора проб. Ограничением для применения существующих тест-методов для определения ПАУ в объектах окружающей среды является их недостаточная чувствительность.

В связи с этим нами были разработаны тест-методы, объединяющие иммуноаффинное концентрирование и иммунохимическое определение. Тесты разработаны как для качественного, так и для количественного определения. Чувствительность в оптимальных условиях составляет 4 нг бензо[а]пирена в 1 литре воды. Проведено сравнение различных подложек (органические и неорганические полимеры), визуального и инструментального дутуктирования, различных меток (пероксидаза хрена, наночастицы золота, квантовые точки), оценена специфичность данного метода.

В докладе будет проведено сравнение разработанных тестов, обсуждены достоинства и недостатки, рассмотрены перспективы применения.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 10-03-91168-ГФЕН_а.

Литература

1. Goryacheva I.Yu., Beloglazova N.V., Eremin S.A., Mikhirev D.A., Niessner R., Knopp D. Gel-based immunoassay for non-instrumental detection of pyrene in water samples // *Talanta* 2008. Vol. 75. N 2. P. 517-522.
2. Beloglazova N.V., Goryacheva I.Yu., Mikhirev D.A., de Saeger S., Niessner R., Knopp D. New immunochemically-based field test for monitoring benzo[a]pyrene in aqueous samples // *Anal. Sci.* 2008. Vol. 24. N. 12. P. 1613 – 1617.

ЛАЗЕРНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ И БИОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПРИРОДНЫХ СРЕДАХ

А.А. Гречников¹, А.Е. Кубасов¹, А.В. Пенто², С.С. Алимпиев²

¹ Учреждение российской академии наук Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского РАН, Москва, 119991, ул.Косыгина, 19. E-mail: agrech@bk.ru.

² Учреждение российской академии наук Институт общей физики им.

А.М. Прохорова РАН, 119991, Москва, ул. Вавилова, 38

Проблема определения следовых количеств органических и биологических соединений в объектах окружающей среды относится к числу наиболее актуальных. В последние годы для решения этой задачи развиваются новые масс-спектрометрические методы. К числу наиболее перспективных относится метод поверхностно активированной лазерной десорбции/ионизации. В этом методе определяемые соединения предварительно наносятся из раствора (при анализе жидкой фазы) или адсорбируются (при анализе газовой фазы) на поверхность специально приготовленной подложки – эмиттера ионов. Затем на поверхность эмиттера воздействуют импульсным лазерным излучением, что приводит к ионизации и десорбции ионов определяемых соединений. Полученные ионы анализируются масс-спектрометром.

Разработан масс-спектрометрический анализатор, основанный на поверхностно активированной лазерной десорбции/ионизации. Анализатор состоит из времяпролетного масс-спектрометра высокого разрешения с поперечным вводом ионов, импульсного Nd:YAG лазера (355 нм), системы сканирования лазерного луча и системы быстрой транспортировки подложки в вакуумную камеру, реализующей новый способ ввода пробы в масс-спектрометр. Способ основан на применении нескольких активных поверхностей, установленных симметрично на вакуумно плотном узле вращения. При вращении узла одна из поверхностей находится вне прибора, и на нее наносится анализируемая проба. Поверхность на противоположной стороне узла находится в ионном источнике масс-спектрометра, облучается лазером, а десорбированные ионы детектируются масс-спектрометром.

Конструкция анализатора предусматривает использование 3 различных способов нанесения анализируемой пробы на активную поверхность эмиттера ионов: электрораспылением, термодесорбцией, а также путем адсорбции из потока газа-носителя. Такой подход позволяет анализировать как летучие, так и нелетучие органические и биологические соединения.

Разработанный анализатор был апробирован при масс-спектрометрическом определении ряда органических и биологических соединений в природных водах и биологических жидкостях. В докладе приведены результаты определения аминов, гидразинов, аминокислот и азотсодержащих гетероциклов.

Показано, что отличительными особенностями масс-спектрометрического анализа исследованных аналитов являются: высокая вероятность ионизации, низкая степень фрагментации определяемых соединений и высокая селективность по отношению к соединениям с низким значением сродства к протону. Это позволяет анализировать пробы сложного состава без длительной и трудоемкой пробоподготовки. Пределы обнаружения при времени экспозиции 30 сек составляют 0,5-10 пг нанесенного на активную поверхность определяемого соединения.

Работа выполнена при поддержке Федерального агентства по науке и инновациям контракт № 02.522.12.2012 и гранта РФФИ №11-03-01080-а.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ И ИСПЫТАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ ШИМАДЗУ

И.Л. Гринштейн

С-Петербург, В.О., 8-я Линия, 29; e-mail: grin@analit-spb.ru; www.analit-spb.ru

Корпорация Шимадзу входит в первую тройку мировых производителей аналитического и испытательного оборудования. Крупнейшим в РФ генеральным дистрибьютором Шимадзу является компания АНАЛИТ, располагающая собственными лабораториями, сервис-центрами и складами в С-Петербурге, Нижнем Новгороде, Казани и Уфе. В качестве генерального дистрибьютора Шимадзу компания АНАЛИТ не только поставляет оборудование, но и проводит его пусконаладку, гарантийное и пост-гарантийное обслуживание, а также, обучение и методическую поддержку персонала лабораторий, использующих это оборудование.

Все поставляемые в Россию приборы Шимадзу внесены в ГОСРЕЕСТР РФ, имеют описания и программное обеспечение на русском языке. Перечень продукции Шимадзу, поставляемой в РФ и страны СНГ, чрезвычайно широк и включает следующие типы приборов:

- Спектрофотометры для работы в видимой, ультра-фиолетовой и ближней ИК области спектра;
- Спектрофлуориметры;
- ИК-Фурье спектрометры;
- Атомно-абсорбционные спектрометры;
- ИСП-спектрометры
- Газовые хроматографы и хроматомасс-спектрометры;
- Жидкостные хроматографы и хроматомасс-спектрометры, в том числе с одностадийным и тройным квадрупольми, а также, класса ИТ-ТОФ;
- Анализаторы общего органического углерода и общего азота;
- Искровые оптические эмиссионные спектрометры;
- Рентгеновские приборы (волновые и энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры, рентгеновские дифрактометры)
- Электронные микроанализаторы (микрозонды);
- Лазерные анализаторы размеров частиц;
- Атомно-силовые микроскопы;
- MALDI-TOF масс-спектрометры и другое оборудование для биотехнологических исследований;
- Испытательные машины и другое оборудование.

Особое внимание следует обратить на новые модели приборов Шимадзу, появившиеся на российском рынке в последние годы. Газовые хроматографы GC-2010Plus и газовые хроматомасс-спектрометры QP-2010Ultra, жидкостные хроматографы серий LC-20 и LC-30, жидкостный хроматомасс-спектрометр с тройным квадрупольм LCMS-8030, анализатор размеров суб-наночастиц IG-1000, атомно-абсорбционный спектрометр AA-7000, электронный микрозондовый анализатор EPMA-1720, MALDI-TOF масс-спектрометры серии AXIMA – это действительно приборы двадцать первого века с уникальными аналитическими характеристиками, сверх-надежной японской электроникой и оптимальным соотношением цена/качество. Их отличительная черта – высочайшие чувствительность и скорость в сочетании с надежностью получаемых результатов, простотой и удобством в работе.

ПОЛЕВОЙ ЭКОЛОГИЧЕСКИЙ ГАЗОАНАЛИТИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ

В.М. Грузнов

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука СО РАН,
630090, г. Новосибирск, проспект Академика В.А.Коптюга, 3

Необходимость анализа «на месте» при проведении экологического контроля давно осознана, как отмечается в недавно вышедшей в свет книге «Внелабораторный химический анализ» под редакцией академика Ю.А.Золотова. В докладе рассмотрены сложившееся на сегодня представление такого анализа с использованием экспрессной подготовки проб и портативных газовых хроматографов для экспрессного мониторинга. Основное внимание уделено видам экспрессной пробоподготовки и пробоотбору во внелабораторных условиях, уровням порога определения вредных веществ при условии анализа в реальном масштабе времени в пределах от нескольких десятков секунд до 100 секунд. Рассмотрены анализ питьевой воды, на содержание хлороорганических и ароматических веществ, фенола; анализ почвы и древесины; экспрессной отбраковки спиртных напитков; анализ воздуха в рабочей зоне промышленных производств, включая химические лаборатории; частично рассмотрен анализ продуктов питания. **Основные результаты.** (1) Для определения хлороформа в питьевой воде при прямом вводе пробы воды в газовый хроматограф с ЭЗД определено, что добавка в газ-носитель аргон 20% азота (для исключения провала нулевой линии) обеспечивает предел определения хлороформа 30 мкг/л пробы, что достаточно для оперативного определения загрязнения воды в режиме скрининга. (2) При экстракции пентаном порог определения хлороформа понижается до 6-7 мкг/л (0,1 ПДК). (3) Методом анализа равновесного пара (АРП) порог определения хлороформа в питьевой воде понижается до 0,5 мкг/л. (4) Методом АРП порог определения бензола при использовании схемы ГХ-ПИД достигнут на уровне 0,5 мкг/л - в 20 раз ниже ПДК. (5) В определении бензола, толуола, ксилолов в почве методом АРП достигнут порог 10^{-8} г/г. Подготовка равновесного пара осуществлялась путем смешивания почвы с дистиллированной водой и отстаивания в течение 15 минут при комнатной температуре. (6) Показана возможность определения наличия консервантов в древесине на уровне 10-100 пг / см² путем несложной пробоподготовки помещением нагретого концентратора на поверхность древесины. **Обсуждение.** Время анализа проб во всех исследованиях не превышало 30-ти секунд, что обеспечивало возможность набора статистики за короткое время. Примененные методы подготовки проб во внелабораторных условиях с одной стороны не гарантируют малых погрешностей измерения, с другой стороны их экспрессность обеспечивает мониторинг загрязнений в режиме скрининга для принятия оперативных решений о наличии или отсутствии превышения ПДК уровня загрязнений. Особенно это важно для экстренных определений ареала загрязнений или их динамики во времени. На основе полученных результатов могут быть сформированы планы периодического экологического мониторинга окружающей среды, который бы отвечал первоначальному значению этого термина – как «предупреждение»!

ИММУНОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕХНОГЕННЫХ НАНОЧАСТИЦ И ТОКСИЧНЫХ ВЕЩЕСТВ

Б.Б. Дзантиев

Институт биохимии им. А.Н. Баха РАН, 119071 Москва, Ленинский проспект, 33

В докладе представлены результаты исследований по разработке методов детекции и идентификации техногенных наночастиц для контроля контаминации объектов окружающей среды и поражения живых организмов. Разработаны протоколы пробоотбора и подготовки материала к измерениям. Сформирован комплекс взаимодополняющих аналитических методик, включающий методы электронной микроскопии, атомно-силовой микроскопии, хроматографические и спектрофотометрические методы. Осуществлена разработка методик выявления локализации наночастиц в органах и тканях с учетом особенностей типовых наночастиц разных классов. Охарактеризованы особенности детекции наночастиц в пищевой продукции. С использованием данных методов изучено распределение наночастиц по органам, тканям и биологическим жидкостям животных в экспериментах по острой и хронической токсичности.

В рамках работ по детекции техногенных наночастиц сформирована реагентная база и разработан метод иммуноферментного анализа (ИФА) фуллеренов. Необычная структура фуллеренов и связанная с ней плохая растворимость в воде и других полярных растворителях затрудняет использование стандартных протоколов иммуноанализа для детекции этих соединений. Для аналитических целей синтезированы конъюгаты карбоксильных производных фуллерена с белковыми носителями. Получено 8 клонов антител, подтверждена их специфичность к фуллерену. Показана возможность количественной детекции методом непрямого конкурентного твердофазного ИФА конъюгатов фуллерен-белок и ряда препаратов, получаемых при солубилизации фуллерена C₆₀. Разработана методика экстракции из сложных матриц и получения стабильного раствора фуллерена в водно-органической среде, совместимой с условиями ИФА.

Проведена характеристика наночастиц коллоидного золота как носителей для иммобилизации специфических реагентов и как средств усиления сигнала в иммунохимических методах анализа. Изучено влияние условий иммобилизации антител на частицах коллоидного золота на состав и реакционную способность получаемых конъюгатов. Рассмотрено влияние состава конъюгатов на термодинамические и кинетические параметры их взаимодействия с антигенами и на предел обнаружения антигенов в иммуноанализе. Сопоставлены тест-системы с фотометрической детекцией нанодисперсного маркера (коллоидное золото) и флуоресцентной детекцией маркеров (квантовые точки). Для иммунохроматографического анализа и анализа с регистрацией поверхностного плазмонного резонанса (биосенсорная система Biacore) охарактеризованы возможности усиления сигнала при использовании комплексов антитело – конъюгат антивидового антитела с коллоидным золотом. На примерах систем контроля содержания микотоксинов в сельскохозяйственной продукции показана возможность десятикратного снижения предела обнаружения при использовании конъюгатов антивидовых антител. При этом время определения составляет от 10 мин (иммунохроматография) до 25 мин (биосенсорный иммуноанализ). Охарактеризованы аналитические параметры разработанных методов определения микотоксинов (охратоксин А, афлатоксин В₁, заераленон) и пестицидов (триазиновые гербициды).

Работы выполнены при поддержке Федеральных целевых программ «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации на 2008-2011 годы» (ГК 01.648.11.3003, 01.648.11.3006, 01.648.12.3022, 01.648.12.3023) и «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы» (ГК 16.512.11.2125).

АВТОМАТИЧЕСКИЙ ХИМИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД

Н.А. Дудина

ООО «ТЕХНОАНАЛИТ», 105062, Москва, ул. Покровка, 42, стр. 5А

В настоящее время, когда состав природных вод, благодаря необдуманной деятельности человека, значительно ухудшился, процесс получения качественной питьевой воды представляет собой сложный и высокочувствительный производственный процесс. Стоимость обработки воды в большой степени зависит от вида и состава загрязнителей.

Увидеть реальную картину состояния воды, поступающей в городской водопровод, и, следовательно, оперативно отреагировать на опасное загрязнение можно только с помощью автоматических анализаторов воды, работающих непрерывно и дающих представление о качестве воды в каждый момент времени. Важнейшими показателями качества воды являются такие интегральные показатели как мутность, цветность, величина рН, содержание солей, растворенный кислород и широкая палитра растворенных органических веществ, являющихся, главным образом, продуктами цивилизации.

Основным загрязнителем природных водоисточников являются сточные промышленные и хозяйственные воды. Предотвратить загрязнение водоисточника, оперативно реагируя на изменение качества сбрасываемых вод, практически невозможно без хорошо организованной системы автоматического химического контроля.

Информация от автоматических анализаторов может поступать одновременно на рабочий стол оператора, руководству предприятия и в контролирующие органы. В памяти анализатора может сохраняться до 3000 измеренных значений, что очень полезно при анализе аварийных ситуаций.

В докладе освещается возможность создания на базе надежных автоматических анализаторов систем комплексного химического контроля вод питьевых водоисточников а также организация постов контроля количества и качества сбросов промливневых и очищенных сточных вод .

ТЕРМИНОЛОГИЯ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ: РАЗРАБОТКА ИНТЕГРИРОВАННОГО ОНТОЛОГИЧЕСКОГО ЭЛЕКТРОННОГО РЕСУРСА ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

В.П. Колотов, В.И. Широкова, М.В. Аленина, И.Н. Киселева, А.В. Садовников*

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

*Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова РАН

Новая концепция семантического Интернета (Semantic Web) подразумевает размещение в сети онтологий, которые несут структурированную и формализованную информацию (в общем случае знания) которая может обрабатываться компьютерами. Онтологию определяют как формальную спецификацию согласованной концептуализации (т.е. общей для некоторого сообщества). Создание онтологий один из наиболее сложных аспектов построения семантической сети. При этом согласно существующему мнению предметные онтологии должны разрабатываться сообществом специалистов в той или иной области. Разработка онтологий, подразумевающих переход к семантически значимому представлению информации, является ведущим направлением развития информационных технологий вообще и особенно в предметных областях знаний, отличающихся терминологическим разнообразием и спецификой терминообразования. Имея в виду, что методы аналитической химии часто используется для сертификации различных материалов, продуктов питания, контроля состояния окружающей среды и т.д., то описание аналитических процедур, представление результатов анализа, а значит, и соответствующая терминология, строго регламентированы уполномоченными органами, как национальными (ГОСТ), так и международными (ISO, IUPAC и др.). Поэтому терминологическое обеспечение аналитической химии является заметно более продвинутым по сравнению с другими научными дисциплинами.

В качестве первого шага на пути создания онтологии нами разработан многоязычный тезаурус ключевых терминов по общим вопросам аналитической химии, основанный на реляционной модели взаимосвязи сущностей (база данных SQL), в котором терминология из разных официальных источников (около десяти) интегрирована в ней на семантической основе, что сделано впервые. Благодаря выполненному анализу дефиниций определены родовидовые отношения терминов (отношения «выше-ниже»), определена симметричная ассоциация понятий, а термины разделены на ряд категорий (дескрипторы понятий, наборы синонимов различной близости к понятию, антонимы и др.). Реализация этих особенностей тезауруса заложила фундамент для разработки лексической онтологии.

Анализ иерархии терминов позволяет выявить некоторые невязки и неточности терминологии и дать рекомендации по их устранению (например, необходимость уточнения дефиниций терминов). Здесь имеется в виду, что дефиниции терминов, описывающих понятия более высокого порядка, должны включать базовые термины из глоссария, а не являться произвольным текстом, даже близким по смыслу.

Тезаурус опубликован в Интернете для ознакомления и обсуждения <http://www.wssanalytchem.org/ontology> и, по сути, является полноценной онтологией лексического уровня, впервые разработанный в области аналитической химии. Наличие лексической онтологии обеспечивает основу для разработки формально-логической онтологии, основанной на создании таксономической модели данных/процессов, отражающих специфику формирования знаний в области аналитической химии.

Работа выполняется при поддержке грантов РФФИ № 08-03-00893-а, №11-03-01136-а

ОРГАНИЗАЦИЯ МЕРОПРИЯТИЙ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ В РП ОЧ РН С УЧЕТОМ ЗАКОНА «О РАЙОНАХ ПАДЕНИЯ КОСМИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ»

А.Д. Кондратьев

ФГУП «Центр эксплуатации объектов наземной космической инфраструктуры»,
г. Москва, ул. Щепкина д.42, стр. 1,2, ГСП-6, 107996

Мероприятия, обеспечивающие экологическую безопасность при эксплуатации районов падения условно можно разделить на информационные, организационные и технологические.

Информационные мероприятия включают в себя:

проведение разъяснительной работы с населением, проживающим в зоне расположения районов падения, и местными органами власти;

своевременное информирование заинтересованных органов власти о проведении пусков, мероприятиях проводимых на территориях районов падения, результатах экологических обследований;

информирование исполнительных органов власти в области космической деятельности и организации ответственные за эксплуатацию районов падения о планах развития территорий, где расположены районы падения, хозяйственной деятельности и демографической ситуации на сопредельных территориях.

Организационные мероприятия это координация деятельности, которая имеет отношение к эксплуатации районов падения между исполнительными органами власти в области космической деятельности и организациями ответственными за эксплуатацию районов падения и органами власти субъектов, на территории которых расположены районы падения, Это касается вопросов эвакуации населения из районов падения, в период проведения пусков, поиску и эвакуации фрагментов отделяющихся частей для последующей утилизации, медицинского обеспечения населения, экологического обследования территорий.

Технологические мероприятия включают в себя выбор транспортных средств и маршрутов для доступа в район падения, технологии поиска и транспортировки фрагментов ОЧ РН, средства регистрации мест падения ОЧ РН, технологии детоксикации проливов токсичных КРТ и загрязненных фрагментов ОЧ, средства и методики экологических исследований.

Принятие закона «О районах падения космических объектов» обеспечит упорядочивание вопросов отведения, эксплуатации и ликвидации районов падения и определит полномочия федеральных органов власти и органов власти субъектов федерации в области обеспечения безопасности, в том числе экологической. При отведении районов падения разрабатываются обосновывающие материалы, в том числе оценка воздействия на окружающую среду. Решение об отведении района падения принимается правительством. Для района падения разрабатываются нормативы природопользования. Проведение работ по поиску и эвакуации ОЧ РН, природоохранных мероприятий в местах падения экологическое обследование территории обеспечивает предприятие, эксплуатирующее район падения. Органы исполнительной власти субъектов обеспечивают информирование органов местного самоуправления и населения, эвакуацию людей, находящихся на территории района падения в период проведения пусков, контроль мест падения ОЧ и определяют маршруты эвакуации ОЧ. Федеральный орган исполнительной власти, осуществляющий реализацию полномочий по обеспечению использования районов падения осуществляет надзор и контроль за полнотой и качеством осуществления органами государственной власти субъектов полномочий, определенных законом.

АВТОМАТИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ УСКОРЕННОЙ ПРОБОПОДГОТОВКИ В ЭКОЛОГИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ

М.И. Косткина, М.Н. Ахунова

ООО «АвтоЛаб»

199178, Россия, Санкт-Петербург, Малый пр. В.О., д. 58А, info@ecolabavto.ru

Автоматические системы ускоренной пробоподготовки производства компании Fluid Management Systems Inc. (FMS), США предназначены для подготовки образцов различной природы и сложности к определению стойких органических загрязнителей, таких как полихлорированные диоксины, фураны и бифенилы, полициклические ароматические углеводороды, пестициды, фталаты и др.

Данное оборудование объединяет и автоматизирует три основных этапа пробоподготовки в едином комплексе: жидкостная/твердофазная экстракция, очистка экстракта методом сорбционной и/или гель-проникающей хроматографии и концентрирование образца. Высокая степень извлечения анализируемых веществ и устранение влияния мешающих примесей обеспечивают низкий предел обнаружения, точность, достоверность и воспроизводимость анализа.

Автоматизация всего процесса пробоподготовки, минимизация времени и эксплуатационных расходов, снижение необходимых требований к квалификации обслуживающего персонала и классу аналитического измерительного прибора делают оборудование FMS незаменимым инструментом для анализа стойких органических загрязнителей в объектах окружающей среды, пищевых продуктах, сельскохозяйственной продукции и др.

Системы пробоподготовки FMS производятся уже более 20 лет, поставлены и успешно работают во многих лабораториях различных стран мира, рекомендованы к использованию Агентством по экологической безопасности США (EPA), государственными стандартами Российской Федерации, Китая.

В Российской Федерации оборудование поставлено и успешно используется в лаборатории Российского научно-исследовательского центра чрезвычайных ситуаций ФМБА Минздрава РФ, Государственного научно-исследовательского института органической химии и технологии, Научно-исследовательского центра экологической безопасности РАН, Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д.И. Менделеева, Центра гигиены и эпидемиологии в Ленинградской области.

Производственно-инжиниринговая компания «АвтоЛаб» является эксклюзивным дистрибьютером фирмы Fluid Management Systems Inc. (США) и оказывает полный цикл услуг по поставке оборудования: монтаж, пуско-наладка, сервисное обслуживание, внедрение методик и обучение персонала.

АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ СИСТЕМ КОНТРОЛЯ И МОНИТОРИНГА ЗАГРЯЗНЕНИЙ ВОЗДУХА

А.И. Крылов

*ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005 Санкт-Петербург,
Московский пр., д.19*

E-mail: akrylov@b10.vniim.ru;

С развитием новых отраслей промышленности, ростом номенклатуры выпускаемых и используемых веществ постоянно расширяется и перечень веществ, относимых к категории приоритетных загрязнителей воздуха. В свою очередь, это требует развития и внедрения аналитического обеспечения соответствующего новым реалиям и вызовам. К настоящему времени можно выделить несколько основных направлений, определяющих уровень и тенденции в химико-аналитических измерениях воздуха.

Прежде всего, это разработка и совершенствование приборов, позволяющих проводить измерение искомым анализом непосредственно в воздухе (без специальных систем концентрирования). В качестве примеров можно привести стационарные автоматические системы мониторинга загрязнений атмосферного воздуха, оснащенные различного типа газоаналитическими приборами (как правило, для измерений окислов азота и серы, аммиака, оксида углерода и т.п.). Также широко используются мобильные и портативные приборы для измерения различных, в том числе и, так называемых, интегральных показателей (сумма углеводородов, сумма «ароматики» и т.п.). Для обеспечения мониторинга некоторых, сравнительно новых, групп веществ (парниковые газы, озоноразрушающие вещества, прекурсоры озона и др), проводится совершенствование существующих и развитие новых методических решений. Следует отметить основные ограничения, связанные с ошибками измерений при использовании газоаналитической техники, часто обусловленными не всегда корректно регламентируемыми перечнями задач, для которых она предназначена и границами ее применения.

Отбор проб с предварительным концентрированием, пожалуй, наиболее широко применяется в практике современного аналитического контроля загрязнений атмосферного воздуха, воздуха рабочей зоны и промвыбросов. Эти подходы реализованы в многочисленных утвержденных методиках измерений, предусматривающих анализ отобранных таким образом проб в лабораторных условиях. Чаще всего для этих целей используется техника активного пробоотбора с использованием различного типа поглотителей на основе растворения, сорбции, хемосорбции и т.д. В лабораторных условиях, для анализа отобранных проб применяются традиционные методики анализа: спектрофотометрия, атомно-абсорбционная и атомно-эмиссионная спектрометрия, хроматография, а также, в качестве методов высшей точности – масс-спектрометрия (в том числе с изотопным разбавлением).

В последние годы все большее внимание уделяется развитию и внедрению методов пассивного пробоотбора. Использование этих методов начиналось с решения проблем контроля воздуха рабочей зоны, однако в последнее десятилетие эти подходы были развиты и для атмосферного воздуха. В силу сравнительно невысокой стоимости, отсутствия необходимости использования специальной техники эти методы находят все большее применение и при мониторинге загрязнений атмосферного воздуха. В качестве примера можно привести соответствующие системы мониторинга в Санкт-Петербурге.

В целом следует отметить также существующую тенденцию к гармонизации существующего в РФ и международного аналитического обеспечения контроля качества воздуха. Это касается и технологии отбора проб, включая активный и пассивный пробоотбор, и унификации систем мониторинга загрязнений воздуха, и применения универсальных методик измерений, в том числе, на основе ГХ/МС.

СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ МИКРОЭКСТРАКЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ТОКСИКАНТОВ

В.А. Крылов^{1,2}, А.В. Крылов¹, П.В. Мосягин¹, Л.В. Бочкарева¹, Ю.О. Маткивская¹

¹Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 603950,
г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, д. 23

²Институт химии высокочистых веществ Российской академии наук
603950, ГСП-75, Нижний Новгород, ул. Тропинина 49

E-mail: k658995@mail.ru

Концентрирование традиционной жидкостно-жидкостной экстракцией требует больших объемов экстрагентов, которые являются дорогостоящими, а зачастую и очень токсичными. В связи с этим получили развитие методы микроэкстракционного концентрирования. Микроэкстракционное концентрирование нашло широкое применение для определения самых разнообразных органических токсикантов. Микроэкстракционное концентрирование позволяет уменьшить объема экстрагента до капельного объема (1-50 мкл). Разработаны три разновидности микроэкстракционного концентрирования – классическая капельная экстракция (капля на кончике иглы), капиллярно-мембранная экстракция, экстракция с диспергированием экстрагента. Классическая капельная экстракция существует более десяти лет и имеет несколько вариантов реализации, основным из которых является концентрирование из большого объема (0.5 мл-2 мл) в каплю (0.5-2 мкл). В последние пять лет ей посвящено 34 % всех публикаций по микроэкстракционному концентрированию. Появление капельно-мембранного подхода связано с необходимостью повышения стабильности экстракционного процесса (28 % публикаций). Еще большими потенциальными возможностями обладает концентрирование с диспергированием экстрагента. Доля публикаций по этому методу составляет 38 % и продолжает увеличиваться. Этот способ экстракции позволяет резко повысить скорость массообмена и, следовательно, экспрессность анализа и величину коэффициента концентрирования примесей. Проведены обширные исследования по изучению влияния природы экстрагента, солевых добавок, перемешивания, температуры и других факторов на эффективность микроэкстракционного концентрирования. Микроэкстракционного концентрирование органично сочетается с самыми различными аналитическими окончаниями: газовой хроматографией, хромато-масс-спектрометрией, жидкостной хроматографией, атомной абсорбцией, масс-спектрометрией с индуктивно-связанной плазмой, атомно-эмиссионной спектроскопией с индуктивно-связанной плазмой, УФ-спектроскопией.

В работе приведены оригинальные экспериментальные материалы по микроэкстракционному концентрированию хлорорганических веществ, бензола и его гомологов, а также полициклических ароматических углеводородов. Достигнутые пределы хромато-масс-спектрометрического обнаружения этих веществ с микроэкстракционным концентрированием составляют 10^{-11} - 10^{-12} % масс.

НОРМАТИВНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ВОДЫ

Н.К. Куцева, А.В. Карташова, А.В. Чамаев
ЗАО «РОСА» 119297, Москва, ул.Родниковая, д.7, стр.35

Под качеством воды понимают совокупность ее свойств, обусловленных характером и концентрацией содержащихся в воде примесей. Контроль качества воды осуществляют путем проведения физико-химических и биологических исследований и сопоставления результатов анализа с нормируемыми уровнями допустимых содержаний (ПДК – предельно допустимая концентрация, ОБУВ – ориентировочно безопасный уровень воздействия, ОДУ – ориентировочно допустимый уровень).

Различают три основных типа воды:

- питьевая вода;
- природная вода;
- сточная вода.

Требования к качеству воды различных типов устанавливаются соответствующими нормативными документами в ранге СанПин, ГОСТов, ОСТов, ГН, ТУ, ТИ, Правил и проч. С годами нормирование качества воды становится всё более скрупулезным и включает всё новые показатели. При этом состояние одного и того же водного объекта в нашей стране может одновременно нормироваться несколькими, порой противоречивыми документами, составленными разными ведомствами, нормативы часто отменяются, корректируются, заменяются новыми.

Качество питьевой воды централизованных систем водоснабжения нормируется Санитарными правилами и нормами (СанПиН) 2.1.4.1074-01, СанПиН 2.1.4.2496-09 и СанПиН 2.1.4.2580-10.

Для питьевой воды нецентрализованного водоснабжения нормативы устанавливает СанПин 2.1.4.1175-02, а для питьевой воды, расфасованной в емкости, СанПиН 2.1.4.1116-02, СанПиН 2.1.4.2581-10 и СанПиН 2.1.4.2653-10. Требования к качеству минеральных питьевых лечебных и лечебно-столовых вод приведены в ГОСТ 13273-88.

СанПиН 2.1.5.980-00 устанавливает общие требования к охране поверхностных вод, ГН 2.1.5.1315-03, ГН 2.1.5.1315-03 и ГН 2.1.5.2280-07 определяют требования к водным объектам хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования, нормативы для водных объектов рыбохозяйственного значения утверждены приказом № от 18 января 2010 г. Федерального агентства по рыболовству.

Требования к сточным водам, принимаемым в городскую канализацию, устанавливаются для каждого региона.

В настоящее время на рассмотрение в Государственную думу РФ внесён проект Федерального закона «О водоснабжении и канализации», где в части регулирования качества питьевой воды говорится, что до вступления в силу требований к качеству питьевой воды, утвержденных Правительством Российской Федерации, либо технического регламента о безопасности питьевого водоснабжения применяются действующие Санитарные правила и гигиенические нормативы. Проект ФЗ устанавливает перечень нормируемых в сточной воде показателей. При этом отмечается, что нормативы допустимых сбросов загрязняющих веществ через централизованные системы канализации устанавливаются территориальным органом, осуществляющим государственный экологический контроль.

АГРОЭКОЛОГИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ УГОДИЙ: КОНТРОЛЬ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЧВ

М.И. Лунёв

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

Агроэкологический мониторинг почв сельскохозяйственных угодий как система регулярных и долгосрочных наблюдений в пространстве и во времени за изменением состояния почв, процессами и явлениями, происходящими в них, является наиболее важным элементом обеспечения экологической безопасности в сельскохозяйственном производстве. Он позволяет оценивать и прогнозировать изменения качества основного производственного ресурса сельского хозяйства - земель сельскохозяйственного назначения (точнее, плодородного слоя сельскохозяйственных угодий) применительно к условиям жизнедеятельности человека в рамках отдельных территорий и страны в целом.

В процессе использования средств химизации сельскохозяйственного производства и при иных антропогенных воздействиях происходит накопление загрязняющих веществ в почвах сельскохозяйственных угодий. Наиболее распространенными токсикантами, контролируемые в почвах ведомственными службами Минсельхоза, являются остаточные количества пестицидов и тяжелые металлы. В зависимости от ситуации выполняются также работы по таким загрязняющим веществам, как искусственные радионуклиды, стойкие органические загрязнители, нефть и нефтепродукты и др.

Важным этапом в решении задач мониторинга химических загрязнений окружающей среды и сельскохозяйственной продукции является определение содержания загрязняющих компонентов в контролируемых объектах и средах. В ряде случаев альтернативой такому определению является установление степени воздействия компонента (компонентов) на некую тест-систему. Иными словами, в процессе контроля определяется количество либо массы токсиканта (выраженной в виде концентрации), либо проявления его биоактивности. Для определения первого показателя используют, как правило, физико-химические методы, второго – биологические.

В агрохимической службе и других службах Минсельхоза за многие годы сложилась определенная аналитическая практика при проведении контроля загрязнения почв. Так, при определении остаточных количеств пестицидов и стойких органических загрязнителей наиболее широко применяются хроматографические методы. При этом спектр используемого хроматографического оборудования весьма широк и включает как современные газовые и жидкостные хроматографы отечественного и зарубежного производства, так и простейшее оборудование для тонкослойной хроматографии. При проведении контроля содержания тяжелых металлов широко используется метод атомно-абсорбционной спектроскопии, в последние годы все большее распространение получают методы рентгено-флуоресцентного анализа, инверсионной вольтамперометрии и др.

В оценке и интерпретации результатов агроэкологического мониторинга важную роль играет нормативное обеспечение. Эффективность и результативность нормативов допустимого содержания токсикантов в почве сельхозугодий зависит от степени их дифференциации и учета условий применения. Так, разработка ПДК в почве для ряда гербицидов по разным критериям негативного воздействия, ориентировочных допустимых концентраций для некоторых тяжелых металлов с учетом мехсостава и кислотности почвы дает возможность дифференцировать оценку загрязнения почв этими токсикантами.

В качестве иллюстраций показаны результаты контроля загрязнения почв сельхозугодий остаточными количествами стойких хлорорганических пестицидов и отдельными тяжелыми металлами.

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ ТИПА «ЭЛЕКТРОННЫЙ ЯЗЫК» ДЛЯ ЭКСПРЕСС-ИДЕНТИФИКАЦИИ СОСТАВА И ПРИРОДЫ СТОЧНЫХ ВОД

В.Н. Майстренко, А.В. Сидельников

Башкирский государственный университет,
450074, Уфа, ул. Заки Валиди, 32, БашГУ, химфак, E-mail: V_maystrenko@mail.ru

Многие проблемы применения вольтамперометрии в экоаналитическом контроле, связанные с недостаточной селективностью сигнала, можно разрешить, если вместо одного электрода использовать несколько, имеющих различные характеристики сигналов. За такими системами закрепилось название «мультиэлектродные системы» или «электронный язык». Побудительными мотивами применения таких систем, являются:

- расширение перечня определяемых соединений;
- одновременное определение нескольких соединений, сигналы которых частично перекрываются друг с другом и с сигналами матричных или мешающих компонентов;
- установление значений сигналов нескольких компонентов, взаимно влияющих друг на друга;
- получение непараметрической информации, связанной с химическим составом и качеством объекта анализа.

Первые две системы не отличаются от традиционных вольтамперометрических систем. Другие же – предполагают обработку массива данных измерений с помощью методов хемометрики, особенно в случае нелинейных и многопараметрических концентрационных зависимостей сигнала, и выделение сигналов индивидуальных соединений. Отдельный интерес представляют вольтамперометрические системы, призванные решать задачи, связанные с установлением различий и близости объектов по априорным или апостериорным критериям, которые применяются в вольтамперометрических экспертных системах типа «электронный язык».

В докладе рассмотрены наиболее часто применяемые в экологическом контроле «интеллектуальные» вольтамперометрические системы, приведены примеры обработки данных вольтамперометрических измерений, основанные на математическом и статистическом моделировании [1, 2]: нейронные сети прямого распространения, искусственные нейронные сети, построенные на основе теории адаптивного резонанса, метод главных компонент и др. Большое внимание уделено вольтамперометрическим устройствам типа «электронный язык», приведены примеры их использования в электрохимическом анализе для идентификации состава и идентификации природы многокомпонентных растворов электроактивных и неэлектроактивных веществ, сточных вод, рассмотрены перспективы развития исследований в данной области, применяемые электроды, способы их модифицирования, модулирования сигналов, аппаратура.

Рассмотрены также примеры применения проточных вольтамперометрических систем типа «электронный язык» в контроле производственных процессов *on line* и *in line*, в том числе сточных вод ЦБК.

Литература

1. Будников Г. К., Евтюгин Г. А., Майстренко В. Н.. Модифицированные электроды для вольтамперометрии в химии, биологии и медицине. М.: БИНОМ, 2010. С. 213.
2. Сидельников А. В., Зильберг Р. А., Кудашева Ф. Х., Майстренко В. Н. и др. Журн. аналит. химии, 2008, Т. 63, с. 1072.

ХИМИЧЕСКАЯ ИДЕНТИФИКАЦИЯ В ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

Б.Л. Мильман

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», Московский пр., 19, 190005 Санкт-Петербург, Россия; bmilman@mail.rcom.ru; milman@b10.vniim.ru

В докладе рассмотрены (1) общие принципы идентификации химических соединений и образцов, содержащих эти соединения, и (2) проблемы идентификации, встречающиеся в анализе объектов окружающей среды и экоаналитических исследованиях в целом. Эти проблемы актуальны вследствие значимости указанных исследований; бурного развития инструментальных методов анализа и хемоинформатики; необходимости обеспечения качества химического анализа, частью которого является качественный/идентификационный анализ.

Принципы идентификации основаны на теории проверки гипотез (идентификационных гипотез), обеспечивающей формулировки соответствующих результатов (правильные/ложные положительные/отрицательные результаты) и оценку возможных ошибок (ошибки I и II рода). Методы качественного анализа/идентификации характеризуются показателями (долей) указанных результатов. В скрининговых методах доля правильных результатов - менее 100 %; дополнительно требуется применение подтверждающих методов, исключающих ложные результаты. Для подтверждения в молекулярном анализе рекомендовано сочетание хроматографии и масс-спектрометрии.

Применение этой комбинации методов особенно важно при анализе проб неизвестного состава. Пример такой разновидности анализа - идентификация новых («появляющихся», «emerging») загрязнителей. Рассматриваются различные стратегии идентификации, в т.ч. основанные на новых вариантах сочетания указанных методов, включающих ультраэффективную жидкостную хроматографию, тандемную масс-спектрометрию и масс-спектрометрию высокого разрешения. Для формулирования идентификационных гипотез, т.е. поиска соединений – кандидатов на идентификацию, существенное значение имеют химические базы данных.

Самостоятельный вид качественного анализа – идентификация/классификация самих анализируемых проб, называемая качественным анализом II. Принимаются во внимание присутствие в пробе специфичного соединения или специфичные/диагностические соотношения между концентрациями нескольких компонентов проб. Также распространена многомерная классификация с использованием анализа основных компонентов и родственных статистических методов. Примеры такого качественного анализа – идентификация источников загрязнений (прежде всего, нефтяных загрязнений) и классификация отходов.

Обсуждается «хорошая идентификационная практика» («good identification practice»), которая представляет собой совокупность процедур и мероприятий, обеспечивающих качество идентификации. К ним относятся «метрологизация» идентификации, оценка ее ошибок, стандартизация инструментальных параметров, контроль качества аналитических данных, валидация методик и подходов к анализу, анализ контрольных проб и участие в межлабораторных сличительных экспериментах.

Литература

1. Мильман Б.Л. Введение в химическую идентификацию. СПб: ВВМ, 2008.
2. Milman B.L. Chemical Identification and its Quality Assurance. Berlin: Springer, 2011.

ПЬЕЗОКВАРЦЕВЫЙ ИММУНОСЕНСОРА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛДРИНА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Ю.В. Нартова, С.А. Еремин, Т.Н. Ермолаева
Липецкий государственный технический университет,
398600 г. Липецк, ул. Московская, 30, каф. химии

Хлорорганический пестицид алдрин относится к высоко токсичным и стойким органическим загрязнителям, устойчивым в окружающей среде, поэтому в настоящее время он запрещен для применения в сельском хозяйстве. Однако до настоящего времени он продолжает обнаруживаться в почве, винограде, виноградном соке и вине. Известные к настоящему времени методики определения алдрин характеризуются недостаточной чувствительностью, селективностью и экспрессностью. В этой связи необходимы дополнительные исследования по созданию простых, высокопроизводительных и экономичных способов определения алдрин в сельскохозяйственных продуктах и объектах окружающей среды.

Предложен пьезокварцевый иммуносенсор для определения алдрин в конкурентном формате в режиме “dip and dry”. Изучены условия формирования биорецепторного слоя на основе алдрин-белковых конъюгатов, полученных сшивкой бычьего сывороточного альбумина (BSA) с эндосульфамом (EP) и 2-циклопентан-1-уксусной кислотой (CA) или белка мыши (ТНУ) с СА, закрепленных на подложке γ -аминопропилтриэтоксисилана с помощью бифункционального реагента.

Выбор комплементарных пар иммунореагентов, обеспечивающих максимальный аналитический сигнал сенсора, осуществляли с учетом констант аффинности ($K_{Аф}$), установленных методом Скэтчарда: при разработке методики использовали иммунореагенты, имеющие $K_{Аф} \approx 10^8$ и выше, что позволило определять алдрин в конкурентном формате на уровне 0,1 – 1,0 мкг/мл и ниже.

Изучены условия повышения аналитического сигнала пьезокварцевого гравиметрического сенсора с помощью вторичных антител. В пробу, содержащую аналит, добавляли фиксированное количество антител и после инкубирования в течение 2 мин до завершения иммунохимической реакции, наносили пробу на поверхность электрода сенсора в виде капли и выдерживали в течение 2 мин. Антитела, не связавшиеся раньше с алдрином, присутствующим в пробе, взаимодействовали с алдрин-белковым конъюгатом, закрепленным на поверхности иммуносенсора. После промывания поверхности сенсора фосфатным буферным раствором (рН 7,2) на поверхность сенсора дополнительно наносили раствор вторичных антител, связывающихся с поверхностным иммунокомплексом.

Исследованы условия снижения предела обнаружения алдрин путем предварительного концентрирования пестицида методом жидкостной экстракции полярными гидрофильными растворителями (ацетонитрил, диметилформамид) в присутствии высаливателей. Изучено влияние природы органического растворителя и высаливателя на степень извлечения алдрин, величину аналитического сигнала и кинетические закономерности гетерогенной иммунохимической реакции. Показано, что при определении алдрин в водно-органическом концентрате на основе диметилформамида (40%) в присутствии NaH_2PO_4 наблюдается значительное снижение предела обнаружения с 20 нг/мл (без экстракции) до 0,5 нг/мл, т.е. практически в 40 раз.

Разработанные методики апробированы при определении алдрин в вине, винограде, почве.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УЛЬТРАНИЗКИХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВЕЩЕСТВ ПРИ ПАЛЕОКЛИМАТИЧЕСКИХ И ПАЛЕОЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ЛЕДНИКОВЫХ КЕРНОВ (ПРОБЛЕМЫ, ОСОБЕННОСТИ, ПЕРСПЕКТИВЫ)

Т.С. Папина, С.С. Эйрих

Институт водных и экологических проблем СО РАН
656038, г. Барнаул, ул. Молодежная, 1

Для создания надежных прогнозных моделей климатических и экологических изменений природной среды необходимы длинные ряды данных высокого временного разрешения – годовые и сезонные. Основными источниками такой информации наряду с современными глобальными системами мониторинга являются данные реконструкций прошлых состояний атмосферы по различным стратифицируемым природным накопителям – полярным и высокогорным ледникам, донным отложениям, древесным кольцам, торфяникам. Среди перечисленных природных палеоархивов особое значение отводится высокогорным ледовым кернам, которые позволяют во временном интервале до нескольких тысяч лет получать непрерывные количественные ряды высокого временного разрешения (год и менее) важнейших климатических и экологических параметров. В этом случае достоверность оценки изменения климатических и экологических параметров атмосферы сводится к аналитическим проблемам послойного определения физико-химических показателей и ультранизких содержаний веществ в ледниковых пробах.

В настоящей работе будет представлен обзор существующих современных методов определения ультранизких концентраций веществ, используемых при послойном анализе ледовых кернов, показаны возможности и проблемы применения этих методов, а также перспективы развития и усовершенствования. Особое внимание в работе будет уделено условиям проведения химико-аналитических работ (от отбора пробы до ее инструментального анализа), которые влияют на достоверность получаемых результатов и предел обнаружения определяемых веществ. На примере изучения высокогорных ледовых кернов Алтая будут продемонстрированы возможности получения непрерывного ряда данных (метод непрерывного плавления), позволяющие реконструировать глобальные и региональные климатические и экологические изменения природной среды в Центрально-Азиатском регионе.

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОБЪЕКТОВ ЭКОСИСТЕМЫ ОЗ. БАЙКАЛ

Л.Д. Раднаева^{1,2}, Г.А. Осипов³

¹ Байкальский институт природопользования СО РАН, г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 8

² ГОУ ВПО «Бурятский государственный университет», г. Улан-Удэ, ул. Смолина, 24а

³ Научный центр сердечно-сосудистой хирургии им. А.Н.Бакулева, г. Москва, Рублевское шоссе, 135

Современное направление экологической химии – использование жирных кислот (ЖК) как биохимических маркеров для решения важнейших вопросов трофической экологии, связанных с анализом источников и путей трансформации органического вещества в водных экосистемах – представляет как научный, так и практический интерес. Разработка методик их определения – одна из сложнейших задач экоаналитической химии объектов озера Байкал. Во время экспедиционных работ в международной экспедиции ««Миры» на Байкале» в течение 2008- 2010 гг. с участием глубоководных обитаемых аппаратов «МИР» собраны образцы донных осадков, воды, тканей глубоководных гидробионтов. Хемодифференциация микроорганизмов проведена с помощью ГХ-МС, основанная на количественном определении маркерных веществ микроорганизмов (жирных кислот, альдегидов, спиртов и стероидов). Предлагаемый нетрадиционный для аналогичных исследований аналитический метод позволяет не только проводить мониторинг этих соединений в образцах, но также и рассчитывать численность микроорганизмов того или иного таксона в образце. В этом принципиальное отличие метода, придающее ему качественно новое свойство – возможность разложения суперпозиции всего пула микробных маркеров, что позволяет оценить вклад от каждого из сотен видов микроорганизмов, присутствующих в образце. Благодаря разработанным методикам хромато-масс-спектрометрического обнаружения и идентификации органических соединений было идентифицировано около 140 соединений. Исследования показали, что основными компонентами метанолизата липидной фракции исследованных образцов донных осадков являются насыщенные и ненасыщенные прямоцепочечные и разветвленные ЖК. Присутствует ряд длинноцепочечных кислот C22-C28, дикарбоновых кислот C18-C24, жирных спиртов C16-C28 и 2-гидрокси-кислот C18-C28. В образцах доминируют группы изомеров гексадеценовой кислоты, что характерно для метилотрофных бактерий. Также обнаружен гоп-17,21-ен, являющийся ещё одним доказательством присутствия метилотрофов. Дикарбоновые кислоты, жирные спирты, обнаруженные в донных осадках, свидетельствуют об активных окислительных процессах, которые относятся к деятельности микроорганизмов. Разработаны методики определения отдельных компонентов (маркеров) среди других химических составляющих суммарной биомассы объектов и использования их для детектирования микроорганизмов соответствующего рода или вида. Проведен анализ образцов в режиме SIM (режим сканирования по селективным ионам или масс-фрагментографии) при периодическом сканировании до тридцати ионов в пяти интервалах времени. С использованием разработанных методик в образцах исследованных тканей глубоководных губок *Baikalspongia intermedia* губок было обнаружено и идентифицировано около 100 соединений, что позволило по липидным маркерам оценить вклад симбиотических организмов в общий пул ЖК губок *Baikalspongia intermedia*.

Работа выполнена в рамках Программы Президиума РАН №20 «Фундаментальные проблемы океанологии: физика, геология, биология, экология». Подпрограмма «Глубоководные исследования озера Байкал», проект №.9 «Комплексные исследования зон активных разгрузок глубинных флюидов на озере Байкал с помощью автономных необитаемых аппаратов, глубоководных обитаемых аппаратов «МИР», а также дистанционных пробоотборников» и при поддержке Фонда содействия сохранению оз. Байкал.

ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА ПРИ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

А.Г. Ревенко

Институт земной коры СО РАН, 664033, Иркутск, Лермонтова, 128, xray@crust.irk.ru

В докладе рассмотрены особенности применения рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) при экологических исследованиях и прогресс, достигнутый в этой области за последние годы. Отмечено существенное улучшение возможностей серийной рентгеноспектральной аппаратуры. Снизилась пределы обнаружения для большинства элементов. Обычным стало определение содержаний С, N, О и F в растениях, почвах и отложениях. Для последнего десятилетия характерно бурное развитие рентгеновской оптики, детекторов и источников возбуждения. Несколько исследовательских групп и фирм использовали комбинации маломощных рентгеновских трубок, фокусирующих капиллярных линз и детекторов с термоэлектрическим охлаждением и предложили конструкции микро-РФА спектрометров различного назначения. Минимальный размер фокусного пятна таких спектрометров 10-20 мкм. Это позволило обеспечить прорыв в рассматриваемой области исследований.

В РФА возрастает общее количество элементоопределений для экологических задач и относительная их доля в общем объёме выполняемых анализов. Многоэлементный анализ рентгеноспектральным методом позволяет разработать экологически чистые методики, не требующие растворения проб и утилизации осадков раствора, часто образующихся при использовании микрохимических методов. Помимо установления уровня концентраций различных элементов в природных материалах аналитики участвуют в исследованиях форм выноса и источников вредных загрязняющих среду компонентов, детальном изучении путей их миграции и зависимости от ряда факторов. Для исследований предъявляются весьма разнообразные объекты с широким диапазоном содержаний как определяемых, так и входящих в состав проб отдельных элементов. Для большинства материалов происходит существенное расширение набора определяемых элементов. В дополнение ко всему требования к методикам изменяются со временем, и требуется оперативная доработка используемого методического обеспечения. В некоторых случаях только комплексное использование возможностей нескольких вариантов РФА позволяет ответить на поставленные исследователями-экологами вопросы. Рассмотрены особенности приготовления для РФА излучателей из различных природных материалов. Арсенал используемых при РФА экологических проб способов анализа довольно разнообразен. Информация по их применению при РФА рассматриваемых материалов представлена в докладе. Практика показала, что для обеспечения приемлемой правильности целесообразно калибровать варианты методик для определённых типов образцов. Вследствие недостаточного количества СО отдельных типов материалов с аттестованными содержаниями конкретных элементов, возможно применение отдельных СО в разных вариантах методик.

В течение последних 20 лет в Аналитическом центре ИЗК СО РАН накоплен фактический материал по применению РФА для количественного определения содержаний основных (Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Ti, Mn, Fe) и примесных (S, Cl, Sc, V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, As, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Ba, La, Ce, Nd, Pb, Th, U) элементов. Экспериментальные исследования в АЦ выполняются с использованием волновых рентгеновских спектрометров ВРА-30 и Пионер, энергодисперсионного рентгеновского спектрометра с поляризатором и полупроводниковым Si(Li)-детектором, а также спектрометра с полным внешним отражением S2 PICOFOX.

Обсуждены результаты исследований содержаний микроэлементов в почвах юга Восточной Сибири и загрязнения грунтов ряда урбанизированных территорий.

ХРОМАТОМЕМБРАННАЯ ЖИДКОСТНАЯ АБСОРБЦИЯ В АНАЛИЗЕ ВОЗДУХА

О.В. Родинков, Л.Н. Москвин

Санкт-Петербургский государственный университет, химический факультет
198504, Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр. 26.

Универсальным методом концентрирования веществ-загрязнителей при анализе воздуха является жидкостная абсорбция. Для абсорбционного выделения аналитов чаще всего используется барботирование. Однако ему присуща относительно низкая скорость массообмена, которая ограничивает максимально допустимую для количественного выделения аналитов скорость пропускания анализируемого воздуха через жидкий абсорбент, что является причиной большой продолжительности стадии концентрирования.

Новые возможности для абсорбционного выделения открыл хроматомембранный способ осуществления массообменных процессов [1], сочетающий в себе высокую эффективность массообмена, свойственную хроматографическим процессам, и возможность реализации как дискретного, так и непрерывного выделения аналитов из потока анализируемого воздуха. Хроматомембранная жидкостная абсорбция (ХМЖА) происходит в гидрофобной не смачиваемой жидким абсорбентом бипористой матрице из политетрафторэтилена. При этом жидкий абсорбент находится в макропорах матрицы, а анализируемый воздух проходит по микропорам матрицы и ограничивающих ее с двух противоположных сторон микропористых мембран, не проницаемых для жидкости.

ХМЖА легко сочетается практически с любыми методами конечного определения аналитов, выделение которых из потока анализируемого воздуха может быть основано как на физическом растворении в жидкой фазе, так и на хемосорбции, сопровождающейся образованием в ней нелетучих производных аналитов. При этом размеры хроматомембранных ячеек (ХМЯ) могут варьировать в зависимости от решаемой задачи. Оптимальные размеры ХМЯ и оптимальный объем используемого абсорбента зависят от выбранного метода определения и составляет несколько мкл в случае газохроматографического анализа концентрата или несколько мл в случае традиционной фотометрии. ХМЖА позволяет автоматизировать определение многих неорганических и органических загрязнителей в воздухе на уровне ПДК. Дополнительные возможности концентрирования и выделения аналитов возникают при использовании поликапиллярных хроматомембранных матриц и матриц, модифицированных сорбционно-активными материалами, например, активным углем.

В случае хемосорбции пределы обнаружения аналитов C_{\min} определяются пределами их детектирования в абсорбенте C_{\lim} и снижаются прямо пропорционально увеличению продолжительности стадии концентрирования t :

$$C_{\min} = C_{\lim} V_L / W_G t$$

где V_L – объем абсорбента в матрице; W_G – объемная скорость анализируемого воздуха

Например, при продолжительности хроматомембранной абсорбции из воздуха 10 минут и фотометрическом определении аналитов в абсорбенте их пределы обнаружения составляют: диоксид азота – 10 мкг/м³ (регент – реактив Грисса); гидразин – 1 мкг/м³ (пара-диметилбензальдегид); формальдегид – 5 мкг/м³ (ацетилацетон); фенол - 1 мкг/м³ (флюориметрическое определение).

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты 09-03-00011а и 09-03-00124а).

Литература

1. Москвин Л.Н. // Российский химический журнал. 1996, № 1. С.67 – 76.

ПРИМЕНЕНИЕ КАПИЛЛЯРНОЙ ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИЗЕ ВОД

Рыбакова Е.В.

Представительство «Абакус ГмбХ», Германия (Дистрибьютор Dionex Corp. в России и СНГ)
127106, Москва, Гостиничный пр-д, 4Б, офис 413, (495)7265540, lab@abacus-lab.ru

Капиллярная Ионная хроматография – это вариант Ионной хроматографии, при котором используются капиллярные колонки (колонки внутренним диаметром 0,2 – 0,6 мм) и хроматографическая система с минимизированными объемами жидкостного тракта, микронасосом, микроинжектором и капиллярным кондуктометрическим детектором.

Повышение эффективности хроматографического разделения и чувствительности определения при переходе от аналитических колонок к микро, а теперь уже и к капиллярным с точки зрения теории исследовано и доказано давно. Но только теперь современное развитие колоночной технологии, техники и программного обеспечения позволили более года назад представить на мировой рынок первую капиллярную ионохроматографическую систему ICS5000, компании Dionex, США.

Dionex является создателем революционной технологии – безреагентной ионной хроматографии. С такой технологией нет необходимости в каких-либо реагентах для выполнения хроматографирования. Используя же капиллярные колонки в варианте безреагентной ионной хроматографии – сокращаются эксплуатационные расходы еще почти в 100 раз.

Капиллярная ионохроматографическая система потребляет только 15 мл деионизированной воды в сутки (5,2 л в год), а картридж генератора элюента работает непрерывно 18 месяцев без замены. Это значит, что можно использовать непрерывно работающий прибор 18 месяцев, не применяя реагенты и анализировать пробы, объемом только 0,4 мкл, не теряя чувствительности и качества хроматографического разделения. Стабильное состояние постоянно работающей системы позволяет избежать частые калибровки и делает результаты исследований воспроизводимыми.

Именно капиллярная система позволила использовать двумерную ионную хроматографию для таких приложений, например, как определение следов перхлората в воде с высочайшей чувствительностью при использовании кондуктометрического детектора. Ранее это было возможно только с использованием МС-детектора. Теперь чувствительность менее 30 нг/л достижима, даже в пробах, содержащих г/л хлорида, сульфата и карбоната. Разделение пробы на «первой размерности» происходит на аналитической колонке (диаметр 4 мм), затем удерживается фракция, где присутствует перхлорат на капиллярной концентрирующей колонке и эта фракция делится на «второй размерности» - на капиллярной колонке (диаметр 0,4 мм), специально предназначенной для разделения оксихалидов - IonPac AS20.

Применение инноваций в ионной хроматографии делают этот метод наиболее эффективным и простым в использовании вне зависимости от сложности аналитической задачи – будь то рутинное определение классических анионов и катионов или следовое определение перхлората или бромата, или же определение углеводов, аминокислот и других органических соединений в ионной форме. Современная ионная хроматография решит любую подобную задачу так, чтобы это было удобно и легко пользователю.

УСПЕХИ И ПРОБЛЕМЫ ФОРМИРОВАНИЯ МЕТОДИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

И.В. Рыбальченко¹, Н.В. Комарова²

¹ Московский государственный открытый университет,
107996, Москва, ул. Павла Корчагина, 22.

²ГК Люмэкс 192029, Санкт-Петербург, пр. Обуховской Обороны, 70, корп. 2
riv@lumex.ru

В докладе будет отмечено, что в России успешно разработаны и внедрены в лаборатории аналитической службы современные приборно-методические решения для контроля объектов окружающей среды, что явилось следствием пристального внимания государства, науки и аналитического приборостроения к экологическим вопросам. Многие такие решения отвечают мировым требованиям, некоторые не имеют аналогов, что будет продемонстрировано на примерах.

Общепризнанным становится факт подтверждения компетентности российских экоаналитических лабораторий на отечественном и международном уровне, вхождение наших специалистов в области аналитической химии и метрологии в российские национальные и международные комитеты.

В то же время, мировые тенденции развития инструментальных методов (использование усложнённых методов с избыточной информативностью и повышенной стоимостью, попытки обеспечить загруженность этого оборудования за счёт постановки на него «всех возможных» методик под предлогом большей достоверности, консервирование идеологии ПДК и отсутствие практического применения принципа «устойчивости экосистемы») в случае анализа объектов окружающей среды постепенно придают оттенок архаичности широко распространенным фотометрическим и флуориметрическим методам.

По-прежнему слабым звеном при использовании современных методов измерений являются стадии подготовки пробы из-за трудоемкости и невозможности автоматизации, не всегда эффективного устранения мешающих влияний матричных и сопутствующих компонентов в погоне за высоким концентрированием целевых компонентов. Естественная тенденция перехода на автоматизированные, специализированные анализаторы взамен универсальных приборов слабо выражена.

Большой поток анализов, особенно в случае техногенных аварий, требует развития и/или совершенствования скрининг-подходов, а также решений на основе интегральных показателей.

В ряде случаев наблюдается конфликт между установленным для контроля показателем (форма нахождения, ПДК, др.) и реально представляющим опасность для человека и окружающей среды, а современный уровень развития технологий ведет к расширению перечня экотоксикантов. Все это требует своевременной актуализации нормативной базы.

При разработке и внедрении новых методик в практику экоаналитического контроля, а также для целей профессионального тестирования лабораторий все еще не хватает стандартных образцов состава разных матриц и показателей.

Успешное решение перечисленных проблем должно базироваться на тесном сотрудничестве науки, приборостроения и лабораторий аналитической службы.

РАЗРАБОТКА МНОГОМЕРНЫХ МЕТОДИК ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА РОССИЙСКИХ НЕФТЕЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА БЛИЖНЕЙ ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Р.З. Сафиева, В.М. Филатов, А.П. Янгузова

Российский Государственный Университет нефти и газа им. И.М. Губкина,
119991, г. Москва, Ленинский проспект, д. 65

В настоящее время существует проблема разработки экспресс-метода контроля качества нефтей российских месторождений. Значительно изменяется состав и свойства нефтяных флюидов в процессе добычи и транспортировки, что делает актуальной задачу разработки и внедрения новых быстрых, точных, менее ресурсо-затратных методов мониторинга показателей состава и качества нефтей от нефтедобывающей скважины до нефтеперерабатывающего завода (НПЗ) включительно. Преимущества метода ближней инфракрасной спектроскопии (БИК) наряду со стандартными рутинными референтными методами заключаются в возможности организации удалённого он-лайн контроля интересующих производителя показателей состава и качества нефтей с использованием пробонеразрушающих оптоволоконных датчиков, возможности сокращения рабочего персонала до 1-2 человек, а также простоте и скорости проведения измерений. Знание и контроль физико-химического состава нефтяного сырья, поступающего на НПЗ, является ключевым фактором для выбора схемы технологической переработки с целью увеличения выхода светлых нефтепродуктов и мониторинга процесса. В публикациях зарубежных исследователей сообщается о возможностях применения ближней инфракрасной (БИК) спектроскопии для анализа нефтей [1].

В данной работе рассмотрен подход для контроля состава и качества российских нефтей на основе БИК-спектроскопии. В качестве образцов взято 20 нефтей месторождений различных географических районов, содержащих следовые количества воды, с диапазоном по плотности - от 789,8 до 926,5 кг/м³; по компонентному составу - с содержанием серы от 0,39 до 5,0 % масс.; парафинов от 1,39 до 3,71 % масс.; смол от 1,8 до 18,5 % масс.; асфальтенов от 0,16 до 5,46 % масс. Спектры образцов нефтей измерены в диапазоне от 3500 до 12500 см⁻¹ при длине оптического пути 1 мм с использованием золотой сферы БИК-спектрометра фирмы Bruker «Bruker Optics MPA». Исследовано влияние концентрации САВ и воды на спектральные данные с целью выбора соответствующих диапазонов спектра с исключением факторов, вызывающих светорассеяние. Выбрано 5 отдельных рабочих областей БИК спектра, включающих характерные полосы поглощения групп нефтяных углеводородов для построения оптимальных градуировочных моделей. Показано, что выбор других рабочих областей спектра негативно сказывается на эффективности и работоспособности конечных градуировочных моделей. Построены работоспособные градуировочные модели в программе OPUS 6.0 по ряду показателей качества нефтей. Проверка градуировочных моделей осуществлялась методом перекрестной кросс-валидации.

С целью создания устойчивых градуировочных моделей необходимо расширение базы данных по российским нефтям. Предпосылкой внедрения данного метода являются широкие возможности и дешевизна оборудования. Внедрение БИК-спектроскопии в нефтяную промышленность позволит вести мониторинг качества сырья и получаемой из него продукции в экспресс-режиме и на высоком уровне.

Литература

1. Sriram Satya, Milind D. Deo, Francis V. Hanson Application of chemometric methods to predict crude oil properties // The 6th International Conference on Petroleum Phase Behavior and Fouling Amsterdam The Netherlands — 2005. — P. 8

РАЗРАБОТКА ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ МЕТОДОВ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НОВЫХ ПРИЕМОМ СОРБЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ВЕЩЕСТВ

М.А. Статкус

Химический факультет Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова. 119991 Москва, Ленинские горы, дом 1, строение 3, ГСП-1.
e-mail: mstatkus@gmail.com

В настоящее время наиболее распространенными методами анализа природных объектов являются молекулярная и атомная спектроскопия, а также жидкостная и газовая хроматография. Однако непосредственное применение инструментальных методов для анализа сложных по составу объектов фактически невозможно, требуется разложение проб, концентрирование и разделение компонентов с целью повышения чувствительности и селективности определения и многие другие процедуры. Так, концентрирование определяемых веществ позволяет существенно повысить чувствительность и улучшить другие метрологические характеристики методов анализа. Одним из наиболее перспективных методов концентрирования веществ остается динамический вариант сорбции, технологичный и легко автоматизируемый. Использование динамического сорбционного концентрирования существенно расширяет возможности многих инструментальных методов анализа.

Для выбора и оптимизации условий автоматизированного проточного определения органических и неорганических веществ - приоритетных загрязнителей вод - автором работы предложена математическая модель, описывающая поведение концентрируемых микрокомпонентов на всех стадиях химического анализа – при сорбции, десорбции и транспортировке концентрата в проточный детектор. Использование этой модели позволяет снизить объем трудоемких и дорогостоящих экспериментов при разработке методик автоматизированного контроля качества природных, сточных и питьевых вод.

С применением указанного теоретического подхода автор разработал методики автоматизированного высокочувствительного проточного сорбционно-хроматографического определения высокотоксичных полициклических ароматических углеводородов (нафталина, антрацена, пирена и других соединений; пределы обнаружения 0,04-0,1 мкг/л), а также рентгенофлуоресцентного (с концентрированием на тонкослойных фильтрах) определения токсичных элементов (кадмия, кобальта, меди, мышьяка, селена, свинца и других элементов; пределы обнаружения 1-5 мкг/л) в природных, сточных и питьевых водах. Разработка методик включала выбор сорбентов, оптимизацию условий концентрирования веществ и условий их определения гибридным и комбинированным методом.

Автором предложен подход, позволяющий повысить эффективность сочетания сорбционного концентрирования и ВЭЖХ определения за счет использования так называемой субкритической воды (нагретой свыше 100° С под давлением в несколько десятков атмосфер) в качестве десорбирующего раствора. После проведения десорбции водный концентрат охлаждают и подают в ВЭЖХ колонку. При этом происходит фокусирование определяемых веществ в виде узкой зоны в начале хроматографической колонки. Автором разработана комбинированная процедура определения фенолов, включающая сорбцию на обращенно-фазном сорбенте, десорбцию субкритической водой, фокусирование и хроматографическое определение.

ЭКОЛОГО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ И МОНИТОРИНГ СОЗ В ЦЕЛЯХ
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ НА СОВРЕМЕННОМ ЭТАПЕ
МОДЕРНИЗАЦИИ В ЛЕСОПРОМЫШЛЕННОМ КОМПЛЕКСЕ НА СЕВЕРО-ЗАПАДЕ РФ

А.Ф. Троянская

Институт экологических проблем Севера УрО РАН,
163000, г. Архангельск, наб. Северной Двины, 23, labecoarh@iepn.ru

К приоритетным СОЗ в регионах с развитым лесопромышленным комплексом относятся полихлорированные дибензо-п-диоксины и дибензофураны (далее диоксины), что обусловлено долговременным применением традиционных технологий хлорной отбелики целлюлозы и диоксинсодержащих хлорфенольных биоцидов для антисептирования древесины в целях ресурсосбережения. Обеспечение экологической безопасности предполагает снижение негативного воздействия «непреднамеренных» СОЗ на окружающую среду в процессе модернизации производства, направленной на предотвращение загрязнения до уровня международных стандартов, основанных на принципе «наилучших существующих технологий» (Best Available Technology) - ВАТ). Технологическое нормирование, предусматривающее контроль технологий, является законодательной основой противодействию СОЗ и относится к международным мерам по их снижению в соответствии со Стокгольмской конвенции о СОЗ. Контроль технологий и инвентаризация источников СОЗ являются инструментами управления СОЗ в глобальном масштабе, что связано с организацией и проведением эколого-аналитического мониторинга СОЗ в различных переносящих средах. Отсутствие реального механизма перехода на технологическое нормирование в России тормозит внедрение экологически безопасных технологий и повышение конкурентоспособности промышленного производства.

В докладе приведены результаты реализации модели технологического нормирования при поэтапной модернизации производства беленой целлюлозы, направленной на предотвращение загрязнения окружающей среды диоксинами с использованием ВАТ-нормативов ЕРА (США) и Европейского союза на двух крупных целлюлозно-бумажных комбинатах. Разработка методик определения нормируемых хлорорганических соединений (ХОС) на основе международных и прогрессивных национальных стандартов и создание аккредитованной лаборатории, позволило осуществлять мониторинг специфических ХОС по схеме ВАТ-контроля, разработанной для каждого из предприятий. Показана эффективность стратегии контроля технологий по суммарному параметру АОХ (ПНД Ф 14.1:2.4.248-06) в биологически очищенных стоках, как меры защиты окружающей среды от диоксинов, и органически связанного хлора для оценки экологической безопасности беленой продукции. На основании результатов мониторинга диоксинов во внутрипроизводственных (отбельных) стоках и в иловых осадках от очистки сточных вод показано в динамике изменение их концентраций и факторов эмиссии по мере совершенствования технологических схем отбелики целлюлозы.

По результатам работ, выполненных в соответствии с международными методическими документами, представлены результаты оценки годовых эмиссий диоксинов в технологическом цикле производства беленой сульфатной целлюлозы: в сточные воды, иловые осадки и в атмосферу с выбросами от сжигания биотоплива - коро-древесных отходов и черного щелока. Анализ диоксинов в переносящих средах выполнялся в аккредитованных лабораториях ИПЭЭ РАН им А.Н. Северцова и ХАЦ НПО «Гайфун».

Обсуждаются результаты исследований по формированию уровней загрязнений высоколипофильными хлорорганическими соединениями, в т.ч. диоксинами в донных осадках бассейна северных рек под влиянием производства беленой целлюлозы и вторичных источников от применения пентахлорфенолята натрия в условиях, отличающихся по степени урбанизированности территорий, интегрированности нагрузки, по гидрологическим и гидродинамическим режимам водных экосистем.

МИКРОВОЛНОВАЯ ПРОБОПОДГОТОВКА ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТОВ К ОПРЕДЕЛЕНИЮ РТУТИ И ДРУГИХ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ МЕТОДАМИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

О.А. Тютюнник, М.Л. Гецина, Е.С. Торонченова, И.В. Кубракова

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

Тяжелые металлы (ТМ) поступают в водные системы как с естественным флюидным потоком, так и в результате техногенных выбросов. Растворенные и высокодисперсные формы ТМ взаимодействуют с компонентами природных сред, в частности, с гуминовыми веществами, образуя растворимые и нерастворимые органические комплексы, которые могут переноситься водными потоками, накапливаться в донных отложениях и аккумулироваться водными организмами. Таким образом, для эффективной оценки экологического состояния окружающей среды необходим контроль содержаний ТМ во всех звеньях экологической цепи и постоянное совершенствование методов анализа природных объектов.

Наибольший вклад в общую ошибку определения ТМ, в первую очередь, ртути, инструментальными методами вносит подготовка проб (сушка и минерализация). Получение корректных аналитических результатов практически невозможно без использования способов кислотного разложения в закрытых системах, которые, в отличие от классических методов, позволяют радикально минимизировать и упростить состав реакционной смеси, а также исключить потери элементов в виде летучих соединений.

Цель данной работы – разработка высокопроизводительных методик определения ТМ и общей ртути в водах, донных отложениях, водных организмах с применением различных вариантов микроволновой пробоподготовки.

С целью разработки методик определения ртути в высокоцветных водах изучена микроволновая минерализация образцов природных вод, содержащих различные количества гумусовых веществ, и выбраны окислительные и температурно-временные условия их подготовки, обеспечивающие последующее количественное определение ртути методом «холодного пара» (спектрометр AA-6300 с приставкой MVU-1a, Shimadzu, Япония) в питьевых, природных и сточных водах на уровне 50 нг/л.

Исследованы условия разложения и показана возможность последующего количественного определения ТМ в различных объектах водных экосистем (донных отложениях, почвах, водных организмах) с использованием сосудов с контролируемым сбросом газовой фазы Easy Prep (микроволновая система MARS5, CEM Corp., США), а также системы с программируемым сбросом Discover SP-D той же фирмы. Определение элементов на уровне 0.01-0.2 мг/кг, соответствующем значениям ПДК или ниже, проводили методом ЭТААС (AA-6300, Shimadzu, Япония) и АЭС-ИСП (Iris Intrepid II Duo Thermo Electron Corp., США). На примере определения мышьяка и других ТМ в стандартных образцах состава илов и растительных материалов показано, что выбранные условия микроволнового разложения обеспечивают отсутствие потерь летучих элементов при использовании навесок до 1 г. Отсутствие потерь ртути и других ТМ при подготовке проб биообъектов подтверждено методом добавок. Продолжительность подготовки серии образцов не превышает 30 мин.

Таким образом, разработан комплекс методов экспрессного определения следовых количеств ртути и других металлов (As, Cd, Pb, Se, Cr, Zn), обеспечивающий эффективный аналитический контроль состояния различных экосистем.

ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДОВ ВЕЩЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ОЦЕНКИ БИОЛОГИЧЕСКОЙ ДОСТУПНОСТИ СЛЕДОВ ЭЛЕМЕНТОВ И ТОКСИЧНЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

П.С. Федотов

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, 119991
Москва, ул. Косыгина, д. 19, эл. почта: fedotov_ps@mail.ru

Физико-химическая подвижность и потенциальная биологическая доступность следов элементов и токсичных органических веществ в объектах окружающей среды зависят от типа и прочности их связывания с матрицей образца. Для выделения различных форм нахождения элементов (в том числе тяжелых металлов и мышьяка) из почв, илов и донных отложений используют методики последовательного экстрагирования (фракционирования). При воздействии на образец ряда выщелачивающих реагентов в той или иной степени моделируют изменения условий окружающей среды, при которых «высвобождаются» элементы, связанные с определенными компонентами почвы или отложения. Подобная методология применима и при изучении токсичных органических соединений, однако в данном случае извлечение компонентов из твердых образцов проводят органическими растворителями, циклодекстринами, а также при помощи сверхкритической флюидной экстракции, твердофазной экстракции и других методов.

Выбор метода экстрагирования, позволяющего корректно оценить доступные для растений и других живых организмов фракции элементов (органических соединений) является чрезвычайно сложной задачей. Данные, полученные при экстрагировании элементов и изучении их поглощения растениями, являются весьма противоречивыми. Тем не менее, в ряде случаев найдена корреляция между фитодоступностью тяжелых металлов (Cd, Cu, Pb, Zn, Ni) и результатами их одностадийного экстрагирования разбавленными растворами солей (0.01 М CaCl₂, 0.1 М Ca(NO₃)₂, 1 М NH₄OAc) или 0.05 М диэтилентриаминпентауксусной кислотой.

Установлено также, что сверхкритическая флюидная экстракция в мягких условиях и твердофазная микроэкстракция позволяют в некоторых случаях предсказывать доступность органических соединений (полициклических ароматических углеводородов, хлор-производных дифенила, инсектицидов) для живых организмов в почвах (дождевых червей). Для оценки возможности биологического (микробного) разложения органических соединений наиболее универсальным на сегодняшний день методом является экстрагирование гидроксипропил-бета-циклодекстрином. В дальнейшем целесообразно изучение механизмов экстрагирования и подтверждение полученных корреляций на примере различных классов органических соединений.

Известно, что процессы выщелачивания в природе всегда протекают при постоянном обновлении «реакционного» почвенного раствора, поэтому перспективным представляется применение проточного (динамического) экстрагирования форм элементов в микороколонках и вращающихся спиральных колонках. При этом важным является изучение кинетики экстрагирования, что необходимо для оценки поведения как следов элементов, так и токсичных органических соединений в окружающей среде.

Автор признателен Российскому фонду фундаментальных исследований (проект № 10-03-00175-а) за финансовую поддержку.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ В ВОЗДУХЕ В УСЛОВИЯХ ТРОПИКОВ МЕТОДОМ ПАССИВНОГО ОТБОРА ПРОБ

А.А. Шелепчиков, Е.С. Бродский, Д.Б. Фешин

Учреждение Российской академии наук Институт проблем экологии и эволюции
РАН, 119071, Москва, Ленинский пр., 33. E-mail: eco-analit@mail.ru
Российско-Вьетнамский научно-исследовательский и технологический центр, Ханой, Вьетнам.

Метод пассивного отбора проб, относительно недорогой и позволяющий отбирать усредненные пробы в течение длительного времени, получает все большее распространение в анализе загрязнений окружающей среды. Пассивный пробоотбор определяется диффузионными процессами, что позволяет рассматривать этот метод как полуколичественный. Имеется немало примеров использования пассивного отбора для определения в воздухе полихлорированных бифенилов (ПХБ), пестицидов, полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) и других загрязнителей. Имеются примеры сравнения результатов, полученных методами активного и пассивного отбора.

Нами изучены условия применения пассивного отбора проб для оценки загрязнения воздуха стойкими органическими загрязнителями, в частности, ПХДД и ПХДФ, в тропических условиях, а также возможность повышения точности их определения путем предварительного нанесения на сорбент изотопномеченых внутренних стандартов.

Устройство для пассивного отбора проб было изготовлено по образцу установки, использовавшейся в проекте ТСОЕН (Toxic Organic Compounds in the Environment). Оно состоит из двух кожухов-тарелок с зазором между ними, внутри помещается фильтр из пенополиуретана. Воздухообмен происходит через зазор между кожухами и отверстия в нижней части устройства.

Устройства для пассивного пробоотбора были установлены во Вьетнаме на климатических станциях Российско-Вьетнамского научно-исследовательского тропического центра: на юге Вьетнама на острове Дам Бай в заливе Нячанг - территории с высокой температурой и солнечной активностью, и на севере Вьетнама в г.Ханое недалеко от автомобильных дорог с оживленным движением – территории с менее жарким климатом, но очевидной загрязненностью. Перед экспонированием на каждый фильтр наносили раствор изотопномеченных соединений диоксинов, ПАУ и пестицидов.

Степень извлечения каждого из соединений при экспонировании 30 дней составляла 70-100%. При экспозиции более 30 дней заметную роль начинает играть испарение с фильтра.

В воздухе на севере и на юге Вьетнама обнаружены ПХДД/ПХДФ, ПАУ, гексахлорбензол, хлорсодержащие пестициды. Показано, что главным источником ПХДД/ПХДФ и ПАУ в воздухе являются выхлопные газы, содержащие несгоревшие углеводороды и продукты относительно низкотемпературного сгорания.

БИОТЕСТЫ: СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ

Н.М. Щеголькова

МГУП «Мосводоканал», 105005, Москва, Плетешковский пер., 2

Реки городов (источники питьевого водоснабжения и приемники стоков) испытывают постоянную повышенную нагрузку по сравнению с другими территориями. Кроме того, в больших городах более вероятны чрезвычайные локальные загрязнения поверхностных водных объектов и аварийные ситуации как природного, так и техногенного характера. В связи с этим выбор методологии оценки качества воды является важной задачей в формировании устойчивого функционирования водно-ресурсной системы города. Во всем мире при контроле качества природных и сточных вод все большее внимание уделяется биологическим методам оценки качества вод.

Биологические методы делятся на методы биоиндикации (оценка состояния гидробионтов *in situ*) и биотестирования (оценка состояния биологических систем в лаборатории при взаимодействии их с испытуемыми водами). Использование этих методов позволяет оперативно оценить качество воды без расшифровки перечня загрязняющих веществ, что многократно снижает стоимость контроля за качеством природных и сточных вод. Методы биотестирования различаются по тест-объекту и его месту в трофической цепи анализируемого водного объекта, по специфичности (пригодности для анализа избранных токсикантов), времени выполнения, трудозатратам, стоимости эксплуатационных затрат, и т.п.

Опыт изучения и внедрения методов биоиндикации и биотестирования на крупнейших в Европе очистных сооружениях – Курьяновских и Люберецких – позволил выделить основные критерии при организации системы наблюдения за качеством воды. Доклад имеет целью систематизировать имеющиеся биологические методы оценки качества природных и технологических вод, определить основные проблемы при анализе получаемой информации, а также предложить ряд новых методологических подходов к оценке качества воды. Были протестированы следующие методы: определение выживаемости и плодовитости *Daphnia magna*, выживаемости и плодовитости *Ceriodaphnia affinis*, оценка снижения окрашивания при подавлении токсикантом синтеза энзима β -галактозидазы лиофилизированными мутантными бактериями *Escherichia coli*, измерение интенсивности размножения водорослей *Chlorella vulgaris* или *Scenedesmus quadricaud*, выживаемости и плодовитости рыб *Poecilia reticulata* Peters и *Brachydanio rerio* Hamilton-Buchanan, определение хемотаксической реакции инфузорий *Paramecium caudatum* по изменению оптической плотности среды и некоторые другие. В докладе дается оценка применимости метода биотестирования на активном иле (тест на потенциальную активность аэробных гетеротрофных микроорганизмов, на нитрификационную активность, на денитрификационную активность).

В докладе приведены критерии выбора биологических методов в зависимости от задачи исследования. Показано, что при развитии технологий очистки стоков может произойти смена методов биотестирования, а также количественных показателей токсичности. Предложенные в докладе биологические методы оценки качества вод открывают новые пути развития инструментальной базы.

ИССЛЕДОВАНИЕ СОРБЦИИ КАРКАСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В УСЛОВИЯХ ГАЗОВОЙ И ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

С.Н. Яшкин

ГОУ ВПО "Самарский государственный технический университет"
443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

Исследованы закономерности хроматографического удерживания большой группы соединений каркасного строения (производные адамантана и их структурные аналоги), нашедших широкое практическое применение в качестве лекарственных препаратов, добавок к топливам, веществ-реперов в геохимии нефти, а также молекулярных блоков и прекурсоров в синтезе материалов для различных областей наноиндустрии. Установлена тесная взаимосвязь между составом и строением указанных соединений и комплексом их сорбционно-хроматографических свойств.

В условиях газовой хроматографии выполнено разделение близких по свойствам структурных и пространственных изомеров соединений адамантанового ряда на коротких микронасадочных колонках с графитированной термической сажей (ГТС). Показана принципиальная возможность применения непористых углеродных адсорбентов для селективного выделения и концентрирования каркасных соединений из сложных по составу смесей. В работе получила развитие полуэмпирическая молекулярно-статистическая теория адсорбции на плоских однородных поверхностях применительно к молекулам каркасного строения, что позволило дать строгое термодинамическое обоснование наблюдаемым закономерностям удерживания и разработать методы нестандартной идентификации производных адамантана с различным числом и положением функциональных групп в условиях ГАХ. Впервые показано и исследовано влияние тонкой электронной структуры исследованных сорбатов на особенности их хроматографического удерживания и адсорбции. Накоплено и систематизировано большое количество востребованных экспериментальных данных по параметрам удерживания производных адамантана на сорбентах различной полярности в ГЖХ. Выполнен цикл исследований по применению супрамолекулярных агентов (в частности, циклодекстринов (ЦД)) в составе неподвижных жидких фаз с целью увеличения селективности разделения объемных молекул производных адамантана и исследования стабильности комплексов типа "объемная молекула-хозяин". Установлено, что близкие размеры внутренней полости ЦД и каркасного адамантильного фрагмента позволяют добиться максимальной прочности комплексов "гость-хозяин", что может быть использовано для увеличения селективности хроматографического разделения. Впервые предложено использовать производные адамантана в качестве универсальных "ключей-блокираторов", в большинстве случаев лишаящих соответствующие молекулы ЦД их комплексообразующей функции.

Экспериментально определены и теоретически обоснованы данные по сорбции соединений каркасного строения в условиях ВЭЖХ на сорбентах с различными механизмами удерживания. Впервые изучены закономерности сорбции каркасных соединений на колонках с пористым графитоподобным адсорбентом Нурсcarb – аналогом ГТС для жидкостной хроматографии. Показано влияние ЦД добавок в подвижную фазу на селективность удерживания производных адамантана в ВЭЖХ. Впервые определены константы устойчивости производных адамантана с ЦД и установлена их стехиометрия. Предложен ряд практических методик определения физиологически активных производных адамантана в различных средах и разработаны методы пробоподготовки указанных соединений к анализу. Полученные данные по удерживанию производных адамантана в условиях различных вариантов ВЭЖХ представляют интерес для развития теории сорбции и молекулярной хроматографии высоколипофильных соединений из различных по полярности жидких сред.

СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ И ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ УЛЬТРАКАИНА БРОМФЕНОЛОВЫМ СИНИМ

Е.М. Адамова, В.М. Иванов

*Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова,
119992 Москва, ГСП – 1, Ленинские горы, МГУ, д.1, стр.3*

e-mail: Adamovaem@mail.ru

Применяемый в медицинской практике местный анестетик ультракаин (У) при разовом введении больших концентраций вызывает сильные аллергические реакции, поэтому актуальна разработка чувствительных методов его определения. Наиболее доступны в таких анализах фотометрические методы: спектрофотометрия в видимой области спектра, спектроскопия диффузного отражения и цветометрия.

В основу исследования положен принцип образования ионной пары (ИП) молекулы У с бромфеноловым синим (БФС) с переводением ее в фазу органического растворителя. Оптимальные условия образования ионной пары У–БФС: рН 2.6–3.0, ионная сила 0.03, 1.5%-ный избыток реагента, экстрагент – 5.0 мл хлороформа, время контакта фаз 1 мин, $\lambda_{\max} = 420$ нм. Оптимальный интервал рН образования ИП подтвержден диаграммами распределения форм реактантов в зависимости от кислотности среды. Молярное соотношение компонентов в ИП 1:1. Образование ИП в водной фазе доказывает ход экстракции по механизму физического распределения и говорит об ее обратимости. Идентичность окрасок экстракта и водного раствора, содержащего однозарядный анион реагента, указывает, что реакционноспособной является его однозарядная форма, а продуктом взаимодействия – сольватноразделенная (рыхлая) ИП. Реэкстракцию проводили 5.0 мл 0.1 М раствора NaOH в течение 1 мин (рН 12.7, $\lambda_{\max} = 600$ нм). Экстракт и реэкстракт устойчивы 30 мин.

Экстракт сорбировали 0.100 г $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в течение 1 мин (размер частиц 63–100 мкм, $\lambda_{\max} = 590$ нм). Использование хлороформа вместо воды сопровождается $n\text{-}\pi^*$ электронным переходом в молекуле БФС, что объясняет гипохромный сдвиг полос поглощения сорбированного БФС по сравнению с его водным раствором. На основе полученного материала предположили, что сорбция БФС на $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ осуществляется за счет электростатического взаимодействия диссоциированных сульфогрупп БФС с льюисовскими кислотными центрами на поверхности $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. При адсорбции хлороформа на поверхности $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ образуются карбонаты, что приводит к повышению рН хлороформных экстрактов до и после сорбции от 3.0 до 3.9. В результате этого происходит визуальный переход БФС из желтой формы в синюю.

При использовании 0.100 г сорбента и объема экстракта 5.0 мл коэффициент концентрирования равен 30, степень извлечения составляет 99%. Достижение равновесия при сорбции контролировали спектрофотометрически. Максимальная концентрация У, сорбируемая 0.100 г $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 0.4 мг/мл. Диапазоны определяемых содержаний для экстракции, реэкстракции и сорбции ультракаина составляют 5.3–48.0, 1.3–12.0 и 0.3–3.0 мкг/мл соответственно; молярные коэффициенты для экстракции, реэкстракции и сорбции равны $(1.35 \pm 0.01) \times 10^3$, $(5.59 \pm 0.06) \times 10^4$ ($l = 1.0$ см, $n = 9$, $P = 0.95$) и $(1.05 \pm 0.03) \times 10^5$ ($m_{\text{сорбента}} = 0.100$ г, $n = 9$, $P = 0.95$) соответственно.

Самыми чувствительными характеристиками цвета являются: для экстракции – координата Z в системе XYZ $(9.56 \pm 0.09) \times 10^5$ ($l = 0.5$ см, $n = 9$, $P = 0.95$), для реэкстракции – желтизна G $(4.36 \pm 0.05) \times 10^6$ ($l = 0.5$ см, $n = 9$, $P = 0.95$), для сорбции – также G $(1.95 \pm 0.02) \times 10^7$ ($m_{\text{сорбента}} = 0.100$ г, $n = 9$, $P = 0.95$). На основе разработанной методики получена цветовая шкала для тест-определения ультракаина. Разработанная методика потенциально пригодна для определения ультракаина в жидкости ротовой полости.

МЕТОДЫ АЭРОКОСМИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА В ОЦЕНКЕ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ТЕХНОГЕННО-НАРУШЕННЫХ ТЕРРИТОРИЙ НА ПРИМЕРЕ КИРОВО-ЧЕПЕЦКОГО ХИМИЧЕСКОГО КОМБИНАТА

Т.А. Адамович, Т.О. Смирнова, Т.Я. Ашихмина

Лаборатория биомониторинга Института биологии Коми НЦ УрО РАН, г. Киров, ул. Свободы 122

Аэрокосмический мониторинг – это оперативное слежение и контроль за состоянием окружающей среды и ее компонентов по материалам дистанционного зондирования Земли (ДЗЗ) и картам. Для обеспечения его эффективного функционирования нужен комплекс данных ДЗЗ, различающихся по пространственному разрешению, спектральным каналам, оперативности съемки. При изучении земной поверхности данными методами носителем информации об объектах служит их собственное и отраженное излучение. Важную роль выполняет фиксация состояния объектов в разные моменты времени и возможность прослеживания их динамики. Результатом обработки данных ДЗЗ является обновление имеющихся карт, создание карт динамики и прогноза состояния природной среды.

В настоящее время методы аэрокосмического мониторинга широко применяются в экологической оценке техногенно-нарушенных территорий. Такой является зона влияния «Кирово-Чепецкого химического комбината им. Б.П. Константинова», среди предприятий которого многие годы действуют завод полимеров и завод минеральных удобрений. За годы работы на территории комбината накопилось свыше 1 млн. 200 тыс. т. промышленных отходов. Природный комплекс в районе действия химкомбината представляет собой антропогенно нагруженную природно-техногенную систему со специфическим загрязнением водных, почвенных и биологических экосистем.

Для экологической оценки территории вблизи комбината использовались многозональные космические снимки в 4 и 8-ми спектральных диапазонах с разрешением 30–80 м, полученные с аппаратов Landsat. При обработке снимков использовали компьютерную программу ENVI 4.5. Для количественной оценки состояния растительности применяли вегетационный индекс NDVI и индекс влагосодержания NDWI, которые можно использовать как комплексные показатели. Расчет индексов позволил получить карты NDVI и NDWI. По ним можно проследить динамику изменения состояния растительности, оценить разреженность растительного покрова, выявить зоны угнетения и восстановления. Для изучения почвенного покрова использовали различия коэффициента спектральной яркости почв в разных диапазонах спектра. Почвы на снимках в зависимости от содержания гумуса, влажности, механического состава, наличия солей и других особенностей изображаются широкой гаммой тонов. В зависимости от уровня загрязнения почв меняется характер кривой спектрального отражения по сравнению с фоновыми почвами, что выражается снижением отражательной способности по мере увеличения степени загрязнения. Кроме того, о загрязнении почв можно судить по состоянию растительности – на снимках угнетенная растительность хорошо различима. Данные космической съемки были подтверждены наземными наблюдениями и химическим анализом. По полученным данным были построены тематические карты распределения загрязняющих веществ.

Таким образом, использование методов аэрокосмического мониторинга способствует повышению эффективности работ по оценке и прогнозированию экологического состояния техногенно-нарушенных территорий. Космические снимки спутников Landsat, достоинством которых является наличие многих каналов съемки, доступность, разрешающая способность, хорошая привязка и коррекция, позволяют получить детальные данные для экологических исследований.

КИНЕТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИОАМИДОВ НА ОСНОВЕ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ПЯТИЧЛЕННЫХ ГЕТЕРОЦИКЛОВ

Н.В. Алешина¹, М.С. Черновьянц²

¹Институт аридных зон ЮНЦ РАН, 344006 Ростов-на-Дону, пр. Чехова, 41

²Южный федеральный университет, химический факультет
344090 Ростов-на-Дону, ул. Зорге, 7

В научной литературе [1, 2] гетероароматические тиамиды известны как тиреостатики, взаимодействующие с активными формами иода (молекулярным иодом, I^+ или HOI) и выполняющие роль антиоксидантов. Их “профилактический” антиоксидантный эффект опосредован через систему гормональной регуляции синтеза тироидных гормонов, избыточная концентрация которых приводит к окислительному стрессу [3].

In vitro нами исследован антиоксидантный эффект тиамидов на основе пятичленных азотсодержащих гетероциклов: имидазола (I), триазола (II), тетразола (III), тиазола (IV), тиadiaзола (V) путем изучения кинетики их взаимодействия с хромоген-радикалом 2,2'-дифенил-1-пикрилгидразилом.

Для кинетического определения тиамидов I-V по реакции псевдопервого порядка готовили рабочие растворы препаратов в этаноле (0.04 % уксусной кислоты по объему) с концентрациями от $8.0 \cdot 10^{-7}$ до $2.0 \cdot 10^{-5}$ М и концентрацией хромоген-радикала $8.0 \cdot 10^{-5}$ М. В этом интервале концентраций падение светопоглощения хромоген-радикала в зависимости от времени находится в хорошей корреляции ($\rho > 0.99$) с исходными концентрациями тиамидов в растворе. Период от смешивания реагентов до начала регистрации кинетической кривой составлял около 20 с. Кинетические зависимости измерялись в течение 30 мин, при этом светопоглощение хромоген-радикала фиксировалось с минутным интервалом. Параметры градуировочных графиков ($Y=b \cdot C+a$, где Y – коэффициент линейной регрессии зависимости $\ln(C_0/C) - f(t)$) и метрологические характеристики методик кинетического определения соединений I-V приведены в таблице.

Таблица: Параметры градуировочных функций и метрологические характеристики определения соединений I-V.

Соединение	Параметры градуировочной функции $Y=b \cdot C+a$			S_r	D, %	ПрО·10 ⁷ , М
	$b \cdot 10^2$	$a \cdot 10^7$	ρ			
1-Метилимидазолин-2-тион (I)	4.75	-3.0	0.996	0.04	1.5	7.0
1,2,4-Триазолин-3-тион (II)	2.52	-1.0	0.991	0.04	2.1	7.0
1-Метилтетразолин-5-тион (III)	2.41	2.0	0.995	0.05	2.5	5.0
Тиазолин-2-тион (IV)	2.77	-0.20	0.994	0.05	3.0	7.6
1,3,4-Тиadiaзолин-2-тион (V)	0.15	0.40	0.991	0.05	2.7	6.9

Предлагаемые методики определения тиреостатиков кинетическим методом отличаются хорошей прецизионностью и правильностью результатов, простотой и экспрессностью и отвечают требованиям, предъявляемым к современным методам мониторинга лекарственных препаратов.

Литература

1. Laurence C., Ghomari M. J. El, Questel J. Y. Le, Berthelot M., Mokhlisse R. // J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2. 1998. P. 1545
2. Aragoni M.C., Arca M., Demartin F., Devillanova F.A., Garau A., Isaia F., Lippolis V., Verani. G. // J. Am. Soc. 2002. V. 124. P. 4538
3. Кольтовер В.К. // Изв. АН. Сер. хим. 2010. №1. С. 37.

МЕТОД ПРОБООТБОРА И ОЦЕНКА СОДЕРЖАНИЯ ХРОМА (IV) В ВОЗДУХЕ СТАНКА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ХРОМСОДЕРЖАЩИХ СПЛАВОВ

Н.А. Амирханова, Л.И. Трубникова, Р.С. Исламова

ГОУ ВПО Уфимский государственный авиационный технический университет,
450000, г. Уфа-центр, ул. К.Маркса, 12

При электрохимической обработке хромосодержащих сплавов в воздух выделяется аэрозоль, содержащий бихромат-ион (ПДК $\text{CrO}_3 = 0,1 \text{ мг/м}^3$). Целью работы является разработка пробоотбора Cr(IV) из воздуха и исследование воздуха в рабочей камере станка электрохимической обработки.

Для решения поставленной задачи использован волокнистый анионообменный сорбент, состав и технология изготовления которого запатентованы. Растворы с концентрацией Cr(IV) 2,15-7,08 г/л выдержали в реакторе при 20-100⁰С от 2,5 до 8 часов. Над электролитом поместили сорбент на высоте в 5 см. После опыта сорбент обработали 0,1н NaOH для перевода Cr(IV) в раствор и определили содержание Cr(IV) фотометрическим методом по на реакции Cr(IV) с дифенилкарбазидом (табл. 1).

Таблица 1: Влияние температуры на испарение и поглощение Cr(IV) сорбентом

№	Концентрация CrO_3 в электролите, г/л	Температура электролита, ⁰ С	Время испарения, час	Концентрация CrO_3 в парах, мг/м^3
1	2,15	20	8	5,1
2	2,15	50	5	8,0
3	2,15	100	2,5	100,3
4	3,54	100	2,5	98,1
5	7,08	100	2,5	102,0

Как видно из таблицы 1, испарение $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ повышается с увеличением температуры и максимально при 100⁰С. Установлено, что величина поглощения обусловлена сорбционной емкостью сорбента и не зависит от концентрации раствора электролита.

Отбор проб из рабочей камеры станка проводили путем аспирации воздуха через хемосорбент. Масса поглощенного сорбентом вещества (m, мг) связана с объемной скоростью воздуха (V, л/мин) уравнением $m = C \cdot V \cdot t$, где C-концентрация вещества в воздухе, мг/л, t-время аспирации, мин. Масса поглощенного вещества – это часть массы вещества, присутствующего в камере (M, мг), которая пропорциональна концентрации. Величина m зависит от V, которая обусловлена скоростью поглощения Cr(IV) сорбентом. Показано, что скорость пробоотбора необходимо устанавливать по максимальному поглощению с учетом ПДК и нормативного времени пробоотбора 15-30 мин. Из таблицы 2 видно, что оптимальная скорость пробоотбора составляет 10-20 л/мин. Предлагаемый способ пробоотбора использован при разработке способа очистки воздуха станка электрохимической обработки от Cr(IV) .

Таблица 2: Отбор проб воздуха из рабочей зоны станка. Содержание CrO_3 в электролите 2,40 г/л, температура 50⁰С.

№	Объемная скорость воздуха, л/мин	Время отбора, мин	Объем воздуха, л	Концентрация CrO_3 в камере, мг/м^3
1	5	17	255	1,62
2	10	15	150	2,73
3	20	20	400	2,77

Концентрация Cr(IV) в воздухе камеры станка при рабочей температуре 50⁰С составляет 2,77 мг/м^3 , что превышает ПДК воздуха рабочей зоны в 27 раз. В то время как сорбент в этих условиях может поглотить до 8 мг/м^3 , следовательно, хемосорбент позволяет полностью удалить токсичный Cr(IV) из воздуха рабочей зоны.

ИСПЫТАНИЯ АНАЛИЗАТОРОВ АКПМ И АВП ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В СИСТЕМАХ КОНТРОЛЯ ВОДНЫХ И ГАЗОВЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СРЕД ЯЭУ

А.А. Амосов, О.В. Прохоркина, А.И. Горшков, Е.Е. Щербаков

Федеральное Государственное Унитарное Предприятие "Научно-исследовательский технологический институт имени А.П. Александрова"
188540, г. Сосновый Бор Ленинградской области. e-mail: akwa@niti.ru

Существенным фактором обеспечения безопасности объектов атомной энергетики является контроль основных параметров водно-химических и газовых режимов ЯЭУ.

В качестве возможных средств контроля рассмотрены анализаторы кислорода АКПМ и водорода АВП в стационарном и портативном исполнении производства фирмы «Альфа Бассенс». Данные анализаторы обеспечивают контроль водорода и кислорода как в жидких, так и газовых (парогазовых) средах в широком диапазоне концентраций. Проведены их расширенные лабораторные испытания. Получены данные по:

- зависимости показаний анализаторов от расхода анализируемой среды;
- взаимному влиянию кислорода и водорода на показания анализаторов;
- зависимости показаний анализаторов от температуры анализируемой среды при различных концентрациях водорода и кислорода;
- зависимости показаний анализаторов от абсолютного давления анализируемой смеси при различных концентрациях водорода и кислорода;
- стабильности показаний анализаторов при неизменных условиях.

ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА ОКСИДНЫХ ВИСМУТСОДЕРЖАЩИХ СЕНСОРНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ, ИСПОЛЪЗУЕМЫХ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ.

С.В. Андреев, В.А. Кутвицкий, О.В. Сорокина, Л.П. Маслов, М.С. Голованова, К.А. Карпенко

Московский институт тонкой химической технологии им. М.В. Ломоносова
(технологический университет), Москва, пр. Вернадского, 86

В целях контроля содержания различных токсикантов в атмосфере целесообразно использовать автономные, малогабаритные, сенсорные устройства. Перспективным направлением в области синтеза сенсорных элементов такого типа является использование в качестве их основы стекол на основе оксида висмута. Однако использование в качестве второго компонента в таких стекловидных подложках оксида бора не является оптимальным, ввиду склонности боратных фаз к сорбции влаги, поэтому в состав стекол вместо оксида бора предложено вводить оксид германия, соединения которого обладают существенно меньшей гидрофильностью.

Однако многокомпонентность стекол, содержащих несколько элементов, заметно отличающихся друг от друга по своим физическим свойствам, часто характеризуется невысоким уровнем однородности. С целью обеспечения возможности использования стекловидных висмутсодержащих подложек в качестве матричных элементов сенсорных устройств были проведены исследования процесса стеклообразования в системе Bi_2O_3 , B_2O_3 , MoO_3 , GeO_2 . На базе спектрофотометра UV-1650PC разработана методика локального спектрофотометрического определения содержания германия в составе висмутсодержащих стекол. Установлено, что аналитический сигнал, отвечающий присутствию ионов германия в составе стекла, наблюдается при 450 нм. Эффективная оптическая плотность стекол линейно увеличивается по мере увеличения содержания германия. Рассчитанный коэффициент корреляции составляет 0,999, что позволяет проводить определение содержания германия в интервале от 1 до 25% с относительной погрешностью не превышающей 0,04.

Использование разработанного метода в целях анализа однородности стекол методом статистической оптимизации позволило показать, что оптимум поверхности отклика при содержании $\text{MoO}_3=3\%$ и $\text{Bi}_2\text{O}_3=70\%$ в стекле отвечает 12% GeO_2 .

Рассчитанная величина параметра неоднородности свидетельствует о низком уровне возникающих в стекле структурных напряжений и возможности эффективного использования стекол в качестве матричных слоев сенсорных элементов.

Установленные оптимальные параметры синтеза стекловидных подложек позволили изготовить сенсорные элементы, которые показали свою высокую эффективность при определении паров воды и сероводорода в окружающей среде.

К ВОПРОСУ О ДОСТОВЕРНОСТИ АНАЛИЗА РТУТИ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ

Л.Д. Андрулайтис, О.С. Рязанцева

Учреждение Российской академии наук Институт геохимии им. А.П.

Виноградова СО РАН, 664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, 1а,

e-mail: amila@igc.irk.ru

Иркутская область занимает первое место в Сибири по выбросам техногенной ртути.

С 1992 года Институтом геохимии проводятся детальные исследования по изучению распределения ртути в воде, донных отложениях и биоте р. Ангары и Братского водохранилища. По акватории водохранилища отмечаются концентрации ртути от 0,0005 до 0,5мкг/л.

Химико-аналитические данные являются информационной основой мониторинга экосистемы Братского водохранилища. При решении задач мониторинга, особенно фонового, необходим строгий контроль на всех стадиях определения ртути.

В нашем исследовании рассматривается один из аспектов, как можно допустить заражение проб воды ртутью из атмосферного воздуха.

Анализ ртути в гидрохимических пробах проводился на атомно-абсорбционном анализаторе РА-915+ с приставкой для растворов РП-91.

В анализаторе используется метод оптической корректировки фона для устранения молекулярного поглощения паров мешающих элементов. При этом используется непрерывное излучение и эффект Зеемана. Оригинальная оптико-электронная схема анализатора обеспечивает ультранизкий предел обнаружения ртути в режиме прямых измерений (без предварительного концентрирования), высокую селективность анализа и широкий диапазон измерений.

В поверхностных водах ртуть мигрирует в двух основных фазовых состояниях - в растворе вод (растворенные формы) и в составе взвеси (взвешенные формы). В свою очередь, в растворе вод она может находиться в виде двухвалентного иона, гидроксида ртути, комплексных соединений (с хлором, органическим веществом и др.).

Для разрушения органических форм нахождения ртути и перевода в аналитически определяемые формы добавляли серную кислоту и перманганат калия.

Известно, что окислительные агенты и их смеси могут сорбировать атомарную ртуть из атмосферного воздуха. Чтобы оценить величину загрязнения проб за счет сорбции атомарной ртути из воздуха, нами проведен эксперимент. В течение 5 дней в окисленных пробах, закрытых пищевой пленкой, определялась ртуть. Наблюдается ежедневное повышение концентрации ртути. К последнему дню эксперимента концентрации возросли от 3 до 14 раз.

Одновременно проводился замер ртути в пробах, закрытых притертыми пробками. Уровень концентраций ртути в течение всего периода оставался неизменным.

Концентрация ртути в атмосферном воздухе составляла 5 нг/м³

Таким образом, использование высокочувствительных методик и современного оборудования для определения ртути в природных водах не гарантирует получения достоверных результатов, если не осуществляется постоянный жесткий контроль за возможным загрязнением или потерей ртути на каждой стадии отбора, консервирования, хранения и анализа.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИМЕРНЫХ ФЛОКУЛЯНТОВ В ВОДАХ

Т.В. Антонова

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского
646077, Россия, г. Омск, пр. Мира 55-а

Полимерные флокулянты широко применяются в подготовке питьевой воды. Умеренная токсичность катионных флокулянтов требует контроля их остаточного содержания в обрабатываемой воде. Определение остаточной концентрации обычно проводят фотометрическим методом по реакции образования окрашенного ионного ассоциата с ксантеновыми красителями эозином или эритрозинном. Анализ часто осложняется присутствием солей железа (III) и /или алюминия, применяемых в качестве коагулянтов.

Цель нашей работы - разработка методики фотометрического определения остаточной концентрации полимерных флокулянтов на основе полидиаллилдиметиламмоний хлорида (ПХ) в питьевой воде в присутствии солей алюминия и железа (III).

Установлено, что мешающее влияние многих катионов металлов, в том числе алюминия и железа, проявляется в образовании с эритрозином окрашенных комплексных соединений, поглощающих свет в той же спектральной области, что и ассоциат ПХ. Кроме того, уже в слабокислых средах многозарядные катионы склонны к образованию малорастворимых гидроксидов, что также приводит к получению сильно завышенных результатов определения концентрации ПХ. Введение маскирующих катионов металлов реагентов, таких как ЭДТА, цитрат-, фторид- или салицилат- ионы, приводит к разрушению ассоциата ПХ с эритрозином из-за конкуренции за ПХ. По нашим данным изменение условий проведения фотометрической реакции и измерения аналитического сигнала не приводит к повышению селективности определения ПХ.

Для разработки методики мы воспользовались приемами, характерными для анализа смесей. На модельных смесях ПХ, солей алюминия, железа (III) и некоторых других металлов в широком интервале концентраций (0,2 ПДК-5 ПДК) проведена проверка применимости различных вариантов классического метода Фирордта. Однако применение метода Фирордта осложняется наличием значимых отклонений от аддитивности оптической плотности смеси и несоизмеримостью вкладов отдельных компонентов в суммарное поглощение смеси.

Для устранения этих проблем был применен новый критерий поиска наборов аналитических длин волн (АДВ), одновременно учитывающий величины допустимых отклонений от аддитивности и соотношение удельных коэффициентов поглощения всех компонентов смеси. Оптимальному набору АДВ соответствует минимальная величина критерия и минимальная погрешность определения. Оказалось, что для каждой модельной смеси существует несколько приемлемых наборов АДВ, на которых возможно определение всех или одного компонентов смеси с заданной погрешностью.

Применение такого подхода позволяет определять концентрацию ПХ на уровне его ПДК в питьевой воде (0,1 мг/дм³) в присутствии 5-10- кратного избытка алюминия и железа с погрешностью не более 3%.

ОЦЕНКА ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД НА ТЕРРИТОРИИ ПУРОВСКОГО РАЙОНА

Н.К. Бабенко, Д.Л. Котова, Т.А. Крысанова, А.С. Чирятьев, С.Н. Николаева
Воронежский государственный университет, 394006, Воронеж, Университетская пл., 1

По результатам работ, выполненных по инициативе администрации Пуровского района ЯНАО в период 2002–2006 г.г. проведена комплексная оценка состояния поверхностных вод данного региона и определены фоновые показатели. Номенклатура определяемых физико-химических и химических показателей была обусловлена требованиями, предъявляемыми к качеству вод, используемых в рыбохозяйственных целях. Рекомендуемые показатели качества воды были дополнены за счет определения 115 органических веществ.

Показано, что состав воды обладает сезонной изменчивостью, но сохраняется относительная стабильность среднегодовых концентраций. Поверхностные воды ультрапресные, очень мягкие, относятся к гидрокарбонатному классу и обладают нейтральной реакцией. Методом хромато-масс-спектрологии в воде обнаружено около 200 различных полувolatile органических веществ, общее содержание которых не превышает 0,5 мг/дм³. Во всех исследованных водных объектах установлено присутствие фталатов, жирных кислот, ароматических соединений, в том числе полициклических (фенантрена, нафталина); разветвленных алканов, нафтен, карбоновых кислот. К периодически регистрируемым и имеющим более низкие концентрации органическим соединениям относятся фенилизонаты, толуол, С-бензолы, дибутилформамид, пиррол, производные индола. Эти соединения присутствуют в составе растений, а также являются промежуточными или конечными продуктами метаболизма, роста и деструкции растительности данного региона.

Установлено, что превышение ПДК по железу, марганцу, алюминию, аммонийному азоту, перманганатной окисляемости, нефтепродуктам и отдельным органическим соединениям связано с особенностями климатических и природных условий региона. Выявлено влияние присутствия в воде органических веществ на результаты по определению нефтепродуктов и фенолов.

МОНИТОРИНГ КАЧЕСТВА ВОДЫ МОСКВОРЕЦКОГО ВОДОИСТОЧНИКА И ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ЕЕ ЗАГРЯЗНЕНИЯ

С.С. Бабкина, И.В. Росин, А.Г. Горюнова

Московский государственный открытый университет, ул. П. Корчагина, 22, Москва 107996
alevtina-goryunova@yandex.ru

Химический состав речных вод формируется в результате смешения питающих реки вод поверхностного и подземного происхождения и последующих изменений состава воды при взаимодействии с живыми организмами, а также с взвешенными минеральными и органическими частицами, которые при оседании образуют донные отложения. Значительное изменение в составе речных вод могут вызывать также компоненты, нередко токсичные (например, тяжелые металлы), попадающие в реки вместе с промышленно-бытовыми стоками или в составе атмосферных осадков.

Одним из основных микроэлементов, влияющих на качество поверхностных, грунтовых и подземных вод, является марганец, поэтому актуальна наряду с применением ГОСТированных методик анализа для экспрессного мониторинга состояния водного объекта разработка новых методов анализа концентрации марганца в воде. Это необходимо для своевременного обнаружения возможного района загрязнения рек металлом и принятия соответствующих решений в связи с внезапными выбросами промышленных предприятий.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

1. провести сезонное исследование изменений основных показателей качества воды;
2. изучить годовые изменения основных показателей качества воды с целью оценки устойчивости данных параметров;
3. на основании выявленных закономерностей установить наличие корреляции между этими параметрами и содержанием марганца в воде;
4. установить возможность использования найденной корреляции для оценки содержания марганца в воде;
5. разработать новый экспрессный метод экомониторинга воды на содержание марганца.

Для решения поставленных задач были изучены месторасположения источников возможного загрязнения. Проведен систематический анализ качества воды Москворецкого водоисточника в семи постоянных пунктах слежения вниз по течению р.Москвы (от с.Каринское до пос.Рублево) и в устье ее основного левого притока р.Истры начиная с 1999г. в течение 11 лет. Определяли следующие показатели: рН, электропроводность, мутность, цветность, хлорид-ион, фосфат-ион, нитрит-ион, нитрат-ион, аммоний-ион, общее количество фитопланктона и концентрации железа. На основе полученных данных были построены графики сезонных изменений всех исследованных параметров воды. Установили, что в течение года имеются корреляционные зависимости марганца практически со всеми показателями качества воды. Разработан новый метод оценки состояния качества воды на основании корреляции таких параметров как цветность и концентрация марганца, коэффициент корреляции колеблется от 0,60 до 0,90. Разработано математическое описание изменения коэффициента корреляции во времени.

Предложенный метод экомониторинга является простым, быстрым и надежным методом косвенного ежедневного определения (прогнозирования) содержания марганца в воде источников водоснабжения. Этот метод позволяет увеличить надежность всей системы контроля качества природных вод, более оперативно устанавливать источник возможного их загрязнения марганцем. Метод уменьшает расход дорогостоящих реактивов, снижает затраты квалифицированного труда, отличается экспрессностью, и, в случае внедрения, даст возможность получить положительный экономический эффект.

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ДОННЫХ ОРГАНИЗМОВ КАК БИОИНДИКАТОРОВ СОСТОЯНИЯ ЭКОСИСТЕМЫ ОЗ. БАЙКАЛ

С.В. Базарсадуева¹, В.В. Тараскин²

¹ Байкальский институт природопользования СО РАН, г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 8

² ГОУ ВПО «Бурятский государственный университет», г. Улан-Удэ, ул. Смолина, 24а

Многочисленными исследованиями показана важная роль липидов в развитии приспособительных реакций у организмов при экологических модуляциях. Адаптации осуществляются преимущественно за счет модификаций мембранных липидов и углеводородных радикалов их жирных кислот. Наряду с общими закономерностями адаптационных механизмов на уровне липидов должны существовать и специфические реакции для разных видов, позволяющие особи поддерживать жизнедеятельность в разнообразных условиях, которые в полной мере еще не изучены. Воздействие окружающей среды на организм носит многофакторный характер. Кроме физических факторов, таких как температура, давление, влажность и др., в природе существует тесное взаимодействие между живыми существами, очень часто эволюционно очень далекими. Особенно сильно это влияние проявляется в ситуациях, когда симбиотические взаимоотношения приобретают антагонистическую специфику. Реализация адаптивного ответа осуществляется путем изменения состава разнообразных биохимических компонентов клетки, в том числе липидов. Современное направление химии липидов – использование ЖК как биохимических маркеров для решения важнейших вопросов трофической экологии, связанных с анализом источников и путей трансформации органического вещества в водных экосистемах.

В настоящей работе исследован липидный состав губок методом газовой хроматографии, совмещенной с масс-спектрометрией (ГХ-МС). Исследования губок показали, что самые простые многоклеточные — губки — представляют собой сложный симбиотический комплекс. С губками могут быть ассоциированы микроорганизмы, принадлежащие к разным таксономическим группам. Данный метод позволяет детектировать в исследуемых образцах маркеры - компоненты клеток широкого спектра микроорганизмов губок. Метод ГХМС обеспечивает возможность детектировать одновременно множество маркеров микроорганизмов при проведении анализа одного образца. Образцы тканей глубоководных губок *Baikalspongia intermedia* были собраны во время экспедиционных работ с участием глубоководных обитаемых аппаратов «МИР» в бухте Фролиха озера Байкал. Отбор образцов проводился в зоне гидротермальной разгрузки с полей губок и бактериальных матов. В результате анализа обнаружен широкий спектр кислот – 64 ЖК различной степени насыщенности. Общее содержание насыщенных ЖК составляет 25.6 – 30.7 % от суммы ЖК. В составе липидов губок найден ряд насыщенных ЖК от C12 до C24. В исследуемых образцах, также как и в морских губках, найдены разветвленные изо- и антеизо-кислоты с общим числом атомов углерода от C13 до C20. Принято считать, что подобные кислоты имеют бактериальное происхождение. Содержание мононенасыщенных ЖК в исследуемых губках колеблется от 33.9 до 39.1 %, полиненасыщенных составляет 28.4 – 32.3% от суммы ЖК. Анализ микробного сообщества по маркерным жирным кислотам показал, что доминирующими группами являются микроорганизмы, относящиеся к группам *Cyanobacteria*, *Actinobacteria*, *Proteobacteria*, *Firmicutes*, *Bacteroidetes*.

Работа выполнена в рамках Программы Президиума РАН №20 «Фундаментальные проблемы океанологии: физика, геология, биология, экология». Подпрограмма «Глубоководные исследования озера Байкал», проект № .9 «Комплексные исследования зон активных разгрузок глубинных флюидов на озере Байкал с помощью автономных обитаемых аппаратов, глубоководных обитаемых аппаратов «МИР», а также дистанционных пробоотборников».

НОВЫЕ ПОЛИМЕРНЫЕ ХЕЛАТНЫЕ СОРБЕНТЫ ДЛЯ СОРБЦИОННО-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ

Н.В. Баранова, Л.К. Неудачина, А.В. Пестов, В.А. Старцев*
Уральский государственный университет им. А.М. Горького
620083, Россия, г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51

*Институт органического синтеза им. И.Я. Постовского УрО РАН
620219 Екатеринбург, ГСП-147, ул. С. Ковалевской, 20
e-mail: Ludmila.Neudachina@usu.ru

Природные и сточные воды, вода хозяйственно – бытового назначения имеют сложный химический состав (матрицу). Для определения микроколичеств токсичных элементов в таких объектах широко используют атомно – эмиссионную спектроскопию с индуктивно – связанной плазмой (АЭС-ИСП) и атомно – абсорбционную спектроскопию (ААС). Однако возможности этих методов ограничиваются сложностью химического состава матрицы и общим солесодержанием. Для устранения мешающего влияния матрицы, а так же для концентрирования микрокомпонентов широко применяют сорбционные методы с использованием полимерных хелатообразующих сорбентов. Целью данной работы было изучение оптимальных условий концентрирования ионов переходных металлов на синтезированных нами полимерных хелатообразующих сорбентов с функциональными группами иминодипропионовой кислоты для их сорбционно-спектроскопического определения в водопроводной воде.

Методом полимераналогичных превращений нами синтезировано два типа хелатообразующих сорбентов: карбоксиэтиламинополистирол (сорбент **1**) на основе линейного полистирола, и карбоксиэтилполиаллиламин (сорбент **2**) на основе полиаллиллина, сшитого эпихлоргидрином. Сорбенты идентифицированы методами элементного анализа и ИК-спектроскопии.

Изучены основные физико-химические характеристики синтезированных сорбентов. Концентрация функциональных групп (COE_{H^+}): для сорбента **1** составляет 5.4 – 7.5 ммоль/г, для сорбента **2** – 11.1 ммоль/г. Статическая обменная емкость по ионам меди(II) для сорбента **1** составляет 1.8 – 2.54 ммоль/г, для сорбента **2** – 3.1 ммоль/г. Показано, что изотермы сорбции наилучшим образом описываются моделью Лэнгмюра, то есть на поверхности сорбента образуется мономолекулярный сорбционный слой и все сорбционные центры обладают равной энергией. Максимальная степень извлечения ионов меди(II), никеля(II), кобальта(II) и цинка(II) наблюдается в интервале рН 5.0 - 8.0. При этом на сорбенте **1** в интервале рН 3.0 – 5.0 извлекаются только ионы меди(II). Время установления равновесия в растворе при совместном присутствии ионов переходных металлов для обоих сорбентов составляет не менее 72 ч. При этом не наблюдается заметной сорбции ионов никеля(II) и кобальта(II). Показана возможность интенсификации процесса сорбции при помощи микроволнового излучения (МВИ). Под влиянием МВИ время сорбции для обоих сорбентов сократилось до 50 минут, в которые входят сборка автоклавов, нагрев, выдержка при заданной температуре, охлаждение и отделение сорбента от раствора путем фильтрования. При этом наблюдается увеличение степени извлечения ионов переходных металлов и ухудшение селективности. Ионы переходных металлов легко смываются с сорбента соляной кислотой с концентрацией 1 моль/л. Предложена методика извлечения ионов переходных металлов из водопроводной воды с последующим определением методом атомно-абсорбционной спектрометрии в пламени.

НИР выполнена при поддержке Федерального агентства по образованию в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009 – 2013 годы (ГК № П278от 23 июля 2009 г.)

АКТИВНЫЙ И ПАССИВНЫЙ НЕПРЕРЫВНЫЙ СОРБЦИОННЫЙ ПРОБООТБОР В ЭКОЛОГО-АНАЛИТИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ

З.Л. Баскин

Вятский государственный гуманитарный университет,
г. Киров, 613000, Красноармейская ул., 26

Непрерывный сорбционный пробоотбор (НСП) – это процесс непрерывного концентрирования примесей анализируемых веществ (АВ) из контролируемой газовой смеси на селективном преимущественно твердом сорбенте.

НСП, осуществляемый на сорбенте только за счет диффузии молекул АВ из контролируемой среды под действием градиента концентрации, назван пассивным сорбционным пробоотбором (ПСП).

НСП, осуществляемый путем пропускания контролируемого газового потока с постоянным расходом через слой сорбента, назван активным сорбционным пробоотбором (АСП).

Пригодность сорбентов для НСП и значения их статической и динамической емкости до проскока и насыщения определялись хроматографическим методом. Были разработаны специализированные хроматографические установки, с помощью которых выбирались сорбенты, определялись режимы сорбции, десорбции и регенерации их и геометрические параметры сорбционных устройств.

В качестве твердых селективных сорбентов для НСП примесей неорганических и органических фторидов, их аэрозолей, ряда общепромышленных загрязнителей были исследованы и применены алюмосиликатные молекулярные сита NaX, CaX, CaA и другие, углеродные молекулярные сита СКН, СКС, СУГС, углеродные волокна с удельной поверхностью до 1200 м²/г, углеволокнистые нетканые материалы УВНМ, волокнистые ионообменные нетканые материалы ВИОН, соли щелочных и щелочноземельных металлов. Перспективными для НСП многих органических соединений являются сорбенты на основе стирсорбтов разных марок, полученных из сверхсшитого полистирола.

Поверочные газовые смеси для исследования сорбционных свойств сорбентов динамическими методами с помощью установок «МИКРОГАЗ». Для анализа проб, отобранных с помощью НСП, применили специализированные автоматизированные лабораторные и автоматические хроматографы «ТОКСИГАЗ».

Исследованиям и разработке методов и средств АСП и ПСП уделяется все больше внимания в аналитическом контроле природных и техногенных объектов. Это свидетельствует об актуальности, научной новизне и практической значимости проблемы.

В обстоятельном обзоре «Метод пассивного отбора проб для мониторинга химического загрязнения атмосферного воздуха. Теоретические основы и практические аспекты» даны ссылки на 165 работ. Из них 150 опубликовано в течение последних 10 лет [1].

В монографии «Промышленный аналитический контроль. Хроматографические методы анализа фтора и его соединений» рассмотрены методы и средства АСП, способы и устройства исследования сорбентов для НСП [2].

В докладе приведены примеры использования ПСП и АСП в технологическом, эколого-аналитическом и токсикологическом контроле, схемы хроматографов для исследования сорбентов и анализа отобранных проб.

Литература

1. Юшкетова Н.А., Поддубный В.А., ж. «Экологические системы и приборы», М., 2007, №2, с. 3-10, №3, с. 15-23.
2. Баскин З.Л. «Промышленный аналитический контроль. Хроматографические методы анализа фтора и его соединений». Энергоатомиздат. М., 2008, 221 с.

НЕПРЕРЫВНЫЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ ЭКОЛОГО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ВОЗДУХА

З.Л. Баскин

Вятский государственный гуманитарный университет,
г Киров, 610000, Красноармейская ул. 26

Современная экология – наука о правильном взаимодействии человека с природой, - начинается с измерения степени ее загрязнения. Для измерений в экологии разработаны методы и средства технолого-аналитического и эколого-аналитического контроля (ТАК и ЭАК). Наиболее информативным видом ЭАК является экологический мониторинг (ЭМ).

Все антропогенные, техногенные и природные объекты ТАК и ЭАК делятся на статические и динамические. Технологические процессы в промышленности, сельском и коммунальном хозяйстве, абиотические и биотические процессы в биосфере – это динамические объекты часто с случайным характером изменения состава и концентрации контролируемых токсичных веществ. Периодический отбор и анализ разовых проб на этих объектах не допустим. Необходим непрерывный предпочтительно непрерывный сорбционный пробоотбор и автоматический (on line) или автоматизированный (off line) анализ отобранных проб.

Задачи ТАК и ЭАК динамических объектов:

- контроль источников выбросов и сбросов;
- контроль воздушной среды;
- токсикологический контроль.

Алгоритм ТАК и ЭАК динамических и статических объектов:

- пробоотбор;
- анализ отобранных проб;
- обработка результатов анализа;
- метрологическое обеспечение измерений.

Разработаны непрерывные хроматографические методы (НХМ) контроля загрязняющих веществ в воздухе. НХМ основаны на непрерывном сорбционном пробоотборе (НСП), периодическом хроматографическом определении средних значений концентраций веществ, сорбированных за цикл контроля, и метрологическом обеспечении хромато-графов в комплекте с устройствами пробоотбора динамическими методами в условиях, соответствующих рабочим. НХМ это новое направление промышленного ТАК и ЭАК.

Разработаны, сертифицированы и применяются в технике и науке динамические методы непрерывного приготовления поверочных газовых смесей (ПГС) в диапазонах микро- и макроконцентраций, основанные на непрерывном смешивании газовых потоков,

диффузионном и экспоненциально-сорбционном дозировании анализируемых веществ.

В докладе рассмотрены способы, представительность и критерии пробоотбора в промышленном ТАК и ЭАК.

Представлены схемы промышленных хроматографов, в которых реализованы НХМ, и схемы автоматизированных пробоотборных устройств для НСП среднесменных и среднесуточных проб загрязняющих веществ (ЗВ) в воздухе.

Приведены примеры применения НХМ для непрерывного промышленного контроля воздуха рабочих (в том числе замкнутых подвижных объектов) и жилых зон, выбросных технологических газов, диагностики силовых маслонаполненных трансформаторов, газовой выделений из веществ, материалов и изделий.

Литература

1. Баскин З.Л., Промышленный аналитический контроль. Хроматографические методы анализа фтора и его соединений. – М.: Энергоатомиздат, 2008. – 224 с.: ил.

ПРОМЫШЛЕННЫЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ СОСТАВА, РАСХОДА И КОЛИЧЕСТВА ВЫБРОСНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ГАЗОВ

З.Л. Баскин
ВятГГУ, г. Киров, Россия

Выбросные технологические газы промышленных предприятий и транспортных средств – основные техногенные источники загрязнения окружающей природной среды.

Определение состава, расхода и количества этих газов, называемых организованными выбросами, – актуальная задача эколого-аналитического контроля (ЭАК) и экологического мониторинга (ЭМ).

В мировой практике ЭАК существуют два подхода к нормированию выбросов загрязняющих веществ (ЗВ) в атмосферу. Согласно первому подходу критерием допустимого количества выбросов является ассимиляционный потенциал территории, на которую распространяются выбросы. Исходя из него, устанавливается количество ЗВ, которое допускается выбрасывать из каждого источника выброса. Вторым подходом является соблюдение санитарно-гигиенических нормативов – предельно-допустимых концентраций (ПДК) ЗВ в атмосферном воздухе жилой зоны от каждого источника выбросов. Ассимиляционный потенциал территории контролируемой зоны не учитывается, и при наличии нескольких источников выбросов допускается превышение ПДК ЗВ в воздухе контролируемой зоны. Другим принципиальным недостатком такого подхода является то, что количество выбросов из каждого источника не измеряется, а рассчитывается по результатам периодических определений концентраций ЗВ.

И стационарные, и передвижные источники выбросов технологических газов являются нестационарными динамическими объектами с случайным характером изменения состава и концентрации анализируемых ЗВ. Поэтому их контроль должен быть непрерывным промышленным (автоматическим или автоматизированным).

Разработан способ непрерывного промышленного газохроматографического контроля состава, расхода и количества ЗВ в выбросных технологических газах. Он основан на том, что в контролируемый газовый поток добавляют известный постоянный поток газа-метки, перемешивают их, непрерывно или периодически отбирают пробы получаемой газовой смеси и, анализируя их газохроматографическим способом, определяют состав ЗВ и концентрацию каждого компонента смеси, включая газ-метку. По концентрации газа-метки судят о расходе выбросного газа в период отбора пробы и рассчитывают количество каждого выбрасываемого ЗВ и их общую массу за этот период.

В зависимости от особенностей технологического процесса, токсикологических свойств анализируемых ЗВ и допустимой стоимости аналитического контроля

газохроматографический способ анализа может быть автоматическим и автоматизированным, а хроматографическая аппаратура может быть одноканальной и многоканальной.

Метрологическое обеспечение измерений предусмотрено в условиях, соответствующих рабочим. Оно основано на использовании многоканальных динамических установок «МИКРОГАЗ-Ф» и фторопластовых стабильных источников микропотоков газов и паров «Микрогаз».

В докладе приведены схемы и элементы конструкций разработанных приборов и устройств.

Литература

1. Баскин З.Л. Промышленный аналитический контроль. Хроматографические методы анализа фтора и его соединений. - М.: Энергоатомиздат, 2008. – 224с.: ил.

НЕФТЕГАЗОВЫЙ КОМПЛЕКС: ПРОБЛЕМЫ РАДИОЭКОЛОГИИ И ПУТИ ИХ РЕШЕНИЯ

А.Е. Бахур¹, М.Л. Нозик², Т.М. Овсянникова¹, Л.И. Манушлова¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского» (ФГУП «ВИМС»), 119017 Москва, Старомонетный пер., 31. E-mail: lab@u238.ru; тел/факс (495) 969-34-33.

²Московский отдел инспекций радиационной безопасности ЦМТУ по надзору за ЯРБ Ростехнадзора, 115409 Москва, ул. Кошкина, д.4. E-Mail: cmtunrs@mail.ru ; тел.:(495) 324-33-15, факс: (495)324-30-95

Нефтегазовый комплекс по эмиссии в окружающую среду высокотоксичных естественных и техногенных радионуклидов вышел на первое место, опередив добычу и переработку урановых руд, фосфатных удобрений и угля. При этом в нормах и проектах технических регламентов декларируется возможность захоронения отходов в местах их образования и высокие уровни освобождения от производственного радиационного контроля, что формирует неочтенный радиологический риск.

Изучены основные закономерности образования и рассеяния в геологической среде высокоактивных производственных отходов в виде розливов пластовых вод и нефтешламов, заключающиеся в накоплении и миграции в почвах и приповерхностных водах радиотоксичных изотопов $^{226,228}\text{Ra}$, ^{228}Th , $^{222,220}\text{Rn}$, а на объектах подземных ядерных взрывов – ^{137}Cs , ^{90}Sr , при степени их концентрирования до 10^6 .

При добыче и транспортировании нефти состав загрязнения преимущественно определяется $^{226,228}\text{Ra}$, ^{228}Th , $^{222,220}\text{Rn}$, а при добыче газа основную опасность представляют изотопы $^{222,220}\text{Rn}$, ^{210}Pb , ^{210}Po . Особой проблемой является загрязненное оборудование, бесконтрольно складываемое или поступающее во вторичное использование.

Решение этих вопросов заключается в создании аппаратно-методического обеспечения контроля и мониторинга окружающей среды, совершенствовании нормативно-правовой базы в сфере радиационной безопасности и обращении с радиоактивными отходами и оборудованием в НГК.

Авторами разработаны научно-методические основы оценки и обеспечения радиационно-экологической безопасности персонала и населения на объектах нефтегазового комплекса, созданы модели воздействия естественных и техногенных радионуклидов на персонал, учитывающие основные стадии производственного цикла при добыче нефти, в том числе хранение радиоактивных отходов.

Разработан портативный комплекс радиационной информации и оценки радиационной обстановки, а также информационно-обучающие системы в виде электронных баз данных, позволяющие обеспечивать контроль радиационной и радиологической безопасности на предприятиях НГК, включая техногенные объекты, образованные при подземных ядерных взрывах.

На основе исследования реальных проб высокоминерализованных пластовых водах разных нефтяных месторождений разработаны и утверждены Госстандартом методики выполнения измерений $^{226,228}\text{Ra}$, $^{232,230,228}\text{Th}$, ^{137}Cs , ^{90}Sr . В дальнейшем необходимо особое внимание уделить созданию аналогичных методик определения ^{210}Po и ^{210}Pb .

Создание аппаратно-методического обеспечения является одной из важнейших частей необходимого комплекса мероприятий для мониторинга и контроля радиационной обстановки на объектах нефтепромыслов и прилегающих территорий, локализации источников ионизирующего излучения, снижения уровней техногенного радиационного воздействия на работников предприятий и население.

ПРИМЕНЕНИЕ ФРОНТАЛЬНО-ВЫТЕСНИТЕЛЬНО-ЭЛЮЕНТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В ТСХ ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ПРИМЕСЕЙ

В.Г. Березкин, А.В. Чаусов

Учреждение Российской Академии наук Институт нефтехимического синтеза
им. А.В.Топчиева РАН
119991, Москва, ГСП-1, Ленинский проспект, 29.
e-mail: berezkin@ips.ac.ru

Анализ примесей является одним из приоритетных направлений в аналитической химии. Наиболее распространенной стадией при определении примесей является концентрирование [1]. Развивая данное направление, нами были предложены новые методы фронтальной и вытеснительной хроматографии для концентрирования примесей. К сожалению, методы фронтальной и вытеснительной хроматографии, несмотря на перспективность широкого применения в аналитической химии, используются достаточно редко. Авторы надеются, что данная работа заинтересует исследователей не только в области планарной, но и колоночной хроматографии.

Интересно отметить, что фронтально-элюентный вариант круговой ТСХ, т.е. вариант в котором проба и элюент поступают в одну точку на пластинке ТСХ, был описан Н.А. Измайловым и М.С. Шрайбер в первой работе по ТСХ [2]. Применение в ТСХ двухстадийного фронтально-элюентного варианта (рис. 1) целесообразно, поскольку при разделении соединений методом фронтальной хроматографии происходит не только первичное (достаточно грубое) разделение, но и концентрирование компонентов исследуемой пробы, что позволяет более надёжно определять многие примеси. При использовании данного варианта круговой ТСХ хроматограмма имеет вид узких концентрических окружностей, т.е. использование данного метода дает возможность повысить эффективность разделения. Использование вытеснительного варианта проявления в ТСХ также приводит к концентрированию разбавленных проб. Таким образом, совместное последовательное использование фронтального, вытеснительного и элюентного методов при определении примесей целесообразно использовать в ТСХ. В данной работе проведена оценка возможности применения фронтально-вытеснительно-элюентного метода в круговой ТСХ на примере определения примесей. Предложенный метод ТСХ позволяет анализировать разбавленные растворы проб, что позволило повысить чувствительность определения, например, примесей фенолов в воде. Хотя эти задачи решены в рамках использования круговой ТСХ, однако данный подход может быть применен и в линейной ТСХ.

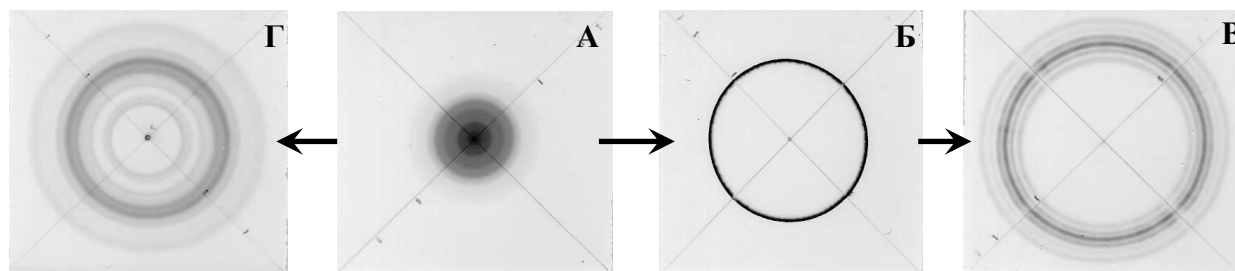


Рис. 1. Схема эксперимента при фронтально-элюентной и фронтально-вытеснительно-элюентной ТСХ. А – хроматограмма при фронтальном нанесении пробы (фронтальная ТСХ); Б - хроматограмма после проведения концентрирования с использованием вытеснительной ТСХ; В - хроматограмма после разделения сконцентрированной пробы Б методом элюентной ТСХ; Г - хроматограмма после разделения фронтальной хроматограммы А (элюентная ТСХ).

Литература:

1. Золотов Ю.А. О химическом анализе и о том, что вокруг него. М.: Наука, 2004. – 477с.
2. Березкин В.Г. Журнал аналитической химии. 2008, т. 63, №4, 438-443.

СРАВНЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ВАРИАНТОВ ТИТРИМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА К. ФИШЕРА, ОТЛИЧАЮЩИХСЯ РАЗНЫМИ СПОСОБАМИ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ

Т.А. Бланк¹, Л.П. Экспериандова¹, О.Б. Радченко², О.А. Запорожец²

¹ТК «Институт монокристаллов» НАН Украины, 61001, г. Харьков,
пр. Ленина, 60, Украина

²Киевский Национальный университет им. Т. Шевченко, 01033, г. Киев,
ул. Владимирская, 64, Украина

Несмотря на большое количество альтернативных методов определения воды, титрование по К.Фишеру, обладая универсальностью, высокой чувствительностью, специфичностью и простотой выполнения, вот уже 76 лет занимает ведущее место в практической акваметрии. Подавляющее большинство исследователей предпочитает детектировать конечную точку титрования при помощи различных вариантов автоматического электрометрического способа, совершенно незаслуженно пренебрегая визуальным способом. Ранее [1] нами было показано, что при определении низких концентраций воды в органических растворителях визуальная индикация конца титрования характеризуется лучшей воспроизводимостью по сравнению с автоматизированным амперометрическим вариантом метода в случае замены концентрированного реактива К.Фишера разбавленным и при использовании в качестве фонового красителя метанольного раствора метиленового синего.

Проведено сравнительное исследование титриметрического метода К.Фишера с различными способами детектирования конечной точки титрования при использовании одинакового реактива К.Фишера. На примере анализа изопропанола изучены типы распределения результатов определения воды при помощи концентрированного беспиридинового реактива К.Фишера с использованием визуального (в присутствии фонового красителя) и автоматизированного электрометрического (с применением волнометрических титраторов titroLine KF Schott Instruments и KF Titrator Mettler Toledo) способов детектирования конечной точки титрования. Проведен межлабораторный эксперимент по определению влажности ряда образцов изопропанола. Методами дисперсионного анализа установлены внутри- и межлабораторные погрешности определения воды в образцах. Установлены предельные возможности титриметрического метода в случае использования концентрированного беспиридинового реактива К.Фишера при детектировании конечной точки титрования различными способами.

Литература

1. Т.А.Бланк, Л.П.Экспериандова, К.С.Острась. Некоторые аспекты определения воды по методу К.Фишера. – Журн. аналит. химии. – 2007. – Т. 62, № 2. – С. 213-219.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ УРАНА В БАССЕЙНЕ РЕКИ ЕНИСЕЙ В ЗОНЕ ВЛИЯНИЯ ПРЕДПРИЯТИЙ РОСАТОМА

*А.Я. Болсуновский¹, А.И. Сапрыкин², А.М. Жижжаев³, С.В. Палесский²,
А.Г. Дегерменджи¹*

Учреждения Российской Академии Наук

¹ Институт биофизики СО РАН, Красноярск,

² Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск,

³ Институт химии и химической технологии СО РАН, Красноярск

Вода поверхностных водоемов имеет сложный химический состав, особенно в районах, подверженных антропогенному загрязнению. Особенно опасен растворенный в воде уран, главным образом, из-за его высокой химической токсичности и в меньшей степени радиотоксичности. Уран обладает тенденцией к накоплению по трофическим звеньям пищевой цепи и потому представляет собой особую опасность для жизнедеятельности живых организмов. Одним из водных объектов, подвергающихся радиационно-химическому загрязнению является р. Енисей. На берегу реки расположены крупнейшие промышленные предприятия Росатома в Красноярском крае, в том числе Горно-химический комбинат (ГХК) в г. Железногорске и Электрохимический завод (ЭХЗ) в г. Зеленогорске, расположенный на берегу р. Кан (правый приток Енисея). Эти предприятия являются одними из крупнейших предприятий России по обогащению урана и переработке ядерных отходов, однако данных по содержанию урана в сбросах этих предприятий в р. Енисей не было известно.

Целью наших исследований было получение надежных данных по содержанию урана и его изотопов в воде реки Енисей и его притоках в зоне влияния предприятий Росатома.

Исследования проводили в 2007-2010 годах на трех участках среднего течения р. Енисей: два участка в зоне влияния сбросов предприятий Росатома (ГХК и ЭХЗ) и условно фоновый участок протяженностью 45 км от г. Красноярска до с. Есаулово. Многолетние наблюдения за содержанием ^{238}U в разных районах бассейна р. Енисей, выполненные с использованием независимых методик определения содержания и изотопного состава урана в природных водах, разработанных в аналитических лабораториях институтов СО РАН, масс-спектрометрическим методом с ионизацией в индуктивно связанной плазме (МС-ИСП), впервые выявили многократное превышение его содержания над фоновым. К таким районам относятся участки р. Енисей вблизи сбросов предприятий Росатома, а также участки рек Большая Тель и Кан. В этих районах содержание ^{238}U достигает 2.1-4.0 мкг/л (иногда 16 мкг/л), что почти на порядок превышает содержание ^{238}U в воде выше по течению от ГХК (0.3-0.6 мкг/л). Исследования изотопного состава урана в пробах воды, проведенные в Институте неорганической химии СО РАН, показали наличие техногенного изотопа урана ^{236}U в пробах р. Большая Тель и выявили отклонение изотопного отношения $^{238}\text{U}/^{235}\text{U}$ (167 ± 3 и 177 ± 3) от равновесного природного ($^{238}\text{U}/^{235}\text{U} = 138$).

Полученные данные свидетельствует о техногенном происхождении части урана в воде реки Большая Тель в связи с деятельностью ГХК. Превышение содержания урана в р. Кан требует дополнительных исследований для выяснения доли урана техногенного происхождения.

Работа выполнена при финансовой поддержке Интеграционного проекта СО РАН №1.

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МЕТОДОВ ИСП-МС И АЭС ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ СНЕГОТАЛОЙ ВОДЫ РАЙОНОВ НЕФТЕДОБЫВАЮЩЕГО КОМПЛЕКСА

Т.С. Большунова

ГОУ ВПО «Национальный исследовательский Томский политехнический
университет», 634050 г. Томск, пр. Ленина, 30;

ОАО «ТомскНИПИнефть», 634000 г. Томск, пр. Мира, 72

В комплексе экологического мониторинга окружающей среды нефтяных месторождений Томской области мониторинг атмосферного воздуха осуществляется посредством снеговой съёмки и локальных замеров от источников выбросов. Специфика состава выбросов нефтедобывающего комплекса такова, что многие тяжёлые металлы находятся в достаточно низких концентрациях и, в связи с этим, является важным выбор метода анализа снеготалой воды. В работе рассмотрены данные, полученные при анализе снеготалой воды двумя методами: масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) и атомно-эмиссионной спектрометрии (ИСП-АЭС).

Методы ИСП-МС и ИСП-АЭС с источником ионизации в виде индуктивно-связанной аргоновой плазмы стали одними из самых распространенных методов анализа элементного состава. Оба метода анализа характеризуются низкими пределами обнаружения, экспрессностью, широким динамическим диапазоном, кроме того, они позволяют определять несколько элементов одновременно, что позволяет существенно сократить трудозатраты. ИСП-АЭС более точен при содержаниях более 0,1% в образце и прекрасно подходит для точного количественного анализа макроэлементов, ИСП-МС - при малых содержаниях (менее 0,1% в образце) и, соответственно, более подходит для точного количественного анализа микроэлементов.

Образцы проб, отобранных в районах интенсивного хозяйствования и в районах менее интенсивного воздействия, были проанализированы вышеуказанными методами на такие характерные для нефтедобывающего комплекса тяжёлые металлы, как Mn, Pb, Zn, Cr, Ni (таблица).

Элементы (мкг/л)	Александровский район				Каргасокский район				Парабельский район	
	Проба № 1		Проба № 2		Проба № 1		Проба № 2		Проба № 1	
	ИСП-МС	АЭС	ИСП-МС	АЭС	ИСП-МС	АЭС	ИСП-МС	АЭС	ИСП-МС	АЭС
Mn	2,1	4,2	2,4	5,4	2,8	4	32	25	7,5	13
Ni	0,2	<1	1,5	<1	0,8	<1	25	<1	1,2	<1
Pb	1,6	<1	1,4	<1	2,2	<1	1,8	<1	1,2	<1
Cr	0,9	<1	1,02	<1	1,2	<1	1,3	<1	1,2	<1
Zn	47,4	13	34,4	23	9,4	9	32	14	27	31

Согласно таблице, содержания Ni, Pb, Cr, определяемые АЭС, ниже нижнего предела обнаружения метода, тогда как ИСП-МС позволяет определять концентрации элементов до 8-9 порядков. Концентрации легкоионизируемых элементов Na и K в пробах, которые также были определены методом ИСП-МС, имеют характерные повышенные значения (Na от 61,45 до 365,104 и K от 55,64 до 378,02 мкг/л) и, вероятно, подавляют аналитические сигналы Cr и Ni, которые, в свою очередь характеризуются невысокими содержаниями. Концентрации Mn, определяемые АЭС, характеризуются более высокими значениями в сравнении с данными, полученными при использовании метода ИСП-МС. Концентрации Zn, напротив, имеют большие значения при анализе ИСП-МС. Таким образом, сочетание методов позволяет выявить достоинства и недостатки обоих методов при анализе матрицы снеготалых вод.

ЦИКЛИЧЕСКИЙ ИНЖЕКЦИОННЫЙ АНАЛИЗ ПРИРОДНЫХ ГАЗООБРАЗНЫХ СРЕД

А.В. Булатов, А.Л. Москвин

*Санкт-Петербургский государственный университет,
198504, Санкт-Петербург, Университетский проспект, 26*

К числу достоинств циклического инъекционного анализа (ЦИА) [1] по сравнению с другими проточными методами относится универсальность, проявляющаяся в возможности анализов объектов, находящихся в различных агрегатных состояниях: жидком, газообразном и легкорастворимом твёрдофазном. При этом при переходе от анализа одних объектов к другим не требуется перестроение гидравлической схемы. В случае анализа жидкофазных объектов для образования аналитических форм аналитов проба анализируемой среды подаётся в реакционную ёмкость, в которой она смешивается с аликвотой раствора реагента потоком барботируемого через эту смесь воздуха. В случае анализа газообразных сред в реакционную ёмкость помещается раствор, используемый в качестве жидкого абсорбента, и через него барботируется проба анализируемой газообразной среды. Далее анализ выполняется по схеме, используемой для жидких сред.

Возможности ЦИА применительно к анализу газообразных сред иллюстрируется на примерах определения сероводорода и меркаптанов в атмосферном воздухе и в природном углеводородном газе, а также фенолов в воздухе. Основные аналитические и метрологические характеристики разработанных методик приведены в табл.

Анализируемый объект	Аналит	Время одного определения	Предел обнаружения
Атмосферный воздух	Меркаптаны	–	0,1 мкг/м ³
	Сероводород	8	40 мкг/м ³
	Фенол	35	6 мкг/м ³
Углеводородный газ	Меркаптаны	5	5 мг/м ³
	Сероводород	20	0,1 мг/м ³

Литература

1. A.V. Bulatov, A.L. Moskvina, L.N. Moskvina, A.V. Mozhuhin. Flow Injection Anal. 2010. V. 27. No. 1. P. 13.

СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СРЕДНЕЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ, ОСНОВАННЫЙ НА ИХ ВЫДЕЛЕНИИ В КАПИЛЛЯРНЫХ КОЛОНКАХ И ГХ/МС АНАЛИЗЕ КОНЦЕНТРАТА

Д.А. Бурмыкин, Д.А. Чепелянский, А.И. Ревельский, И.А. Ревельский

МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Кафедра аналитической химии,
Лаборатория концентрирования, 119991, Москва, Ленинские горы, 1-3, 364

В последнее время появились экстракционные методы, позволяющие ускорить и упростить процесс пробоподготовки и сократить расход органических растворителей. Одним из таких новых методов является капиллярная микроэкстракция, развиваемая некоторыми авторами в настоящее время. Однако эти методы требуют либо использования растворителя для смыва сконцентрированных аналитов с анализом части экстракта, либо значительной модификации ГХ системы с использованием дорогостоящего оборудования.

Целью данной работы являлась разработка способа определения среднелетучих органических соединений в водных растворах на уровне содержаний 10^{-7} – 10^{-5} %, основанного на сорбционном концентрировании с использованием серийно выпускаемых капиллярных и переносе всего полученного концентрата в ГХ (ГХ/МС) систему методом термодесорбции.

В ходе работы изучены способы концентрирования малых количеств среднелетучих органических соединений из водных растворов путем динамической и статической сорбции на коротких капиллярных газохроматографических колонках (1 м) и количественного (более 99%) в газохроматографическую систему термодесорбцией и устройство для его осуществления. Разработан способ определения следов среднелетучих органических соединений в водных растворах, основанный на их сорбционном концентрировании на отрезках капиллярных колонок и анализе всего концентрата методом ГХ/МС, определены степени извлечения модельных среднелетучих органических соединений, относящихся к различным классам, на уровне содержаний 10^{-7} – 10^{-5} % и показана стабильность сорбционных свойств концентрирующей колонки вплоть до 50 анализов.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ КАПИЛЛЯРНО-ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ 5-ЭТОКСИ-2-[2-(МОРФОЛИНО)-ЭТИЛТИО]БЕНЗИМИДАЗОЛА

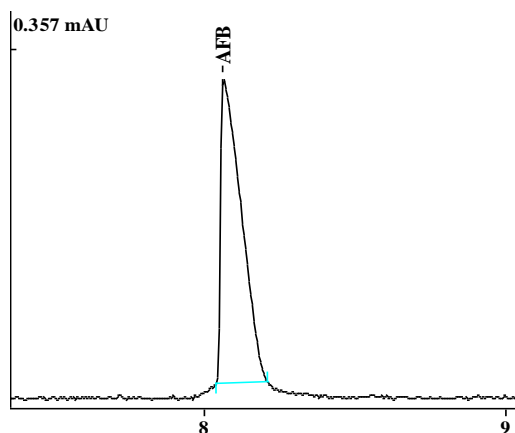
И.В. Бурыкин, М.С. Черновьянц, А.А. Лесина
Южный федеральный университет, химический факультет
344090 Ростов-на-Дону, ул. Р. Зорге, 7

Одной из составляющих широкого применения новых лекарственных средств является разработка и совершенствование методик контроля качества как исходного сырья, так и готовых лекарственных форм. В 2005 году в медицинскую практику был введен селективный анксиолитик – афобазол, представляющий собой дигидрохлорид 5-этоксис-2-[2-(морфолино)-этилтио]бензимидазола. В отличие от широко используемых бензиадипинов данный препарат характеризуется отсутствием седативного и миорелаксационного побочных эффектов [1].

Капиллярный электрофорез – один из современных методов анализа, позволяющий с высокой степенью точности и чувствительности проводить идентификацию и количественное определение содержания активного вещества в лекарственной форме в присутствии примесей или сопутствующих соединений.

В настоящей работе представлена разработанная методика капиллярно-электрофоретического определения 5-этоксис-2-[2-(морфолино)-этилтио]бензимидазола (афобазола) на немодифицированном кварцевом капилляре. Для регистрации сигналов электрофоретической подвижности использовали фотометрическое детектирование (253.7 нм) на фоне фосфатного ведущего электролита (25 мМ, рН 1.98). Анализ проводили при напряжении +15 кВ в течение 10 мин в капилляре с эффективной длиной 50 см и внутренним диаметром 75 мкм. Ввод пробы осуществлялся гидродинамическим способом при 30 мбар в течение 5 с.

Количественное определение афобазола проводили по линейной зависимости между концентрацией определяемого вещества и высотой (h) и площадью (S) электрофоретического пика. Градуировочный график линейен в диапазоне концентраций $1.0 \cdot 10^{-5} \div 1.0 \cdot 10^{-3}$ М. Сравнительный анализ воспроизводимости результатов электрофоретического определения показывает, что количественную оценку содержания афобазола возможно проводить как по высоте, так и площади электрофоретического пика. Однако в последнем случае чувствительность определения и степень линейной корреляции несколько выше (см. таблицу).



Параметр	Уравнение калибровочного графика	R ²	c _{min} , М	S _r
Высота пика (mAu)	$h = 1747,9 \cdot c + 0,1712$	0,961	$2,16 \cdot 10^{-4}$	0,016
Площадь пика (mAu·s)	$S = 24021 \cdot c - 0,4070$	0,990	$1,38 \cdot 10^{-4}$	0,017

Литература

1. Грушевская Л.Н., Авдюнина Н.И., Милкина С.Е., Степаненко О.Б., Пятин Б.М., Алексеев К.В., Сизяков С.А. Хим.-фарм. журнал. 2010. Т. 44. № 7. С. 49.

ВЗАИМОСВЯЗЬ ОСНОВНЫХ АНАЛИТИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ СПЕКТРОМЕТРОВ ИОННОЙ ПОДВИЖНОСТИ

И.А. Буряков, В.Т. Мацаев, О.Ю. Пыхтеев

Метод спектрометрии ионной подвижности основан на отборе и вводе газовой пробы, содержащей смесь веществ, ионизации атомов и молекул смеси, разделении ионов по типам по их подвижности в газе в электрическом поле, регистрации разделенных типов ионов. Основными аналитическими показателями времяпролетного спектрометра ионной подвижности (ВСИП) и спектрометра приращения ионной подвижности (СПИП) являются: разрешение, предел обнаружения, время установления показаний (быстродействие).

Разрешение – величина, характеризующая способность отдельно регистрировать ионы, близкие по коэффициентам подвижности (ВСИП) или функциям приращения подвижности (СПИП). Предел обнаружения – содержание аналита, равное сумме результата холостого опыта и его стандартного отклонения, умноженного на коэффициент доверительной вероятности. Время установления показаний (быстродействие) – время, необходимое устройству для достижения 0.9 от полного размаха изменения показаний.

Основные параметры, влияющие на аналитические показатели ВСИП: длина пространства дрейфа; общее падение напряжения на электродах пространства дрейфа; начальная ширина импульса, приложенного к входному затвору; температура дрейфового газа; среднее квадратическое отклонение фонового тока системы регистрации (СКО СР); верхняя граница полосы пропускания системы регистрации (ВГ СР); количество единичных актов разделения смеси ионов.

Основные параметры, влияющие на аналитические показатели СПИП: амплитуда знакопеременного несимметричного по полярности напряжения, объемная скорость потока дрейфового газа; температура дрейфового газа; скорость сканирования напряжения компенсации; СКО СР; ВГ СР.

В докладе проведен анализ влияния параметров ВСИП и СПИП на их основные аналитические показатели, и как следствие этого влияния, определена взаимосвязь основных аналитических показателей.

ИММУНОХРОМАТОГРАФИЯ – ЭКСПРЕССНЫЙ МЕТОД ДЕТЕКЦИИ НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Н.А. Бызова, А.Е. Урусов, Е.А. Зверева, А.В. Жердев, Б.Б. Дзантиев
Институт биохимии им. А.Н. Баха РАН, 119071 Москва, Ленинский проспект, 33

Иммунохроматографические тесты представляют собой мультимембранный композит (тест-полоску) с предварительно нанесенными реагентами для выявления определяемого соединения, основанного на взаимодействии антиген-антитело. Контакт тест-полоски с анализируемой пробой непосредственно инициирует движение фронта жидкости, специфические взаимодействия и связывание коллоидных маркеров, детектируемое как окрашивание определенных зон тест-полоски. Иммунохроматографические методы сочетают экспрессность, высокую чувствительность и специфичность, возможность визуальной регистрации результатов, что позволяет определять наличие или отсутствие контролируемого соединения непосредственно на месте отбора пробы.

Проведен цикл исследований по разработке иммунохроматографических тестов для детекции пестицидов, микотоксинов, антибиотиков и бактериостатиков в объектах окружающей среды, продуктах питания и сельскохозяйственной продукции. Получены препараты маркеров – наночастиц коллоидного золота со средним диаметром от 5 до 40 нм. Определены оптимальные режимы иммобилизации антител на коллоидном золоте. С использованием методов электронной, атомно-силовой микроскопии и поверхностного плазмонного резонанса охарактеризованы полученные конъюгаты. Определены оптимальные условия проведения реакции антиген-антитело с использованием различных конъюгатов и мембранных носителей. Изучены факторы, влияющие на пороговый уровень различения положительных и отрицательных проб при качественной регистрации результатов иммунохроматографии. Предложены мультипараметрические иммунохроматографические тест-системы, позволяющие одновременно контролировать наличие в пробе нескольких соединений. Охарактеризована стабильность тест-систем при хранении. Продемонстрирована возможность документирования результатов иммунохроматографии и количественной оценки содержания определяемых соединений с использованием портативного рефлектометра отечественного производства.

На основании разработанных подходов изготовлены экспериментальные образцы тест-систем для определения пестицидов (атразина), микотоксинов (охратоксина, афлатоксина В1, зеараленона), антибиотиков (левомицетина, стрептомицина, ампициллина). Тест-системы позволяют детектировать до 10 нг/мл токсичных контаминант; продолжительность анализа не превосходит 10 мин. Проведена апробация тест-систем для контроля контаминации питьевой воды, соков, молока и кисломолочных продуктов, зерна. Показана высокая степень корреляции результатов иммунохроматографии и традиционных иммуноаналитических методов, характеризующихся существенно большей длительностью (2-3 ч.) и приборной регистрацией результатов.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 09-08-01209, 10-03-00990, 11-08-93968, государственных контрактов 14.740.11.0615, 02.740.11.0868, 16.512.11.2125, П975.

РАЦИОНАЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС ПРИРОДНЫХ СОРБЕНТОВ ДЛЯ ОЧИСТКИ ПОЧВ, ГРУНТОВ И АКВАТОРИЙ ОТ РАЗЛИВОВ И ПЛЕНОК НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

И.Н. Ваганов, Б.В. Фунтиков, А.П. Трофимов, И.Г. Спиридонов

Бронницкая геолого-геохимическая экспедиция ФГУП «ИМГРЭ», 140152
Московская обл., Раменский р-н, пос. ст. Бронницы, Красноармейская, 26

Промышленная деятельность человека всё чаще приводит к катастрофическим последствиям для окружающей среды, когда необходимо в первую очередь не столько изучать причиненный ущерб природе, сколько предпринимать срочные меры для ее спасения. К наиболее опасным загрязнителям почв, грунтов, природных вод относятся нефтепродукты. Очень важной задачей являются поиски способов ликвидации последствий разливов нефтепродуктов. В нашей стране многие годы изучались и предлагались к использованию композиционные материалы, полученные на основе торфа и цеолитов. В Бронницкой геолого-геохимической экспедиции в течение 2010-2011 г.г. были проведены работы по применению природных сорбентов, в качестве которых выбраны глауконитовые пески (г. Воскресенск), цеолитовый концентрат (Республика Армения), клиноптилолит-содержащие трепела (Орловская обл.), верховой торф (Шатурский район Московской обл.).

В ходе проведенных работ установлено, что среди использованных природных сорбентов наиболее лучшими свойствами обладают дешевые и широко распространенные клиноптилолит-содержащие трепела и верховой пушицево-сфагнумовый торф. Предлагается использование их в сочетании с ионообменными и поверхностно-активными веществами. В полученном таким образом трепело-органическом композите (ТОКе) лучшим образом проявлены их ценные эксплуатационные свойства. Необходимо было также добиться достаточно высокой плавучести композита, для применения на водоемах.

Исходя из результатов проведенных исследований, специалисты БГГЭ определили, что по свойствам и составу для ликвидации разливов нефти и нефтепродуктов наилучшими качествами обладает следующий состав трепело-органического композита (ТОКа): 1. пушицево-сфагнумовый торф, образованный на основе мха верховых болот, с содержанием микроорганизмов (бактерий родов *Pseudomonas*, *Bacillus*, *Arthrobacter*, *Rhodococcus*, *Enterobacter*, *Micobacterium*) до 10 млн. клеток в 1 г сухого торфа; 2. клиноптилолит-содержащий трепел; 3. ряд специальных модифицирующих добавок.

Необходимо, чтобы сорбент можно было легко собирать и утилизировать. Отработанный по очистке разливов нефтепродуктов ТОК представляет собой густую кашеобразную массу смеси материала ТОК, нефтепродуктов и (при обработке водоемов) воды. С помощью пресса было проведено отделение пропитанного нефтепродуктами ТОКа от воды, загрязненной нефтепродуктами. После этого ТОК брикетировался, сушился. Брикеты можно использовать в качестве топлива.

Биологическое разложение нефти в воде и на суше происходит чрезвычайно медленно. В почвенном покрове процесс естественного полного разрушения нефти происходит не менее 20-25 лет, токсические свойства нефти исчезают через 10-12 лет. Комплекс бактерий, присущий верховым торфам, способствует разложению нефтепродуктов (и восстановлению травяного покрова) в течение нескольких месяцев. Дешевизна и распространенность исходных компонентов позволяют добиться низкой себестоимости ТОКа при чрезвычайно высокой его сорбционной емкости и эффективности. Утилизация использованного ТОКа проста и экономична.

ВЛИЯНИЕ КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ РТУТИ С ГУМИНОВЫМИ КИСЛОТАМИ НА ЕЕ МИГРАЦИОННУЮ СПОСОБНОСТЬ В ПОЧВАХ СЕВЕРО-ВОСТОКА ЕВРОПЕЙСКОЙ ТЕРРИТОРИИ РОССИИ

Р.С. Василевич

Институт биологии Коми научного центра Уральского отделения Российской академии наук. 167982, г. Сыктывкар, ГСП-2, ул. Коммунистическая, 28

Гуминовые кислоты (ГК), являясь основным органическим веществом почв, взвесей вод, речных и морских осадков, вступают во взаимодействия с загрязнителями, обуславливая высокую степень их концентрирования, и во многом определяют санитарно-экологическое состояние не только почв, но и всех объектов окружающей среды. Наиболее интересным представляется изучение механизма взаимодействия гуминовых кислот и тяжелых металлов. Способность ртути образовывать наиболее устойчивые комплексные соединения с высокомолекулярной совокупностью гумусовых кислот обуславливает выбор данного элемента для определения роли гуминовых кислот как эффективного геохимического барьера в цикле тяжелых металлов в биосфере.

Актуальность работы заключается, в том, что большое внимание уделено исследованиям тундровых почв республики Коми, антропогенное воздействие на которые значительно возросло за последние годы и свойства гумусовых веществ, которых слабо изучены. В качестве объекта исследования были выбраны беззольные препараты гуминовых кислот, выделенные из почв северной и средней тайги, тундровой зоны республики Коми.

Проведена апробация и адаптация методологии изучения модельной системы Hg^{2+} – ГК с последующим определением равновесной концентрации элемента методом беспламенной атомной абсорбции. По кинетическим зависимостям установлено, что равновесие в системе Hg^{2+} –ГК достигается за 6 часов, что соответствует 99 % от исходной концентрации элемента, при этом сорбционная емкость по отношению к ионам ртути (II) достигает значительных величин – 320-370 мг ртути на 1 г препарата ГК. Также получены термодинамические характеристики реакции комплексообразования (свободная энергия Гиббса и энтальпия реакции), константы адсорбционного равновесия и сорбционные емкости для каждого препарата ГК.

Санитарно-экологический аспект работы включал установление влияния изменения различных факторов окружающей среды на устойчивость гуматных комплексов ртути. Установлено, что при увеличении рН среды растет растворимость, как исходных гуминовых кислот, так и их комплексов с ртутью, что в свою очередь увеличивает миграционные характеристики ртути.

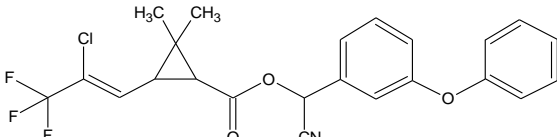
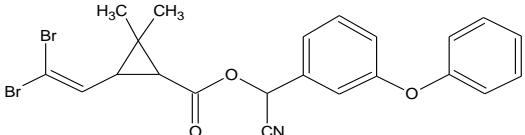
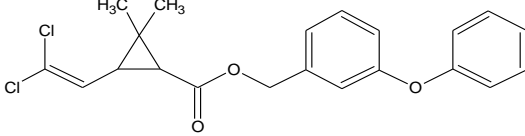
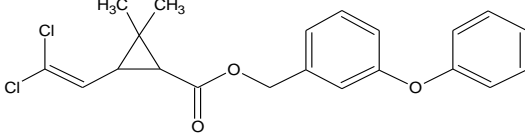
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПИРЕТРОИДОВ В ВОДЕ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

А.И. Васильева, Л.И. Кантор, И.А. Мельницкий, Н.В. Труханова
Муниципальное унитарное предприятие «Уфаводоканал»,
450098, г. Уфа, ул. Российская, 157/2, uwc@uwc.ufanet.ru

В агросекторе для борьбы с различными насекомыми, в том числе и с колорадским жуком, широкое применение получили пиретроиды – группа инсектицидов, синтетических аналогов природных пиретринов, сходных с ними по характеру и механизму физиологического действия, но иногда существенно различающихся по химическому строению. В процессе смыва с почв и инфильтрации эти соединения поступают в поверхностные и подземные водоисточники. При этом возникает риск загрязнения пиретроидами питьевой воды и риск токсичного влияния препаратов на представителей водной флоры и фауны, в то время как ПДК для одного из представителей этого класса пестицидов – каратэ в водах рыбохозяйственного назначения составляет 2×10^{-8} мг/дм³.

Для определения трех пиретроидов: перметрина (амбуш), дельтаметрина (децис) и λ -цигалотрина (каратэ) – в природной и питьевой воде разработана ВЭЖХ методика в сочетании с предварительным концентрированием жидкость-жидкостной экстракцией. Изучено хроматографическое поведение пиретроидов в условиях обращено-фазовой ВЭЖХ с УФ-детектированием. В качестве подвижных фаз были опробованы водно-ацетонитрильные и водно-метанольные смеси. Хроматографирование проводили на колонке Zorbax Eclipse XDB-C₁₈ (4,6x250 мм, 5 μ) как в изократическом, так и в градиентном режимах. Использование элюентов системы ацетонитрил/вода в разных соотношениях не дало приемлемого разделения дельтаметрина и лямбда-цигалотрина. Значительное увеличение селективности обращено-фазовой системы по отношению к этим веществам наблюдали при замене ацетонитрила на метанол. Найдены оптимальные условия анализа (элюент: MeOH/H₂O – 80/20, $t_{\text{кол.}}$ =35°C, скорость элюента – 1,2 мл/мин), при которых удалось добиться разделения всех анализируемых пестицидов, кроме того было возможным разделение цис- и транс- изомеров перметрина. В таблице приведены структурные формулы и значения величин факторов удерживания (k) пиретроидов.

Таблица Характеристики удерживания и идентификации пиретроидов

№ п/п	Название соединения	Структурная формула	k	$S_{\lambda=235\text{nm}}/$ $S_{\lambda=275\text{nm}}$
1	Лямбда-цигалотрин (каратэ)		6,2	5,7
2	Дельтаметрин (децис)		7,6	8,0
3	Перметрин (амбуш) – 1-й изомер		11,4	7,3
4	Перметрин (амбуш) – 2-й изомер		14,8	7,1

Показана возможность надежной идентификации анализируемых соединений при использовании спектральных отношений – отношений оптического поглощения на двух различных длинах волн (табл.). Предлагаемый метод отличается высокой точностью и воспроизводимостью результатов по сравнению с методом ГЖХ/ЭЗД.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ СЕНСОРЫ ДЛЯ НЕПРЕРЫВНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕКИСЛОГО ГАЗА В АТМОСФЕРЕ

С.М. Васина¹, Д.М. Аронбаев¹, Б.Д. Кабулов²

¹Самаркандский Государственный Университет им. А.Навои, Узбекистан,

*²Государственное Унитарное предприятие ТГТУ «Фан ва тараккиёт», Узбекистан
140104, Самарканд, Университетский бульвар, 15. E-mail: vasin2003@mail.ru*

В связи с проблемой глобального потепления вопрос мониторинга углекислого газа в атмосфере стоит особенно остро. Поэтому разработка новых принципов и приборов для селективного определения углекислого газа является актуальной задачей.

Нами предлагается способ и варианты первичных преобразователей для непрерывного определения углекислого газа в атмосферном воздухе. Принцип метода заключается в поглощении определенной порции анализируемого воздуха, пропускаемого со скоростью 3-6 дм³/час, поглотительным раствором, в качестве которого используется электролит: 2М раствор Ва(СlO₄)₂ с добавлением 2% ПАВ и начальным значением рН 9,5 – 11. Изменение рН исходного поглотительного раствора, вызванного растворением СО₂, контролируется рН-электродом и может быть оттитровано до начального значения кулонометрически генерированными ОН⁻ - ионами при токе электролиза 10 мА. Оптимизация условий кулонометрического титрования позволила выбрать рабочие и индикаторные электроды для различных конструкций СО₂ – датчиков. Так, в качестве рабочего электрода – Рт и графит, в качестве индикаторного рН-электрода марки ЭСЛ-63-07 (для обычных температур) и висмутовый (для регистрации рН в зимнее время и зондовых испытаний).

На основании исследований было предложено три варианта СО₂ – датчиков:

1. Чувствительный элемент представляет собой непроточную электрохимическую ячейку из трех камер, разделенных ионообменными мембранами. Цилиндрическая рабочая камера, с расширенной верхней частью для размещения индикаторного рН- электрода и термокомпенсационного устройства, содержит в нижней части генераторный рабочий Рт-электрод и распылитель. Такая конструкция рабочей камеры обеспечивает полное поглощение углекислого газа и перемешивание раствора. Вспомогательный графитовый электрод размещен в анодной камере, в третьей камере размещается хлорсеребряный электрод сравнения. В камеры заливается поглотительный раствор, а в анодную вводится еще осадок ВаСО₃. Такая конструкция предотвращает подкисление поглотительного раствора генерированными Н⁺ - ионами.

2. Чувствительный элемент, предусмотренный для лётных испытаний и выдерживающий вибрацию 50 Гц и перегрузку ~ 5g, отличается от вышеописанного лабораторного варианта способом крепления рабочего электрода, формой нижней части камеры, выполненной из тефлона, креплением ионообменных мембран и дополнительными прокладками из инертного материала, обеспечивающих герметичность СО₂ датчика. Ресурс непрерывной работы 420 час.

3. Для определения СО₂ на больших высотах с помощью радиозонда разработан двухкамерный вариант датчика. Камеры разделены анионитовыми мембранами. В рабочей камере стеклянный рН-электрод заменен на висмутовый с видимой поверхностью 2 см². Первоначальное значение рН поглотительного электролита в этом случае доводится до рН=11. Сам чувствительный элемент закрыт крышкой, обеспечивающей герметичность конструкции. Вес датчика ~300 г. Ресурс непрерывной работы 3 часа.

Разработанные варианты электрохимических СО₂ - сенсоров прошли стендовые и лётные испытания. Их конструкции защищены авторскими свидетельствами СССР и патентами Республики Узбекистан.

СТОЙКИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ ЗАГРЯЗНИТЕЛИ В ДОННЫХ ОСАДКАХ ПРЕСНОВОДНЫХ ОЗЕР НА СЕВЕРО-ЗАПАДЕ РОССИИ

А.В. Вельямидова, А.Ф. Троянская

Институт экологических проблем Севера УрО РАН,
163000, г. Архангельск, наб. Северной Двины, 23, labecoarh@iepn.ru

Диоксиноподобные соединения относятся к приоритетным региональным стойким органическим загрязнителям (СОЗ) окружающей среды Архангельской области, одним из основных источников которых являются «исторически» созданные участки, загрязненные остаточными количествами компонентов препарата пентахлорфенолята натрия (ПХФН). Современные почвы на загрязненных участках характеризуются высоким содержанием гексахлорбензола (ГХБ), составляющим около 90 % в составе остаточных хлорароматических компонентов ПХФН [Trojanskaya A.F., Veliamidova A.V., 2007]. ГХБ, будучи полувolatileм СОЗ, устойчивым к разложению и способным к биоаккумуляции, может переноситься на большие расстояния, осаждаясь и накапливаясь в природных экосистемах в отдаленных от источников выброса областях [Toxicological profile..., 2002].

С целью изучения распространенности ГХБ выполнены исследования донных осадков малых пресноводных озер, расположенных на территории Кенозерского национального парка (КНП) в Каргопольском районе Архангельской области.

Пробы поверхностного слоя осадков были отобраны в ходе экспедиционных работ в 2009 году. В пробу осадков предварительно вносили внутренний стандарт-имитатор. ГХБ извлекали методом проточной экстракцией горячей смесью гексан/ацетон при температурах ниже точки кипения. Полученный экстракт после обработки гидроксидом натрия подвергали адсорбционной очистке. Количественное определение и идентификацию ГХБ проводили методом ГХ-ЭЗД. Предел обнаружения – 0,1 нг/г воздушно-сухого осадка.

Исследованные малые озера Пежихерье, Масельгское, Вильно и Саргозеро являются мелководными и маловодообменными с высоким содержанием $S_{\text{орг}}$ (от 7,8 до 20,7 %) в донных осадках, представленных илами. В отсутствие прямого антропогенного источника ГХБ был найден во всех пробах осадков. При мозаичном распределении в большинстве проб диапазон концентраций ГХБ составлял от 0,6 до 7,8 нг/г в.с. осадка при очень высоком содержании в единичных пробах (9,2-12,6 нг/г). По уровню ГХБ осадки этих озер близки к донным отложениям приливного устья реки Северной Двины, находящихся под аддитивным влиянием разнообразных источников хлорорганических соединений с доминантой территорий, загрязненных ПХФН. На длительный процесс накопления в озерных осадках указывает присутствие на хроматограммах пиков менее хлорированных бензолов, являющихся продуктами медленного восстановительного дехлорирования гексахлорбензола.

Можно предполагать, что к источникам поступления ГХБ в озерные осадки относится глобальный и региональный атмосферный перенос с выбросами от процессов сжигания/горения, а также с частицами пыли от территорий, загрязненных остаточными количествами компонентов ПХФН. Высокое содержание полихлорированных диоксинов и фуранов – от 1,77 до 21,46 нг I-TEQ/кг в.с. осадка, и специфичный конгенерный профиль с доминирующим вкладом полихлорированных диоксинов указывают на связь загрязнения озер с применением в прошлом ПХФН на территории региона.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТОВ И НИТРАТОВ С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

В.А. Вешняков¹, И.М. Бабкин¹, Ю.Г. Хабаров¹, О.С. Бровка²

¹Северный (Арктический) федеральный университет
163002, г. Архангельск, наб. Северной Двины, 17

²Институт экологических проблем Севера УрО РАН
163061, Архангельск, наб. Северной Двины, 23

Нитриты и нитраты являются анионами, которые образуются в реакции, как в техногенных, так и в природных процессах. Их соли играют важную роль в целом ряде производств (минеральных удобрений, красителей, взрывчатых веществ). С экологической точки зрения нитриты и нитраты являются довольно токсичными, поэтому определение нитритов и нитратов представляет собой важную задачу. Среди многочисленных методов определения известно прямое определение с помощью электронной спектроскопии. Оно основано на измерении оптической плотности растворов при 302 и 355 нм. Затем производится расчет концентраций нитритов и нитратов по калибровочным зависимостям для каждого из анионов (метод 1).

Другим методом (метод 2) обработки данных электронной спектроскопии для расчета содержания нитритов и нитратов при их совместном присутствии является решение системы линейных уравнений, связывающих оптические плотности с концентрациями. Для сравнения результатов, получаемых известным и предлагаемым методом обработки данных электронной спектроскопии для расчета концентрации нитритов и нитратов были проведены экспериментальные исследования их растворов. Результаты представлены в таблице.

Концентрация NaNO ₂ , мМоль/л			δ, %			Концентрация NaNO ₃ , мМоль/л			δ, %				
задан о	метод расчета		средн ее	1	2	средн ее	задан о	метод расчета		средн ее	1	2	средн ее
	1	2						1	2				
24,9	24,6	25,5	25,1	1	2,6	0,8	11	8,7	12,9	10,8	21	17,1	1,9
9,7	9,3	10,3	9,8	3,9	5,9	1	16	12,9	17,7	15,3	19,6	10,8	4,4
41,3	40,8	41,2	41	1,3	0,3	0,8	99	95,4	98,2	96,8	3,7	0,9	2,3
36,3	36,3	36,5	36,4	0,3	0,5	0,1	133,8	130,6	133,4	132	2,4	0,4	1,4
44,8	44,3	44,8	44,6	1,1	0,1	0,5	74	71	73,8	72,4	4	0,2	2,1
15,3	14,9	15,7	15,3	2,6	2,4	0,1	48,5	45,6	49,9	47,8	6,1	2,9	1,6
43,6	43,1	43,8	43,5	1,2	0,4	0,4	35,8	33,1	36,3	34,7	7,4	0,4	3
14,9	14,5	14,8	14,7	3,3	0,6	1,9	135,4	131,8	135,5	133,7	2,7	0,6	1,3
50,6	49,7	50,4	50,1	1,7	0,3	1	29,6	26,6	29,5	28,1	9,9	0,3	5
30,3	29,9	30,4	30,2	1,3	0,4	0,5	70,1	67,7	70,6	69,1	3,5	0,6	1,4
20,6	20,5	20,8	20,6	0,9	0,9	0	102	99,1	102,1	100,6	2,8	0	1,4
14,9	14,7	15	14,8	1,3	0,8	0,3	123,9	121	124,1	122,6	2,3	0,2	1,1
39,9	39,4	40	39,7	1,2	0,1	0,6	49,8	47,2	49,9	48,5	5,3	0,1	2,6
10,2	9,9	10,1	10	3	1,7	2,3	151,3	148,3	150,9	149,6	2	0,3	1,1
Среднее значение				1,5	1,1	0,7	Среднее значение				6	2,4	2,2

Как видно, предлагаемый метод 2 позволяет уменьшить примерно в 3 раза относительную погрешность определения (δ). Дополнительное уменьшение погрешности достигается усреднением результатов расчета по методу 1 и 2.

ОПЫТ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АЭС-ИСП В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И РАСТВОРОВ ПОДЗЕМНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ

О.М. Вилкова, В.В. Якишин

Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии
115409, г. Москва, Каширское шоссе, д.33

В районах действующих опытно-промышленных полигонов по подземному выщелачиванию урана различных месторождений постоянно проводятся работы по мониторингу компонентов окружающей среды: почвогрунтов, снежного покрова и подземных вод. По результатам анализа составляются карты ореолов распространения и гистограммы распределения загрязняющих веществ, обусловленные главным образом природными миграционными механизмами. Результаты исследований необходимы при реабилитации территорий в случае вывода месторождений из эксплуатации. Задачи многоэлементного экспрессного анализа постоянно возникают и при геотехнологическом картировании выявленных рудных залежей и технико-экономической оценке возможности отработки месторождений способом скважного подземного выщелачивания.

Для решения подобных задач ведущее положение в мире заняли современные экспрессные методы анализа: масс-спектрометрия (МС), атомно-эмиссионная спектрометрия (с атомизацией в дуге АЭС и индуктивно-связанной плазме АЭС-ИСП), атомно-абсорбционная спектро фотометрия (ААС с электротермической атомизацией и в пламени). Учитывая немалую стоимость современных приборов, при решении конкретных аналитических задач важное значение имеет правильная расстановка приоритетности используемых методов анализа. При выборе методов анализа решающее значение имеют следующие факторы: типы анализируемых проб, метрологические требования к результатам анализа, селективность, диапазоны определяемых концентраций, производительность (количество проб в день и количество постоянно определяемых элементов), необходимый уровень квалификации операторов, экономические аспекты эксплуатации оборудования.

В настоящем докладе рассмотрены основные достоинства и недостатки методов (МС, АЭС, ААС), границы их применимости, проведено сопоставление метрологических характеристик, селективности и чувствительности.

Применительно к геологическим объектам наиболее универсальным методом анализа является АЭС-ИСП, который много лет успешно используется в Испытательном Аналитическом Центре ВНИИХТ (прибор Vista-Pro фирмы Varian с радиальным обзором плазмы, Эшеле-оптикой и ССД детектором). В ИАЦ ВНИИХТ выполняются анализы как объектов окружающей среды (воды, почвы, растения, донные отложения, илы), так и растворов подземного выщелачивания, геологических (руды, концентраты) и технологических проб (химические реактивы, осбоочистые вещества, промежуточные растворы и конечная продукция). В сочетании с микроволновой пробоподготовкой (микроволновая система Ethos-1 фирмы Milestone) метод АЭС-ИСП позволяет экспрессно определять более 70 элементов не только в растворах, но и твердых пробах в широком диапазоне концентраций от п.10⁻⁶ до п.10 % мас.

К ВОПРОСУ О ПРИЧИНАХ ВОЗНИКНОВЕНИЯ СИСТЕМАТИЧЕСКОЙ ПОГРЕШНОСТИ ПРИ ХИМИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

Л.А. Волкова, Н.А. Ермакова

ГОУ ВПО «Тюменский государственный университет», г. Тюмень, ул. Семакова, 10

Качество результатов количественного химического анализа напрямую зависит не только от правильности выбора метода анализа и методики выполнения измерений содержания определяемых компонентов, но и от полноты учета всех возможных химических взаимодействий компонентов, входящих в состав пробы. Часто, на этапе разработки и внедрения методик используются модельные растворы с минимальным перечнем компонентов, однако в аналитической практике приходится иметь дело с более сложными смесями, компоненты которых могут вступать во взаимодействия между собой и с определяемым веществом так, что результаты определения оказываются сильно завышенными либо заниженными вследствие возникновения систематической ошибки определения. Ранее [1] было показано, что в системе медь-висмут-лимонная кислота (Cit) в интервале pH 4-7 образуется полигетероядерный комплекс состава Cu:Bi:Cit=1:1:2. Причем, образование этого комплексного соединения сильно влияет на оптические характеристики комплекса Cu-Cit, который окрашен в голубой цвет, в то время как аналогичный комплекс висмута не имеет окраски и не поглощает свет в видимой области спектра. Это позволило предложить методику косвенного количественного определения висмута в присутствии меди в виде лимоннокислого комплекса. Результаты определения меди по данной методике в интервале концентраций 10^{-3} – 10^{-2} М в присутствии $5 \cdot 10^{-3}$ М висмута оказались сильно завышенными, причем величина относительного стандартного отклонения линейно изменяется с увеличением концентрации меди (коэффициент корреляции 0,9962) от 38,0 до 10,5 %.

Для определения содержания меди в присутствии висмута была получена градуировочная зависимость оптической плотности растворов с переменной концентрацией меди при постоянном содержании висмута. График имеет излом при соотношении металлов 1:1. Крутизна градуировочной функции до излома имеет большее значение в связи с тем, что в системе происходит образование гетероядерной комплексной частицы с большим коэффициентом молярного погашения, чем у комплекса медь-цитрат. В дальнейшем, после соотношения концентраций металлов 1:1 увеличение концентрации меди приводит к увеличению оптической плотности за счет дальнейшего образования комплекса медь-цитрат.

Определение содержания меди в присутствии второго металла методом градуировочного графика, построенного по стандартным растворам, содержащим медь и висмут, показало наличие только случайной ошибки определения, величина относительного стандартного отклонения не превышает 5,7 % и не зависит от концентраций компонентов в пробе. Анализ проводился методом «введено-найдено» на 5 модельных растворах в 5 параллелях.

Таким образом, для получения результатов анализа, отвечающих действительному содержанию определяемого металла в поликомпонентной пробе, необходим учет всех возможных взаимодействий как матричных компонентов пробы, так и реактивов, внесенных в пробу в ходе выполнения анализа в виде маскирующих агентов, буферных растворов и т.п.

Литература

1. Волкова Л.А., Ермакова Н.А. Исследование и аналитическое применение гетероядерных цитратных комплексов висмута (III) и меди (II). // Вестник Тюменского государственного университета. 2001. №3. С.187-192.

ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ КОМПОНЕНТОВ, ВХОДЯЩИХ В СОСТАВ АЛЮМОКРЕМНИЕВЫХ ФЛОКУЛЯНТОВ – КОАГУЛЯНТОВ, НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ВОДОПОДГОТОВКИ И ВОДООЧИСТКИ

М.А Волкова¹, А.Н. Недугов², А.В. Нечаева¹, А.В. Кайсин².

¹Пермский государственный университет

²ЕНИ.614990, Пермь, ул. Букирева, 15.

e-mail:margo@psu.ru

К числу актуальных проблем современности относится количественное и качественное истощение водных ресурсов. В результате повышения требований к снижению загрязняющих выбросов промышленные предприятия, а также другие объекты, занимающиеся проблемой очистки сточных вод, требуют новых более эффективных и дешевых реагентов, позволяющих решать поставленные задачи.

Нами разработаны условия получения алюмокремниевого флокулянта-коагулянта (АКФК) из его сернокислого нефелинового раствора. Выделенный по новой технологии АКФК - порошок белого цвета [1]. Исследована его эффективность при очистке сточных вод, содержащих различные загрязняющие вещества (ЗВ). Степень очистки воды контролировали по следующим показателям: мутность, цветность, массовые концентрации железа(III), хрома(III), фосфат-ионов и концентрация нефтепродуктов в воде. При дозе коагулянта 50-80 мг/л, в пересчете на Al_2O_3 , экстракция ЗВ составляет 70-95%. Для изучения влияния основных компонентов, входящих в состав АКФА, концентрацию коагулянта по оксиду алюминия меняли добавлением сульфата алюминия (СА), а концентрацию флокулянта изменяли добавлением стекла с модулем 2,5. В таблицах 1 и 2 приведены данные по цветности и мутности при действии коагулянта и флокулянта.

Таблица 1

Коагулянт-СА, доза по Al_2O_3 , мг/л	Цветность, градус	Мутность, мг/л		
		Время отстаивания, час		
		1	6	24
0,0	Исх.156,5	Исх. мутность 10,37 мг/л(ПДК 1,5 мг/л)		
3,0	100,0	3,74	2,65	1,78
12,0	68,9	4,59	3,47	1,59
24,0	34,1	13,17	3,73	2,36
36,0	19,4	23,54	5,35	2,24
60,0	13,5	23,54	5,75	1,32

Таблица 2

Конц-я SiO_2 , мг/л (доза по $Al_2O_3=24,0$ мг/л – const.)	Цветность, градус (ПДК 20 град.)	Мутность, мг/л		
		Время отстаивания, час		
		1	6	24
0,0	Исх.71,2	Исх. мутность 8,65 мг/л (ПДК 1,5 мг/л)		
6,5	38,4	5,40	1,35	0,27
26,0	11,8	5,80	1,85	0,42
56,0	5,0	3,20	1,38	0,25
65,0	5,0	2,90	1,10	0,15

Литература

1. Способ получения алюмокремниевого флокулянта - коагулянта и способ очистки с его помощью воды: пат.2388693 Российская Федерация. /Кудрявцев П.Г., Недугов А.Н., Рябов В.А., Волкова М.А., Кайсин А.В., Коротаев И.М., Коркин А.М.; заявл.28.07.08, опубл.10.05.10 Бюл.№13.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ОКСИТЕРМОГРАФИИ В РЕШЕНИИ ЗАДАЧ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ ГИДРОХИМИИ

М.Ю. Воробьева, И.В. Роговая, С.В. Моржухина, Б.К. Зувев

ГОУ ВПО Международный университет природы, общества и человека «Дубна»
e-mail: vmu.chemist@mail.ru

В мониторинге природных вод особое значение должно уделяться содержанию органических веществ в них. Традиционно идентификация и определение органических веществ в химии основывается на хорошо развитых спектральных методах определения вещества. Как правило, эти методы дороги и трудоёмки. Метод окситермографии является перспективной альтернативой в решении данной задачи. Он основан на программируемом высокотемпературном окислении органического вещества в потоке бинарного газа (кислород – инертный газ) и количественном определении молекулярного кислорода, затраченного на это окисление.

В качестве дозирующего устройства и датчика кислорода в инертном газе, в окситермографе используются высокотемпературные твердоэлектродные ячейки (ТЭЯ) на основе диоксида циркония. Аналитическим сигналом является ток, протекающий через регистрирующую ТЭЯ. Программное обеспечение установки позволяет получать результат измерения в единицах ХПК (химического потребления кислорода) – $\text{мгO}_2/\text{л}$.

Метод окситермографии имеет ряд преимуществ по сравнению с другими методами определения органических веществ:

- экспрессность (анализ занимает от 3 до 6 минут), тогда как классические методы определения ХПК требуют свыше двух часов на проведение анализа;
- не требует затрат на химические реагенты, так как единственным расходным материалом является аргон, который вполне доступен и не является дорогостоящим;
- является перспективным в экологическом аспекте, т.к. при сухом сжигании практически все органическое вещество разрушается до диоксида углерода и воды. Следовательно, при анализе не образуются отходы, требующие дальнейшей утилизации.

Целью работы являлось нахождение подходящих условий регистрации высокомолекулярных органических веществ, содержащихся в природных водах методом окситермографии. В качестве аналога органических веществ природных вод для подбора условий определения ХПК природных вод методом окситермографии были взяты высокомолекулярные органические вещества - полиэтиленгликоли (ПЭГ). Кроме того, ПЭГ являются водорастворимыми полимерами, что наиболее подходит для применения их в качестве модельных растворов.

Для определения ХПК растворов ПЭГ методом окситермографии сначала необходимо подобрать условия для их окисления. Для этого варьировались значения тока и напряжения, определяющие концентрацию кислорода в бинарной смеси и условия работы регистрирующей ячейки.

По результатам исследования выбраны подходящие условия для окисления растворов ПЭГ. Предел обнаружения вещества методом окситермографии в найденных условиях составляет $1,7 \text{ мгO}_2/\text{л}$.

Проведены исследования содержания органических веществ в воде реки Волга в районе города Дубна методом окситермографии в найденных условиях.

СОДЕРЖАНИЕ И ХАРАКТЕР РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В ПОЧВАХ РАЗЛИЧНЫХ ЗОН НА ТЕРРИТОРИИ МОСКВЫ

С.С. Воронич¹, А.З. Разянов², А.П. Скибарко³, А.Г. Хлопаев³

¹ Аналитическая лаборатория ГУП «Государственный природоохранный центр»,
115419, г. Москва, Дальний переулок, д.21, e-mail: s-v80@mail.ru

² ФГОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет
«МИСиС», 119049, Москва, Ленинский пр., д. 4, e-mail: anvarazyarov@yandex.ru

³ ФГОУ ВПО «Государственный университет по землеустройству»,
105064, Москва, ул. Казакова, д.15

Введение. В соответствии с последними представлениями почвы города Москвы – это естественные, измененные (антропогенно нарушенные), а также искусственно созданные почвы (почвоподобная масса) мощностью в пределах одного метра. Распределение этих видов почв по территории города весьма неоднородно. В связи с этим особый интерес представляется исследование содержания загрязняющих веществ в различных функциональных зонах города (жилые, промышленные, лесопарковые зоны, автомагистрали).

Основные результаты. В первой части доклада представлены результаты исследований, проведенных в 90-годах прошлого столетия. Этот период отличался тем, что контроль загрязняющих веществ в почвах проводился на постоянной основе при участии целого ряда ведущих исследовательских центров, в том числе профильных институтов РАН, МГУ им. М.В. Ломоносова, а также специализированных лабораторий городских служб экологического контроля. Оценивая общую ситуацию с загрязнением почв того периода, авторами особое внимание обращено на содержание тяжелых металлов и бенз(а)пирена. Отмечается, что основными источниками этих и ряда других вредных веществ являются выбросы многочисленных промышленных предприятий и объектов энергетики, в несколько меньшей степени – выбросы малочисленного на тот период времени парка автомобилей. Вторая часть доклада содержит результаты экспериментальных исследований последнего времени, проведенных авторами в период с 2008 по 2011 г. Показано, что содержание большинства загрязнений варьирует в весьма широких пределах. Так, в частности, концентрации кадмия, свинца, хрома, цинка и других тяжелых металлов в промышленных и жилых зонах превышают ПДК примерно в 2-15 раз. Особенно высоко содержание этих веществ вдоль ряда автотрасс (Каширское, Варшавское шоссе, Бирюлево), на МКАД, а также в непосредственной близости от крупных промышленных зон. Результаты исследований позволяют утверждать, что почвы являются достаточно надежным «индикатором» состояния окружающей природной среды локальных городских территорий.

Обсуждение результатов. Сравнительный анализ результатов исследований за достаточный период времени (25-30 лет) показал, что ситуация с загрязнением почв города не претерпела существенных изменений: концентрация большинства загрязняющих веществ на уровне ПДК и выше, особенно на границе промышленных зон и вдоль автотрасс. В целях повышения эффективности контроля городских почв необходимы более детальные исследования в режиме мониторинга. Постоянные исследования с четко сформулированными программами позволят получить реальную картину загрязнений городских почв и характер их распределения в зависимости от источников выбросов (сбросов), процессов переноса вредных веществ и других факторов.

СОСТАВ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ОЗЕРА МАСЕЛЬГСКОГО (КЕНОЗЕРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ПАРК, АРХАНГЕЛЬСКАЯ ОБЛАСТЬ)

О.Н. Воронцова, Н.М. Кокрятская

Институт экологических проблем Севера УрО РАН, 163000, г. Архангельск,
Наб. Северной Двины 23, e-mail: oklukina@mail.ru

Органическое вещество - регулятор всех химических, геохимических, биогеохимических процессов, происходящих и в толще воды, и в донных отложениях. Запасы органического вещества озер пополняются за счет фотосинтеза фитопланктона (автохтонная составляющая), а также благодаря выносу органических веществ с водосборной площади, поступления с атмосферными осадками, бытовыми и промышленными стоками (аллохтонная составляющая). Среди аллохтонных веществ важную роль в развитии озера играют гуминовые вещества (ГВ), приносимые с лесных и заболоченных участков бассейнов. Это сложные смеси устойчивых к биодеструкции высокомолекулярных темноокрашенных органических соединений природного происхождения, образующихся при разложении растительных и животных остатков под действием микроорганизмов и абиотических факторов среды. Донные отложения являются своего рода хранилищем поступающих в озеро веществ и, поэтому являются одним из наиболее информативных объектов исследования при экологической оценке водоемов.

Объектом исследования для данной работы служили донные осадки озера Масельгского, отобранные в июле 2008 года. Озеро Масельгское расположено на территории Кенозерского национального парка (юго-запад Архангельской области), относится к водосборному бассейну Балтийского моря и характеризуется площадью зеркала 3,44 км², средней и максимальной глубинами - 3 и 20 м, соответственно.

Нами проведены эксперименты по выделению из донных отложений озера Масельгского гуминовых веществ с целью изучения качественного состава органического вещества. Извлекаемые методом щелочной экстракции ГВ разделяли на гуминовые кислоты (ГК), выпадающие в осадок при подкислении экстракта до pH 1, и фульвокислоты (ФК), остающиеся при этом в растворе. Количество ГВ, ГК и ФК определяли по содержанию органического углерода бихроматно-спектрофотометрическим методом.

Были получены следующие результаты. Содержание органического углерода в донных отложениях озера Масельгского составило в среднем 10,7 % в расчете на сухое вещество осадка, преимущественно изменяясь в интервале от 5,8 до 13,0%. Самое высокое содержание органического углерода (28,9 %) отмечено в верхних горизонтах осадка, представляющих собой сильнообводненную гелеобразную субстанцию. В целом, доля органической составляющей в общем содержании углерода не опускалась ниже 80-90 %.

На долю гуминовых веществ в общем содержании органического углерода приходится в среднем 37 %, а сами гуминовые вещества донных отложений озера Масельгского практически на 2/3 состоят из фульвовых кислот. Среднее содержание гуминовых веществ в донных отложениях составило 3,8 %, изменяясь преимущественно в интервале от 2,2 до 5,3 %. Соотношение гуминовых и фульвовых кислот (ГК:ФК = 33:67) в пределах исследованной толщи отложений (50 см) оставалось в целом стабильным, хотя намечается тенденция к возрастанию роли ГК в общем содержании ГВ по мере углубления в толщу отложений - с 22 % на глубине 5 см до 36% от ГВ на нижних горизонтах колонок. В этом, скорее всего, находит отражение изменение качественного состава ОВ - его гумификация в ходе минерализации. О возрастающей роли ГВ в составе ОВ по мере углубления в осадок свидетельствует и высокий коэффициент корреляции между содержанием $C_{орг}$ и ГВ для нижних горизонтов колонок, составляющий 0,91 (n=15).

ИНТЕГРАЛЬНЫЙ ХАРАКТЕР ПАРАМЕТРА ХПК (НА ПРИМЕРЕ СТОЧНЫХ ВОД ПРОИЗВОДСТВА КОМПЛЕКСНОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ДРЕВЕСИНЫ)

Н.А. Гаврилова, М.А. Гусакова, К.Г. Боголицын

Институт экологических проблем Севера УрО РАН
163002, г. Архангельск, набережная Северной Двины, д. 23

В настоящее время одним из основных направлений развития отечественных предприятий комплексной переработки древесины является внедрение процессов производства химико-термомеханической массы (ХТММ), крупномасштабное использование которых позволяет одновременно удовлетворить возрастающие требования к охране окружающей среды и увеличить выход полезной продукции.

Производства ХТММ, несмотря на уменьшение выбросов в атмосферу, сокращение удельного расхода воды и снижение использования химических реагентов полностью не решает проблемы загрязнения окружающей среды, из-за образования высокотоксичных сточных вод.

Принимая во внимание многокомпонентный состав сточных вод производства ХТММ, обусловленный наличием большого количества взвешенных веществ (волокон, дисперсной смолы, непрореагировавших реагентов), продуктов деструкции древесины (экстрактивных веществ, водорастворимых гемицеллюлоз, сульфированных фрагментов лигнина), очевидно, что основная задача экологического контроля состоит в разработке системы оценки качества сточных вод ХТММ на основе интегральных показателей.

Среди наиболее важных приоритетных показателей качества сточных вод предприятий целлюлозно-бумажной промышленности ведущим является параметр «химическое потребление кислорода» (ХПК), который соответствует общему количеству кислорода, равному количеству бихромата калия, который восстанавливается за счет окисления компонентов различной химической природы и агрегатного состояния, т.е. не только растворенных, но и взвешенных компонентов.

Цель данной работы - определение вклада в величину интегрального показателя ХПК органических и минеральных компонентов сточных вод производства ХТММ.

Показатель ХПК определялся по методике ПНД Ф 14.1:2:4.190 - 03 «Методика определения бихроматной окисляемости (химическое потребление кислорода) в пробах природных, питьевых, и сточных вод фотометрическим методом с применением анализатора жидкости «Флюорат – 02»».

Для разделения органической и неорганической составляющей сточных вод ХТММ использовался метод ионной хроматографии, который основан на поглощении компонентов смеси синтетическим ионообменником (ионообменной смолой) с последующим обменом подвижно расположенных в нем ионов на ионы в воде.

Согласно результатам проведенных исследований, среднее значение интегрального показателя ХПК производственных сточных вод ХТММ составляет более 3500 мгО₂/дм³.

Вклад взвешенных веществ в общее значение показателя ХПК достигает 33 отн %, растворенных минеральных и органических веществ - 38% и 31% соответственно. Вклад фракций достаточно стабилен, расхождение не превышает 6%.

К ВОПРОСУ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КЛАССА ОПАСНОСТИ ШЛАМОВ ОТРАБОТАННЫХ БУРОВЫХ РАСТВОРОВ НАКЛОННОГО БУРЕНИЯ

И.Р. Галинуров, А.М. Сафаров, В.И. Сафарова, Т.П. Смирнова*

ГУ УГАК Министерства природопользования и экологии Республики Башкортостан
450104, г. Уфа, ул. Российская, 21, e-mail: guugak@mail.ru, ugak@ufanet.ru;
*ГОУ ВПО УГНТУ, 450062, г. Уфа, ул. Космонавтов, 1

Топливо-энергетическая промышленность является планетарным фактором трансформации биосферы, начиная со стадий разведки и добычи сырья. При этом техногенная (ТГ) нагрузка на окружающую среду (ОС) связана не только с эмиссией нефтяных углеводородов. Немаловажное значение имеют ТГ потоки других загрязняющих веществ на различных этапах «жизненного цикла нефти».

К значимым источникам негативного воздействия отрасли относятся объекты временного и длительного хранения технологических отходов бурения. В соответствии со спецификой возникновения эти отходы можно разделить на две подгруппы: образуемые при строительстве нефтяных скважин и в процессе наклонного бурения.

Метод наклонного бурения широко применяется при прокладке трубопроводов под препятствиями, в т.ч. под водными преградами. При строительстве подводных переходов образование и складирование шламов отработанных буровых растворов наклонного бурения (шламов ОБР) технологически приурочено к супераквальным ландшафтам – наиболее уязвимому компоненту водосборных площадей. ТГ потоки, которые образуются в таких условиях в случае нарушения регламента обращения с подобными крупнотоннажными отходами, способны существенно сказаться на состоянии водного объекта. Потенциальную угрозу для гидрографической сети представляет хранение шламов ОБР в паводково-пойменных комплексах в плохо оборудованных амбарах-накопителях, сооружение которых на практике сводится в выемке грунта и обваловании полученного котлована без соответствующей гидроизоляции. Такая конструкция не обеспечивает защиту от миграции загрязняющих веществ в ОС в концентрациях и объёмах, превышающих её пороговую ассимилирующую способность.

Шламы ОБР представляют собой минеральные отходы, в состав которых входят выбуренная порода и отработанный буровой раствор с примесью химических реагентов. Для таких многокомпонентных отходов характерно отсутствие чётких критериев оценки степени воздействия на ОС, поэтому для определения класса их опасности целесообразно применять комплекс различных методов.

В качестве объекта исследования был использован шлам ОБР, образованный при строительстве подводного перехода через природный водоток на территории Республики Башкортостан. На основании результатов количественного химического анализа расчётным методом отход был отнесён к 5 классу опасности для ОС. Ввиду несовершенства расчётного метода его результат не всегда адекватно отражает реальную опасность многокомпонентных отходов, т.к. не учитывает возможную триггерность и синергию их ингредиентов. Поэтому в дополнение к расчётному методу определение степени вредного воздействия было проведено экспериментально - методом биотестирования на «батарее тестов» из разных таксономических групп: ракообразных (*Daphnia magna Straus*); пресноводных водорослях (*Scenedesmus quadricauda (Turp) Breb*) и высших растениях (семена *Avena sativa*). Выбранные тест-объекты рекомендованы для целей экологического контроля и оптимальны для исследования ТГ воздействия шлама ОБР на компоненты биоценоза паводково-пойменного комплекса. В результате биотестирования установлена токсичность шлама ОБР для тест-объектов, представителей водной биоты (4 класс опасности), что необходимо учитывать в технологическом регламенте обращения с подобными отходами, при выборе способов их обезвреживания и дальнейшей утилизации конечного продукта.

СОСТОЯНИЕ ДРЕВЕСНЫХ ИНТРОДУЦЕНТОВ НА УРБАНИЗИРОВАННЫХ ТЕРРИТОРИЯХ КОЛЬСКОГО СЕВЕРА

О.Б. Гонтарь^{1,2}, Е.А. Святковская¹, Н.Н. Тростенюк¹

¹ Учреждение Российской академии наук Полярно-альпийский ботанический сад-институт им. Н.А. Аврорина Кольского научного центра РАН, 184209, Апатиты Мурманской обл., ул. Ферсмана, 18а;

² Апатитский филиал Мурманского государственного технического университета, каф. Геоэкологии, 184209, Апатиты Мурманской обл., ул. Ферсмана, 50а.

Древесные интродуценты играют важную роль в зеленом наряде городов Кольского Заполярья вследствие ограниченности аборигенной флоры Мурманской области красивоцветущими деревьями и кустарниками. В Полярно-альпийском ботаническом саду-институте (ПАБСИ) с 30-х годов прошлого столетия в коллекционных фондах было испытано более 20 тысяч образцов, представленных 944 видами древесных растений. Наиболее устойчивые и декоративные культуры были введены в озеленительные ассортименты. Последний зональный ассортимент (2008 г.) содержит 136 видов, которые могут стать украшением не только городов, но и приусадебных участков, в т.ч. 44 вида деревьев, 87 кустарников и 5 древесных лиан (Гонтарь и др., 2010). Основу списка (77%) составляют интродуценты.

Основной целью исследований являлось изучение видового разнообразия и устойчивости древесных интродуцентов на различных типах озелененных территорий в городах, расположенных в разных природно-климатических и экологических условиях. Обследование насаждений было проведено на 83 объектах озеленения общегородского значения и 3 ограниченного пользования (102 пробные площадки наблюдений) селитебных территорий 10 городов Мурманской области (Снежногорск, Североморск, Мурманск, Оленегорск, Мончегорск, Кировск, Апатиты, Полярные Зори, Ковдор, Кандалакша).

В результате мониторинга древесных интродуцентов выявлено 60 видов древесных интродуцентов (21 вид деревьев, 39 кустарников) из 28 родов, 13 семейств, что на 18 видов больше по сравнению с данными 1978-1980 гг. Наиболее распространенными видами в настоящее время по-прежнему являются 8 самых устойчивых видов (*Syringa josikaea* Jacq., *Rosa rugosa* Thunb., *Larix sibirica* Ledeb., *Caragana arborescens* Lam., *Spiraea media* Franz Schmidt, *Lonicera tatarica* L., *Salix schwerinii* E.Wolf, *Populus suaveolens* Fisch.), занимавшие лидирующее положение еще 30 лет назад. В целом преобладают старовозрастные дендринтродуценты (40% и более), состояние растений в большинстве городов ослабленное.

Доля древесных интродуцентов, не имеющих признаков ослабления в целом по всем городам составляет 39%. Наиболее очевидным критерием ослабленности является суховершинность, наличие сухих ветвей, глубоких трещин и отлупов коры на стволах деревьев, зараженность вредителями и болезнями.

Анализ результатов по возрастной структуре показал, что в целом преобладают старовозрастные дендринтродуценты, которые составляют 40%, незначительно меньше занимают средневозрастные (33%) и молодые посадки (29%).

Наибольшее видовое разнообразие имеют улицы и бульвары (49 видов), незначительно меньше скверы (41 вид) и внутриквартальные территории (33 вида). В парках культуры и отдыха древесные интродуценты встречаются единично, видовой состав в них представлен 11 видами древесных интродуцентов (Жиров и др., 2010).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ И ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

И.Л. Гринштейн, Т.Э. Елтышева, А.М. Захарова
ООО «Аналит», za@analit-spb.ru

Основными источниками полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в окружающей среде являются предприятия энергетического комплекса, автомобильный транспорт, химическая и нефтеперерабатывающая промышленность. ПАУ оказывают канцерогенное и мутагенное воздействие на организм человека, поэтому контроль содержания этих соединений в воздухе и промышленных выбросах весьма актуален.

В лаборатории ООО «Аналит» разработана методика определения ПАУ в атмосферном воздухе и промышленных выбросах методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии в режиме градиентного элюирования (подвижная фаза – смесь ацетонитрил и вода) с флуориметрическим детектированием с программированием длин волн (начальные длины волн 295 и 370 нм, с 16 минут длины волн 295 и 430 нм) и использованием детектора на диодной матрице.

Основная проблема, которую необходимо было решить, заключалась в том, что различные ПАУ имеют давление насыщенного пара в широких диапазонах. Разработанная процедура пробоподготовки включала отбор пробы на последовательно соединенные мембранный фильтр и сорбционную трубку. Далее ПАУ и сопутствующие аналиты экстрагировали: с фильтра гексаном, с сорбционной трубки – диэтиловым эфиром; экстракты упаривались и объединялись. Упаренный объединенный экстракт растворяли в метаноле. Последующая очистка полученных растворов от мешающих определению ПАУ примесей проводилась на полимерном сорбенте Supelpak-2. При этом ПАУ удерживались на сорбенте, затем элюировались с сорбента диэтиловым эфиром. Эфирный экстракт упаривали и добавляли ацетонитрил. Далее полученный раствор вводился в высокоэффективный жидкостный хроматограф LC-20 Prominanse производства фирмы Shimadzu. Степень извлечения ПАУ составляла около 60%.

Комбинированное использование флуориметрического детектора и детектора диодная матрица позволило обеспечить высокую чувствительность и правильность идентификации определяемых соединений в широком диапазоне концентраций при минимизировании объема отбираемого атмосферного воздуха.

Методика проверялась на пробах атмосферного воздуха и промышленных выбросов металлургического предприятия. Методика прошла метрологическую аттестацию во ВНИИМ им. Менделеева, Санкт-Петербург.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВАХ И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ

И.Л. Гринштейн, Т.Э. Елтышева, А.С. Землянкина
zas@analit-spb.ru

Особое место среди проявлений антропогенного воздействия на почвы принадлежит загрязнению их тяжелыми металлами. Тяжелые металлы обладают способностью накапливаться в живых организмах, включаться в метаболический цикл, образовывать высокотоксичные металлоорганические соединения, изменять формы нахождения при переходе от одной природной среды в другую, не подвергаясь биологическому разложению.

Наиболее распространенным методом определения металлов в почвах является атомно-абсорбционный анализ, требующий растворения образцов. В испытательной лаборатории «Аналит» разработана методика определения металлов в почвах и донных отложениях рентгеноспектральным методом с применением энергодисперсионных рентгенофлуоресцентных спектрометров типа EDX фирмы Shimadzu, основанная на построении калибровочных графиков путем измерения интенсивностей линий определяемых элементов в стандартных образцах. Для количественной оценки влияния матрицы в качестве аналитического сигнала используется отношение интенсивности линии характеристического рентгеновского излучения определяемого элемента к интенсивности линии комптоновского рассеяния материала анода. Для линейризации построенных зависимостей используют заложенную в программном обеспечении к прибору матричную коррекцию, позволяющую учитывать эффекты избирательного поглощения и вторичной флуоресценции, а также частично компенсировать наложение линий. Для каждого определяемого элемента задаются влияющие элементы и рассчитываются коэффициенты влияния.

Стандартные образцы и анализируемые пробы для рентгенофлуоресцентного анализа готовят следующим образом: сушат до постоянной массы, измельчают до размера частиц ~ 71 мкм и прессуют в таблетки диаметра 20 мм при давлении 10 МПа.

Предлагаемый вариант позволяет контролировать содержание 18 элементов (в том числе 11 тяжелых металлов) в различных типах почв. Достоинством такого подхода является простая пробоподготовка и возможность одновременного определения содержания примесей и некоторых основных компонентов. Возможно одновременное определение элементов с содержанием десятки ppm и десятки %.

Методика прошла метрологическую аттестацию во ВНИИМ им. Менделеева, Санкт-Петербург.

ДВУХСТАДИЙНАЯ ХИМИЧЕСКАЯ МОДИФИКАЦИЯ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ГИДРОФИЛЬНЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДНЫХ СРЕДАХ МЕТОДОМ ГХ-ДЭЗ/МС

И.В. Груздев¹, М.В. Филиппова², И.М. Кузиванов², Б.М. Кондратенко¹

¹Институт биологии Коми научного центра УрО РАН,
167982 Сыктывкар, ул. Коммунистическая, 28
e-mail: gruzdev@ib.komisc.ru

²Сыктывкарский государственный университет,
167005 Сыктывкар, ул. Петрозаводская, 120

Гидрофильные ароматические соединения, к которым относятся фенолы и анилины, в связи с активным промышленным применением являются одними из самых распространенных и токсичных органических соединений загрязняющих различные водные объекты. Так, они всегда содержатся в сточных водах предприятий лесохимии, химического синтеза и нефтепереработки. Хлорпроизводные этих веществ образуются при хлорировании питьевой воды, а в естественных условиях при разложении ряда пестицидов и антисептиков.

Высокая гидрофильность фенолов и анилинов не позволяет проводить их эффективное экстракционное концентрирование, поэтому пределы обнаружения при прямых газохроматографических определениях составляют 0.5-5 мкг/дм³, что недостаточно, учитывая предельно-допустимую концентрацию (ПДК), например, анилина – 0.1 мкг/дм³. Эффективным приемом улучшения аналитических свойств служит химическая модификация, позволяющая дезактивировать полярные группы и повысить чувствительность и селективность последующего ГХ-определения.

Предлагаемый нами вариант химической модификации фенолов и анилинов предусматривает значительное снижение их гидрофильности за счет получения бром- или йодпроизводных непосредственно в анализируемой водной пробе, последующую жидкостную (микрожидкостную) экстракцию галогенпроизводных, проведение дополнительной дериватизации в экстракте по функциональной группе (если это необходимо) и высокочувствительное определение дериватов с галогенселективным детектором электронного захвата или масс-спектрометрически (ГХ-ДЭЗ/МС).

Нами установлены оптимальные условия получения галогенпроизводных фенолов и анилинов в водной фазе, изучено влияние различных веществ (аминокислоты, анионы неорганических солей) на образование галогензамещенных, определены экстракционные и газохроматографические характеристики получаемых дериватов.

На основе проведенных исследований разработан ряд методик определения хлорфенолов, хлоранилинов, метилфенолов, метиланилинов, нитроанилинов и нитрофенолов в различных водных объектах (питьевые, поверхностные и сточные воды). Эффективное проведение галогенирования и экстракционного концентрирования позволяет достичь пределов обнаружения фенолов и анилинов на уровне ~5-10 нг/дм³, что на 2-3 порядка ниже, установленных для этих соединений ПДК. Кроме того, данный подход может быть реализован на стандартном газовом хроматографе и не требует дополнительного дорогостоящего оборудования и реагентов.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ АНИЛИНА И ЕГО ГАЛОГЕНПРОИЗВОДНЫХ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ ИНДЕКСАМ УДЕРЖИВАНИЯ

И.В. Груздев¹, М.В. Филиппова², И.Г. Зенкевич³

¹Институт биологии Коми научного центра УрО РАН,
167982 Сыктывкар, ул. Коммунистическая, 28
e-mail: gruzdev@ib.komisc.ru

²Сыктывкарский государственный университет
167005 Сыктывкар, ул. Петрозаводская, 120

³Санкт-Петербургский государственный университет
198504 Санкт-Петербург, Университетский пр., 26

При определении производных анилина в водных средах необходимо обеспечить чрезвычайно низкие пределы обнаружения. В воде объектов санитарно-бытового пользования значения предельно-допустимых концентраций (ПДК) составляют доли мг/дм³ (анилин – 0.1, 3- и 4-хлоранилины – 0.2, 2,5- и 3,4-дихлоранилины – 0.05), а для водоемов рыбо-хозяйственного назначения – доли мкг/дм³ (анилин – 0.1, N,N-диметиланилин – 0.5), что сравнимо с ПДК соединений ртути. Методики определения ароматических аминов, включающие их концентрирование методами жидкостной или твердофазной экстракции и газохроматографический анализ с пламенно-ионизационным, термоионным или масс-спектрометрическим детекторами, не пригодны для таких определений, поскольку их пределы обнаружения соответствуют уровню 0.5-5 мкг/дм³.

Для снижения пределов обнаружения анилина и его различных хлорпроизводных (все изомеры моно- и дихлоранилинов, 2,4,5-, 2,4,6- и 3,4,5-трихлоранилины, пентахлоранилин) в водных средах нами предложена реакция бромирования с последующим газохроматографическим определением (ГХ) бромпроизводных хлоранилинов на селективном детекторе электронного захвата (ДЭЗ).

Применение метода химической модификации требует повышения надежности идентификации производных для однозначного соотнесения исходных ариламинов и продуктов их дериватизации. Для решения этой задачи в сочетании с масс-спектрометрическими данными использованы хроматографические индексы удерживания (ИУ) на стандартной неполярной полидиметилсилоксановой неподвижной фазе, поскольку масс-спектры изомеров положения ароматических соединений практически неотличимы друг от друга.

Нами определены ИУ для пятидесяти хлор- и броманилинов, на их основе предложен способ оценки ИУ недоступных или еще не охарактеризованных соединений этого класса. Основой алгоритма вычислений является модифицированная аддитивная схема, эквивалентная «сборке» целевых структур из более простых молекул, охарактеризованных ИУ, путем их суммирования и вычитания.

Разработана методика идентификации бромпроизводных хлоранилинов в воде при анализе методом ГХ-ДЭЗ с использованием ИУ. Для повышения достоверности идентификации бромпроизводных хлоранилинов дополнительно проводится получение их трифторацетильных производных.

РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ПРОЦЕССЕ КАПИЛЛЯРНОЙ ХРОМАДИСТИЛЛЯЦИИ

И.В. Гуляев, Д.А. Чепелянский, А.И. Ревельский, И.А. Ревельский
Химический факультет, Московский Государственный Университет
им. М.В. Ломоносова, Ленинские горы, д. 1, стр. 3, 119991 Москва, ГСП-1, Россия,
e-mail: avmsu@mail.ru

Метод хромадистилляции активно разрабатывался в СССР в 70-х и 80-х годах Жуховицким и сотр. [1,2]. В ряде работ [2,3] была показана возможность использования хромадистилляции с колонками, заполненными инертным сорбентом (стеклянные или металлические шарики) для концентрирования и определения примесей в легкокипящих жидкостях. Основным преимуществом хромадистилляции перед обычной газовой хроматографией является возможность использования больших доз, что повышает чувствительность определения.

В работах по капиллярной хромадистилляции [4,5] распределение примесей не изучалось.

Целью настоящей работы являлось изучение распределения примесей более и менее летучих, чем основной компонент, в процессе капиллярной хромадистилляции. Исследование проводилось на собранной нами установке, обеспечивающей возможность сочетания капиллярной хромадистилляции с масс-спектрометрией в режиме ионизации электронами. Одновременно осуществлялась регистрация с ПИД.

Впервые при сочетании капиллярной хромадистилляции и масс-спектрометрии (ЭИ) показано, что как более, так и менее летучие, чем основной компонент, и близкие к нему по $T_{\text{кип}}$ ($\Delta T_{\text{кип}} < 25^\circ\text{C}$) примеси не отделяются полностью от основного компонента – большая часть примеси элюируется вместе с ним. Часть менее летучей примеси элюируется узким пиком (отвечающим эффективности $\sim 10^6$ т.т.). В то же время более высококипящие примеси отделяются целиком от основного компонента и регистрируются на его «хвосте» в виде размытых пиков. Ширина этих пиков может быть существенно уменьшена за счет резкого нагрева колонки (за некоторое время до окончания ступени основного компонента).

Литература

1. Жуховицкий А.А., Яновский С.М., Шварцман В.П., Ревельский И.А. Хромадистилляция // Журнал физической химии. 1975. Т.49, №11. С. 2954-2955.
2. Жуховицкий А.А., Охотников Б.П., Яновский С.М., Логинова Л.Г. Хромадистилляционное обогащение и анализ жидкостей // Журнал аналитической химии. 1979. Т.49, №3. С. 545-549.
3. Яновский С.М., Жуховицкий А.А., Бурова М.О., Алкснис О.Н. Хромадистилляционное определение примесей в воде // Журнал Аналитической Химии. 1980. Т.35, №10. С. 1965-1970.
4. Жуховицкий А.А., Яновский С.М., Алкснис О.Н., Соколов А.В. Капиллярная хромадистилляция // Заводская лаборатория. 1977. Т.43, №9. С. 1053-1057.
5. Ревельский И.А., Яшин Ю.С., Жуховицкий А.А., Курочкин В.К., Костяновский Р.Г. Сочетание хромадистилляции и хроматохромадистилляции с масс-спектрометрией // Заводская лаборатория. 1990. Т. 56, №7. С. 24-27.

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Rb, Sr и Zr в тканях рыб. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ

Т.Н. Гуничева, М.В. Пастухов

Учреждение Российской академии наук Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения РАН (ИГХ СО РАН), 664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, д. 1а

В рамках биоиндикационной экологии, применительно к водным экосистемам, наибольшее внимание было привлечено к изучению поведения ртути, кадмия и свинца в разных экологических обстановках. Вовлечение в изучение других элементов в немалой степени тормозилось тем, что пригодные для этой цели многоэлементные аналитические методы, в том числе и рентгенофлуоресцентный (РФА) стали доступными в основном в XXI столетии.

Биоорганическое разнообразие живого вещества водных экосистем является основным источником погрешностей, вносимых на стадии подготовки проб к анализу. Поэтому возможность анализировать пробы без разрушения и сохранять материал после анализа остается уникальным преимуществом РФА при мониторинге окружающей среды. В данном сообщении представлены результаты метрологического исследования методики неdestructивного РФА элементов Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Rb, Sr и Zr в излучателях из материалов проб тканей рыб и планктона. Эти гидробионты выбраны как способные накапливать в своих органах и тканях концентрации элементов, в десятки - тысячи раз превышающие их содержание в водной среде. Показана перспективность использования данных РФА в качестве чувствительного индикатора изменений элементных составляющих гидрогеохимического фона. Для решения подобных задач РФА до сих пор не использовался.

Методика реализована на рентгеновском с волновой дисперсией спектрометре S4 Pioneer фирмы Bruker (Германия) в вакуумном режиме. Во внутреннем объеме спектрометра поддерживается температура 38°C. Излучатели из порошков тканей рыб и планктона массой 4 г прессовали под давлением 4 тонны при температуре 38° C, для градуировки использовали стандартные образцы состава растительных материалов, аминокислоты и белки.

Исследовано влияние на правильность РФА выборки градуировочных образцов, поправки на поглощение и взвешенного регрессионного метода, используемого при оценке параметров калибровки. Содержания элементов Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K и Ca определяли способом α - коррекции, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Rb, Sr и Zr - способом стандарта фона. Изучены временные тренды абсолютных и относительных интенсивностей флуоресценции аналитических линий определяемых элементов, обоснованы рекомендации по использованию при расчетах абсолютных/относительных интенсивностей, по схеме 2-х факторного дисперсионного анализа оценены случайные погрешности. Исследования показали, что для элементов Si, Cl, Mn, Ni, Cu, Zn, Rb, Sr, Zr основной вклад в погрешность воспроизводимости вносит статистика счёта. Пределы обнаружения C_{\min} (3σ -критерий) изменяются в пределах $(3-9)\times 10^6$ для элементов Mn, Ni, Zr, Rb, Sr, Zn и $(2-5)\times 10^5$ для элементов Cl, K, Ca, Fe, Cu. Сравнение их с приводимыми в литературе содержаниями этих элементов для различных водоёмов позволяет надеяться, что данные РФА могут быть пригодными при изучении состояния оз. Байкал. Для элементов Na, Mg, Al, Si, P и S диапазон содержаний в тканях рыб существенно выше границ количественного определения (10σ), вследствие чего проблема обеспечения надежности аналитических данных трансформируется.

Литература

1. Моисеенко Т.И. Водная токсикология: Теоретические и прикладные аспекты / Т.И. Моисеенко; Ин-т водных проблем РАН. – М.: Наука, 2009. – 400с. – ISBN 978-5-02-036166-9 (пер.)

ИЗУЧЕНИЕ ОДНОРОДНОСТИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ В МАТЕРИАЛЕ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА МЫШЕЧНОЙ ТКАНИ БАЙКАЛЬСКОГО ОКУНЯ БОК-2 МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА

Т.Н. Гуничева, И.Е. Васильева

Учреждение Российской академии наук Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения РАН (ИГХ СО РАН), 664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, 1а

Список разработанных в мире стандартных образцов состава гидробионтов весьма ограничен и слабо отражает природную биологическую вариабельность. Появление в Каталоге [1] стандартного образца состава мышечной ткани байкальского окуня ГСО №9055-2008 БОк-2 более чем своевременно, так как позволяет перевести оценку правильности комплексного гидробиологического мониторинга водных экосистем на количественную основу.

В данном сообщении представлены результаты изучения рентгенофлуоресцентным методом (РФА): 1 – однородности распределения элементов Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Rb, Sr и Zr в излучателях из материала СО БОк-2; 2 – долговременной стабильности излучателей под воздействием рентгеновского излучения. Для исследований использовали выборку из 60 излучателей (по 3 излучателя из 20 запечатанных полиэтиленовых банок с этикетками ГСО БОк-2). Излучатели массой 4 г прессовали под давлением 4 тонны в пресс-форме, нагретой до температуры $38 \pm 0.1^\circ\text{C}$.

Интенсивности излучения аналитических линий элементов и фона измерялись в вакуумном режиме на рентгеновском спектрометре с волновой дисперсией S4 (Bruker AXS, Германия), во внутреннем объеме которого поддерживается температура 38°C . Время измерения одной пробы не превышало 19 мин. Для контроля аппаратурного дрейфа после измерений 9 излучателей проб (через 6 час.) измерялся «реперный» излучатель (ГСО Тр-1 [1]), что позволило проводить оценки метрологических характеристик по абсолютным и относительным интенсивностям. Для оценки долговременной стабильности излучателей все измерения продолжались в течение года. Количество измерений для каждого излучателя $6 < n < 12$. Суммарное число измерений – 480.

Установлено, что для всех изученных элементов, кроме Ca, полученные РФА оценки характеристик однородности не превышают погрешности межлабораторной аттестации. Ситуация с Ca требует осмысления. Сопоставлены характеристики однородности, оцененные экспериментально по данным РФА и установленные при аттестации ГСО двумя способами: (1) по результатам атомно-абсорбционного анализа для навески 0,5 г и (2) рассчитанные с использованием элементов-индикаторов. Показано, что способ (2) не отражает реальное распределение микроэлементов в материале БОк-2. Природа биологического материала определяет необходимость использования для оценки однородности только экспериментально полученных оценок для всех аттестуемых элементов. Зафиксирована зависимость относительного стандартного отклонения (ОСО), характеризующего погрешность воспроизводимости РФА, от порядкового номера облучения излучателя. Изменения природно-неравновесного биологического материала стандартного образца БОк-2 под воздействием потока рентгеновских лучей и процессов, заданных конструктивными особенностями спектрометра, для каждого элемента индивидуальны. Фактически инертны к этим процессам элементы Fe, Ni, Rb и Zn; слабо отреагировали Mn, Cu, Sr и Zr. Для Al, Si и эссенциальных элементов Na, Mg, P, S, Cl, K и Ca с увеличением числа повторных облучений ОСО возрастает, максимально – в 27 раз для K.

Литература

1. Каталог стандартных образцов состава природных и техногенных сред ИГХ СО РАН. [Электронный ресурс] <http://www.igc.irk.ru>.

СРАВНЕНИЕ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ РАЗЛИЧНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ КАК СОРБЕНТОВ

Ю.М. Дедков, П.С. Шапкина

*Московский государственный областной университет Москва,
ул. Радио д. 10а.*

На сегодняшний день проблема загрязнения поверхностных вод тяжелыми металлами (ТМ) наиболее актуальна. Показано, что концентрации ТМ в реках мегаполиса могут достигать значений токсичных для водных гидробионтов и человека.

При этом ТМ в природных водах находятся в растворенном и адсорбированном состоянии. Попадая в воду в ионной форме, они накапливаются в осадках в виде гидроксидов, карбонатов, сульфидов или фосфатов, а также сорбируются на взвешенных веществах (ВВ). То есть происходят процессы «маскировки» токсичности, т.е. переход ТМ из растворенной формы в связанную – биологически недоступную.

В свою очередь, связи с ростоми темпов производства и промышленности возрастают и количество сточных вод, нуждающихся в очистке.

Настоящая работа посвящена оценке сорбционных и катионообменных свойств, поверхностных характеристик, а также интенсивности буферности донных отложений (ДО) и ВВ различного происхождения.

Объектами исследования являлись: речные ДО, активные илы (АИ) трех блоков очистки, различающихся по технологиям очистки сточных вод и качеству поступающей сточной воды и выращенный на имитатной сточной воде («чистый» АИ).

Для всех образцов проводились следующие исследования: определение удельной поверхности (по методу Кутелика), определение кислотно-основной буферной емкости методом непрерывного титрования, определение емкости катионообменных свойств (ЕКО) и идентификация органических и минеральных компонентов методом инфракрасной спектроскопии (ИКС) с использованием КВr-техники.

АИ различных блоков очистных сооружений обладают высокой удельной поверхностью ($\approx 450 \text{ м}^2/\text{г}$) по сравнению с ДО ($\approx 25 \text{ м}^2/\text{г}$).

Буферность к кислоте (HCl 0,1 н) АИ 1, 2 и 3 блоков находится в диапазоне 450÷650 ммоль экв/кг (интервал pH 6÷3), для «чистого» АИ - 150÷280 ммоль экв/кг, для ДО - 29÷8 ммоль экв/кг. Буферность к основанию (NaOH 0,1н) в интервале значений pH 6-9 для АИ очистных сооружений – 220-850 ммоль экв/кг, «чистого» АИ – 91-220 ммоль экв/кг, ДО – 13-100 ммоль экв/кг.

ЕКО для активных илов – 91 мгэкв/100 г, «чистого» АИ – 150 мгэкв/100г, для ДО – 15мгэкв/100 г.

Концентрации металлов (валовое содержание) в «чистом» АИ ниже, чем в образцах АИ различных блоков сооружений и ДО.

Качество поступающей вод и технология очистки не влияют на удельную поверхность, показатели интенсивности буферности.

Наличие интенсивных пиков в спектрах поглощения активных илов в области, отвечающей за карбоксильные группы говорит о том, что эти соединения могут выступать в роли акцепторов ТМ.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИГЕКСАМЕТИЛЕНГУАНИДИНА ГИДРОХЛОРИДА («БИОПАГ-Д») В ВОДАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАНОЧАСТИЦ ЗОЛОТА И ПЕНОПОЛИУРЕТАНА

С.Г. Дмитриенко, П.А. Волков, В.В. Аняри, Ю.А. Золотов

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, 119991 Москва, Ленинские горы, 1/3, dmitrienko@analyt.chem.msu.ru

Полигексаметиленгуанидина гидрохлорид («Биопаг-Д») относится к классу поликатионов. Это соединение обладает фунгицидной, бактерицидной, альгицидной и вирулицидной активностью. Широко применяется в качестве добавки для придания различным материалам антимикробных свойств, для очистки и обеззараживания питьевой воды, воды плавательных бассейнов, оборотных систем технического и питьевого водоснабжения, сточных вод. Рекомендованная доза Биопаг-Д для обеззараживания воды централизованного водоснабжения составляет 1 мкг/мл, а его ПДК – 0,1 мкг/мл. Существующие методики определения Биопаг-Д на данном уровне концентраций немногочисленны и включают кинетические, потенциометрические методы и капиллярный электрофорез. Они требуют дорогостоящего оборудования и высококвалифицированного персонала. В связи с этим актуальна разработка простых и недорогих методов определения полигексаметиленгуанидина гидрохлорида. Одним из возможных путей решения указанной проблемы является использование сорбционно-спектроскопических методов, позволяющих сочетать сорбционное концентрирование соединений с их определением непосредственно в матрице сорбента. При этом для генерации аналитического сигнала перспективным представляется использование подходов нанохимии, позволяющих добиться высокой чувствительности определения.

Цель настоящей работы состояла в изучении возможности использования агрегации наночастиц золота, полученных цитратным методом, в сочетании с концентрированием на пенополиуретане (ППУ) для определения полигексаметиленгуанидина гидрохлорида с применением спектроскопии диффузного отражения.

Установлено, что наличие в растворе небольших количеств Биопаг-Д приводит к агрегации наночастиц золота, что сопровождается изменением цвета растворов и формы полосы поверхностного плазмонного резонанса. Как наночастицы золота, так и их агрегаты сорбируются на ППУ, что может быть использовано для их концентрирования с целью увеличения чувствительности определения. Для измерения аналитического сигнала окрашенных образцов ППУ можно использовать мини-спектрофотометр – калибратор мониторов Eye-One Pro. Изучено влияние различных факторов, таких как pH, время, присутствие катионов металлов, на процесс агрегации наночастиц золота под воздействием Биопаг-Д. Показано, что оптимальные условия для измерения аналитического сигнала достигаются в среде 0,01 М ЭДТА в 0,01 М NaOH через 15 мин.

С применением мини-спектрофотометра – калибратора мониторов Eye-One Pro исследованы спектральные характеристики наночастиц золота в матрице ППУ. Функция Кубелки-Мунка при 530 нм линейно связана с концентрацией Биопаг-Д, что можно использовать для определения Биопаг-Д с пределом обнаружения 0,02 мкг/мл ($s_f = 0,05$ для 0,1 мкг/мл). Изучено влияние посторонних ионов на правильность определения Биопаг-Д. Методика испытана при анализе вод различного типа.

Достоинствами предлагаемого способа являются низкая стоимость, высокая чувствительность определения, экспрессность, возможность легкой реализации в тест-варианте, доступность используемого оборудования.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований

ИДЕНТИФИКАЦИЯ И АНАЛИЗ ПОЛИБРОМИРОВАННЫХ СОЗ МЕТОДОМ ГХ-МС

Ю.Н.Дубров, В.Н.Смирнов, С.Ю.Семенов, Е.А.Белинская, К.В.Алибекова

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

Полибромированные дифениловые эфиры (ПБДЭ) неблагоприятно воздействуют на млекопитающих (нарушают работу эндокринной системы, снижают уровень тиреоидных гормонов, могут повреждать мозг и снижать репродуктивную способность). Особенно опасно их воздействие в натальный и ранний постнатальный период. ПБДЭ достаточно устойчивы и накапливаются в организме. Их концентрация возрастает в пищевой цепочке. Они легко переносятся на большие расстояния. ПБДЭ были обнаружены в воздухе, почве, донных отложениях, пищевых продуктах, тканях и крови человека и животных. С 2009 г. наиболее распространенные ПБДЭ включены в список стойких органических загрязнителей (СОЗ), регулируемых Стокгольмской конвенцией. ПБДЭ и некоторые другие полибромированные органические вещества применяются как антипирены (ПБА), т.е. используются в качестве добавок, затрудняющих горение в изделиях из пластических масс (ПМ), резин и подобных материалов. Изделия из ПМ являются основным депо, из которого при переработке и сжигании ПБДЭ попадают в атмосферу и иные природные среды. В настоящей работе предпринята попытка получить информацию о качественном составе и оценить концентрацию ПБДЭ и других ПБА в изделиях из ПМ в России.

Исследование проводили методом ГХ-МС в режимах SIM и SCAN на колонках Rxi-5ms. ПБА извлекали из измельченных ПМ экстракцией (в ультразвуковой ванне) смесью ацетон-гексан в отношении 1:4 (по объему). Для контроля полноты экстракции выделение ПБДЭ проводили растворением в толуоле и осаждением материала ПМ гексаном (при осаждении ПБДЭ остаются в растворе). Изучено влияние длины колонки и температурного режима хроматографирования на пределы определения ПБДЭ.

В 12 изученных нами образцах изделий 1990-2000г. выпуска доминировал 1,2-бис(2,4,6-трибромфенокси)этан, максимальная концентрация которого достигала 500 мкг/г (идентифицирован по масс-спектру в режиме SCAN) и дека-ПБДЭ с максимальной концентрацией 230 мкг/г. Остальные ПБДЭ были обнаружены в режиме SIM. Количество атомов брома в молекуле ПБДЭ определяли по соотношению интенсивности пиков мультиплетов M^+ и $(M-2Br)^+$ и литературным данным по масс-спектрам и временам удерживания. В ряде исследованных образцов ПМ ПБДЭ не наблюдались при пределе определения 0,1-0,3мкг/г. Максимальная концентрация ПБДЭ в совокупности исследованных образцов оценена как 1, 8, 18, 5 и 9 мкг/г для суммы пента-, гекса-, гепта-, окта- и нона- ПБДЭ соответственно.

Исследованные ПМ являются продуктом вторичной переработки, так как содержат ПБА различных классов. Содержание ПБДЭ в изученных объектах ниже регламентированного Европейским Союзом уровня 1000 мкг/г. В то же время измеренные нами концентрации на 1-2 порядка выше, чем концентрации в ПМ, произведенных в последние годы [1].

Литература

1. Ying Li, Tianran Wang, Yuki Hashi, Haifang Li, Jin-Ming Lin, Analysis of polybrominated biphenyls, Talanta, Volume 78, Issues 4-5, 2009, p. 1429-1435.

УЛУЧШЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ НЕИЗВЕСТНЫХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВОЙНОЙ ГРАДИЕНТНОЙ ВЭЖХ С ДЕТЕКТОРОМ ЗАРЯЖЕННОГО АЭРОЗОЛЯ

Л.Е. Дулов

"Представительство «Абакус ГмбХ», Германия" По материалам компании
Dionex Corp., США

Количественная оценка следовых примесей в фармацевтической и биотехнологической промышленности определяется требованиями оценки массового баланса, правилами контроля примесей в активных фармацевтических ингредиентах (API), нормативным требованиям по безопасности метаболитов в тестировании (MIST), а также требованиями валидации чистоты технологического оборудования. Однако на практике проведение такой оценки чрезвычайно затруднено. Большинство определений проводится методом ВЭЖХ с использованием УФ или аэрозольных светорассеивающих детекторов. Но в первом случае не обеспечивается равномерный отклик на вещества с разной структурой, а во втором отсутствует необходимая чувствительность, и нет возможности применять градиент, поскольку отклик меняется в зависимости от изменения состава элюента. Построить калибровки по индивидуальным стандартам так же затруднительно, поскольку в большинстве случаев чистые индивидуальные вещества примесей отсутствуют и не занесены в библиотеки данных. Поэтому обычная практика количественных расчетов примесей по площадям пиков при использовании УФ или аэрозольной детекции страдает значительными ошибками.

Основные проблемы удалось решить применением двойного градиентного насоса UltiMate и детектора заряженного аэрозоля Corona (Dionex Corp.). Использовалась схема, в которой насос создаёт два независимых градиента противоположных по составу. Первый поток обеспечивает разделение на колонке, а второй проходит через аналогичную холостую колонку и смешивается с первым перед детектором. В результате слияния двух противоположных градиентов, в детекторе поддерживается практически неизменный состав элюента. Это исключает эффект изменения отклика детектора при изменении состава элюента.

Детектор Corona обладает значительно большей чувствительностью, чем детекторы по светорассеянию, и имеет равномерный отклик для всех нелетучих и слаболетучих веществ. Его использование в сочетании с двойным градиентом позволило добиться высокой чувствительности при равномерном отклике на соединения с различной структурой и временем удерживания.

Было установлено, что при разделении примидона, гидрокортизона, кетопрофена, варфарина и прогестерона, СКО площадей пиков снизилось с 19% при обычном градиенте, до 4,4% при добавлении инвертированного пост-колоночного градиента. При этом отклик первых элюируемых пиков вырос, а последних снизился.

Была исследована возможность использования одного известного калибранта для количественной оценки соединений другой природы. Для этого были построены калибровочные кривые девяти различных соединений в диапазоне концентраций 11-170 нг на колонку. Каждая кривая имела коэффициент корреляции $>0,999$ и была использована для расчётов других восьми соединений. Полученные оценки концентраций различались в пределах 23% СКО, в то время как СКО тех же веществ при использовании УФ детектора составляли 101% (для 210 нм) и 125% (для 254 нм), а некоторые вещества, например додецилсульфат, вообще не определялись.

Таким образом, применение двойного градиента в сочетании с детектором заряженного аэрозоля позволяет количественно определять неизвестные примеси с концентрацией около 1 нг на колонку, используя как стандарт один известный калибрانت для всех соединений.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЧЕВИНЫ В МОРСКОЙ ВОДЕ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ КОМПЛЕКСНЫХ ГИДРОХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Л.А. Духова, О.Н. Лукьянова, С.В. Радченко

Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии, 107140, г. Москва, ул. Верхняя Красносельская, д. 17,
marecol@vniro.ru

Рассмотрена необходимость определения концентрации азота мочевины в воде при экологическом мониторинге морских экосистем. При проведении комплексных гидрохимических исследований в ходе океанографических съемок выполняется большое количество определений на борту судна в предельно сжатые сроки, что налагает существенные ограничения на число измеряемых параметров и методики. Для оценки биопродуктивности морских экосистем необходимо учитывать все минеральные и органические формы нахождения азота в морской воде. Рядом исследователей [Wafar, 1995] было показано, что при определении факторов, лимитирующих процессы первичного продуцирования в океане, недоучитывается азот мочевины. Данные по его распределению в океане практически отсутствуют, поскольку методика определения микроколичеств мочевины в морской воде аналитически сложна, трудоемка и плохо воспроизводима.

Для использования в морских судовых условиях был усовершенствован клинический метод определения микроколичеств азота мочевины в крови, основанный на образовании окрашенного комплекса диацетилмонооксида с мочевиной в присутствии тиосемикарбазида и хлорида железа (III). Решающими факторами для хорошей воспроизводимости результатов являются проведение анализа непосредственно после отбора пробы, соблюдение временных режимов нагревания (20 мин) и охлаждения и использование свежеприготовленных реактивов. Спектрофотометрирование необходимо проводить в течение 10 мин после процедуры охлаждения, так как окраска неустойчива. Предел обнаружения 0.15 мкМ. Закон Бугера-Ламберта-Бера соблюдается в интервале концентраций 0-15 мкМ. Методика была апробирована на природной морской воде в районе северо-западного побережья Африки, построены карты поверхностного и вертикального распределения азота мочевины. Повышенные концентрации азота мочевины (1.1 мкМ) наблюдались в прибрежных зонах с более интенсивными гидробиологическими процессами. Обобщение результатов анализа показало, что учет 30% азота мочевины дополнительно к минеральному азоту (нитратов, нитритов, аммония) увеличивает соотношение N:P в морской воде от 7.4 до 9.3, но в целом запас азота остается недостаточным для обеспечения потребностей фитопланктона в азоте.

Литература

1. Wafar, N.V.M., Lecorre, P., Lhelguen, S. F-rations calculated with and without urea uptake in nitrogen uptake by phytoplankton // Deep Sea Res. 1995. Part 1. Oceanographic Research Papers. Vol. 42. P. 1669-1774

Аннотация

Усовершенствован клинический метод определения микроколичеств мочевины, основанный на образовании окрашенного комплекса с диацетилмонооксидом. Рассмотрена необходимость определения азота мочевины в воде при экологическом мониторинге морских экосистем.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПАССИВНОГО ПРОБООТБОРНИКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОКСИКАНТОВ В ВОЗДУХЕ

М.И. Евгеньев, И.И. Евгеньева, Н.Г. Николаева, С.Ю. Мамыкина
Казанский государственный технологический университет,
420015 Казань, ул. К. Маркса, 68, КГТУ, evgenev@kstu.ru

Персональный уровень экспозиции токсикантами невозможно оценить интегрированием фонового загрязнения окружающей среды или жилых помещений. Для определения длительной экспозиции токсикантов, оценки дозы и эффекта их воздействия удобно использовать новые аналитические технологии, основанные на принципе пассивной дозиметрии.

Предложены модифицированные сорбенты для длительного пассивного концентрирования токсикантов (анилин, п-хлоранилин, 3,4-дихлоранилин, N-метиланилин, дифениламин, гидразин, 1,1-диметилгидразин) из воздуха. Количественный анализ проводится после десорбции сорбата хроматографическим методом ВЭЖХ (НР 1100 с диодно-матричным детектором). Кроме того, использовано цветометрическое определение содержания токсикантов по интенсивности окраски сорбента.

Установлены аналитические характеристики для определения токсикантов в воздухе (PrO, эффективная скорость хемосорбции, мл/мин, линейность градуировочной зависимости и др.).

Определяемое вещество	Эффективная скорость хемосорбции, мл/мин	Предел обнаружения, мкг/м ³
п-Хлоранилин	8,8	3
3,4-Дихлоранилин	8	3
N-Метиланилин	8,8	3
Дифениламин	7,6	10
Гидразин	10,8	3
1,1-Диметилгидразин	14,1	3
Анилин	9,3	3

Пределы обнаружения аминсоединений зависят от степени замещения аминогруппы. Первичные амины, как правило, имеют более низкие значения пределов обнаружения, чем вторичные и третичные. Значения эффективной скорости хемосорбции с учетом времени экспозиции использованы для расчета концентрации токсикантов в воздухе.

Работа выполнена при финансировании РФФИ (проект 10-03-00251-а)

МОНИТОРИНГ ЭКОТОКСИКАНТОВ И БИОГЕНОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ: ГИДРОХИМИЧЕСКАЯ СИТУАЦИЯ И ПРОГНОЗНЫЕ РЕШЕНИЯ

Е.В. Елипашева, П.Н. Куликов, Г.М. Сергеев

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

Постановка проблемы обусловлена тем, что природные воды отличаются не только интегральными показателями, но и содержат нормируемые катионы и анионы, находящиеся на разных полюсах токсичности, определение миграционных форм которых представляет существенные трудности. Поэтому вещественный анализ имеет для природных вод приоритетное значение.

Исследования направлены на разработку методологических основ и практическое использование комплекса унифицированных способов инструментального контроля химического состава природных вод, обеспечивающих получение интегральных показателей, высокую избирательность и низкие пределы обнаружения миграционных форм токсичных веществ и биогенов, с последующим моделированием и прогнозированием их содержания в водных экосистемах.

Выполнение поставленной задачи в отличие от известных решений базируется на использовании в ионной хроматографии поверхностно-привитых сорбентов с различными матрицами и оптимальной обменной емкостью. Последнее позволяет реализовать различие в структурных эффектах гидратации искомых ионов, что обеспечивает высокую селективность ионохроматографического определения токсичных микрокомпонентов: фторидов, бромидов, броматов, нитритов, нитратов, гидрофосфатов, оксоанионов хлора, а также ионов лития, аммония, стронция и бария в присутствии гидрокарбонатов, хлоридов, сульфатов, ионов кальция, магния, натрия и калия.

Применение избирательных редокс-реакций в экстракционной фотометрии позволяет определять нанограммовые содержания различных форм биологически активных селена и иода доступными средствами.

Впервые представляется возможным получение в режиме "on-line" интегральных показателей качества вод (минерализация, карбонатная щелочность, окислительный потенциал, рН).

Вышеперечисленные методы информативно дополняют друг друга и создают целостную картину взаимосвязей микро- и макрокомпонентов. Приводятся результаты экологического мониторинга некоторых подземных и поверхностных вод Нижегородского региона. Дана оценка эколого-гидрохимического состояния природных источников питьевых вод.

Установлены новые корреляционные зависимости между гидрогеологическими характеристиками вод и их составом. Представляется возможным моделирование профиля загрязнений и прогнозирование содержания токсикантов и биогенов в природных водах.

СОРБЦИОННО-ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АПАВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КРЕМНЕЗЕМА, МОДИФИЦИРОВАННОГО ПОЛИ-(4,9-ДИОКСАДОДЕКАН)ГУАНИДИНОМ

Е.В. Елсуфьев, В.Н. Лосев

*«Научно-исследовательский инженерный центр «Кристалл»,
660041, Красноярск, пр.Свободный, д.79*

Активное использование в быту и производстве различных синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ) приводит к загрязнению ими сточных вод промышленных предприятий, предприятий коммунального хозяйства, и в итоге природных вод.

Защита вод от загрязнения заменой “жестких” более “мягкими” СПАВ, использование различных систем очистки не обеспечивают полного удаления детергентов из сточных вод, что требует осуществления непрерывного контроля непосредственно на предприятиях для предотвращения загрязнения природных вод.

В этой связи наиболее целесообразно применение экспрессных методик определения СПАВ в on-line режиме. Для эколого-аналитического контроля загрязнения вод анионными поверхностно-активными веществами (АПАВ) используются экстракционно-фотометрические, экстракционно-флуориметрические методики. В экстракционных методиках используют органические растворители, работа с которыми существенно увеличивает сложность и стоимость анализа, а также требует специальных мер предосторожности из-за их токсичности.

В настоящей работе предложена методика сорбционно-флуориметрического определения АПАВ в проточном режиме с использованием кремнезема, модифицированного поли-(4,9-диоксадодекан)гуанидином (ПДДГ). Методика основана на измерении интенсивности флуоресценции адсорбированного ионного ассоциата АПАВ с акридиновым желтым.

Получение сорбента осуществляли обработкой предварительно активированного кремнезема 0,1% раствором ПДДГ. Сорбент помещался в стеклянный капилляр, через который прокачивался анализируемый раствор с помощью перистальтического насоса. Капилляр помещался в специальный держатель спектрофлуориметра.

Для выполнения определения концентрации АПАВ через заполненный сорбентом капилляр прокачивались растворы АПАВ с акридиновым желтым (флуоресцентным индикатором) и регистрировалась интенсивность флуоресценции сорбента в капилляре при 508 нм и длине волны возбуждающего света 450 нм. После каждого определения сорбент регенерировали последовательным пропусканием 0,1% раствора HCl и дистиллированной воды. С увеличением концентрации АПАВ в растворе интенсивность флуоресценции адсорбированного ионного ассоциата пропорционально уменьшается.

Определение АПАВ может осуществляться в двух диапазонах его концентрации: 0,1 – 2 мг/л и 2 – 100 мг/л. Предел обнаружения АПАВ, рассчитанный по 3S-критерию, равен 0,05 мг/л.

Разработанная методика использована при определении АПАВ в природных водах и сточных водах предприятий коммунального хозяйства.

УРОВНИ И КОНГЕНЕРНЫЕ ПРОФИЛИ ПХДД/ПХДФ В ДАТИРОВАННЫХ ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ОЗ. ЛЕСНОЕ (СОЛОВЕЦКИЕ ОСТРОВА, БЕЛОЕ МОРЕ)

З.А. Жаковская¹, Л.О. Хорошко¹, В.Н. Петрова¹, Д.А. Субетто², В.А. Никифоров¹

¹*Учреждение Российской Академии наук Санкт-Петербургский Научно-исследовательский Центр экологической безопасности РАН 197110, г. С.-Петербург, Корпусная ул. 18, РФ, viktorovsky@inbox.ru*

²*Российский государственный педагогический университет им. А.И.Герцена 191186 г. С.-Петербург, Мойка, 48, РФ, subetto@mail.ru*

Целью проведенных исследований являлось определение уровней ПХДД/ПХДФ и построение их гомологического профиля для донных отложений различного генезиса (озерных, переходного типа, морских), образованных в разные временные периоды.

Отбор проб проводился в оз. Лесном (Исаковское), о-в Большой Соловецкий, в рамках палеолимнологических исследований изменений климата и природной среды беломорского региона в позднем плейстоцене и голоцене [1]. Озеро Лесное расположено в западной части острова на высоте 3 м над уровнем моря. Озеро длительное время до 2500 лет назад было заливом Белого моря. В летний полевой сезон с плота посредством торфяного бура с глубины 2 м были отобраны керны донных отложений, в которых были вскрыты морские и перекрывающие их озерные отложения.

Концентрации ПХДД/ПХДФ были определены в 5 слоях керна из «морской» и «озерной» частей. Из 32 конгенов ПХДД/ПХДФ в исследованных слоях керна обнаружено только 6 соединений: 1,3,6,8-ТХДД (переходная часть), 1,2,3,7,8-ПеХДД (морская часть), ОХДД (озерная и морская части), 1,2,3,7,8-ПеХДФ (морская часть), 2,3,4,7,8-ПеХДФ (морская часть), 1,2,3,6,8-ПеХДФ (морская часть). Суммарное содержание ПХДД/ПХДФ в 5 исследованных образцах варьируется в абсолютных значениях от 0 (<0,1 нг/кг) до 6300 нг/кг (сухого веса) и в ДЭ от 0 до 6.3 нг/кг. Наибольшие концентрации были зарегистрированы для ОХДД. Содержание ОХДД в «озерной» части керна варьировалось от 37 до 6300 нг/кг, тогда как для «морской» части керна оно было зафиксировано на уровне 2 – 7 нг/кг. Другие обнаруженные конгены находились в керне в следовых концентрациях.

Исследования показали, что «морская» часть донных отложений была сформирована за 3000 – 4000 лет до изоляции озера от соленых вод Белого моря. Таким образом, полученные данные позволяют предположить нетехногенное (неиндустриальное) происхождение ПХДД/ПХДФ в ряде слоев керна донных отложений. Эти результаты согласуются с приводимыми в литературе данными о наличии «природных» ПХДД/ПХДФ в озерных донных отложениях [2] и горных породах [3].

Исследования проводятся при финансовой поддержке гранта РФФИ №10-05-00651 «Эволюция природных обстановок Белого моря и прилегающих территорий в позднем плейстоцене и голоцене». Аналитическая часть работы поддержана Советом по Исследованиям Норвегии, проект 185104/S50 - NorthPOP (www.northpop.no).

Литература

1. Субетто Д.А. Палеолимнологические исследования в бассейне Белого моря // Система Белого моря. Природная среда водосбора Белого моря. Т. 1. Отв. Ред. А.П. Лисицын. М.: Научный мир. 2010. С. 247-265.
2. Pirjo Isosaari, Hannu Rajunen, Terttu Vartiainen (2002) PCDD/F and PCB history in dated sediments of a rural lake // Chemosphere, Vol. 47, Issue 6, pp. 575 – 583.
3. Joelle A.Prangle (2003) Origin of dioxins in Queensland, Australia. Investigation into the distribution and sources of polychlorinated dibenzo-p-dioxins in the Queensland terrestrial environment // PhD dissert., pp. 52–57.

МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННОГО ТЕСТ-МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ РОДИЯ

С.А. Загородникова, В.А. Загородникова, Е.Г. Хомутова, О.И. Останина
Московская государственная академия тонкой химической технологии
имени М.В. Ломоносова, г. Москва khomutova@mail.ru

Предложена тест-методика определения родия, в основу которой был положен каталитический метод, основанный на ускорении родием реакции окисления сульфарсазена периодатом, поскольку он, по литературным данным, обладает высокой селективностью и стабильностью реагентов участвующих в реакции. Ранее эта реакция применена для определения родия в растворе [1]. Мы проводили ее на твердом носителе. В качестве носителя были использованы фильтры обеззоленные «синяя лента». Это доступно и удобно для изготовления образцов и детектирования.

Измерение изменения окраски тест-носителя выполняли с помощью рефлектометра «Экотест-2040» при длине волны 430 нм, наиболее чувствительную к окраске красителя.

Для изучения протекания реакции выбрали фоновую окраску, соответствующую раствору 0,05 г/л сульфарсазена по сравнению с которым изменения окраски в ходе реакции были наиболее ярко выражены. Установлено, что некаталитическая реакция не протекает. Наилучший результат (наиболее быстрое и заметное изменение окраски) был получен при следующем порядке нанесения растворов реагентов на носитель: сульфарсазен, универсальная буферная смесь с рН=3,6, периодат калия. Для достижения наиболее высокого изменения зонального коэффициента отражения реакционной зоны тест-носителя в присутствии родия была использована сушка образцов. Сушка, кроме того, повышает повторяемость сигнала, по-видимому, за счет уменьшения хроматографического эффекта. Раствор родия наносили на подготовленный носитель и через 3 минуты измеряли рефлектометром зональный коэффициент отражения.

В выбранных оптимальных условиях при рН=3,6 в диапазоне концентраций родия 0,1-0,5 мкг/мл градуировочная зависимость в координатах: зональный коэффициент отражения реакционной зоны бумаги – концентрация родия линейна и имеет вид $y=9,08x+47,04$.

Было проведено метрологическое исследование тест-метода. Трудность аттестации тест-методов заключается в том, что они относятся к полуколичественным методам, и метрологические характеристики, которые используют в оценке количественных методов, могут быть отнесены к ним условно. $S_r= 0,26$. Предел обнаружения 0,017 мкг/мл. Произведено исследование селективности. Тест-метод работает при низких концентрациях родия, хотя и не обладает высокой точностью результатов.

Литература

1. Федорина Л.И., Левинсон Н.А., Рысев А.П., Хомутова Е.Г. Определение микроколичеств родия каталитическим методом. - Ж. аналит. химии, 1996, т.51, №5, с.518-520.

РАЗРАБОТКА ТЕСТ-МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ РУТЕНИЯ

С.А. Загородникова, В.А. Загородникова, Е.Г. Хомутова, Н.А. Мальцева, О.И. Останина

Московская государственная академия тонкой химической технологии
имени М.В. Ломоносова, г. Москва khomutova@mail.ru

Была исследована возможность определения рутения по его каталитическому действию тест-методом. Он основан на индикаторной реакции окисления метилового оранжевого периодата калия в слабокислой среде. Метод выбран, поскольку является одним из наиболее селективных и чувствительных, а метиловый оранжевый выбрали потому, что он устойчив при хранении и имеет в кислой среде интенсивную окраску. Ранее, эта реакция была проведена для определения родия в слабокислой среде [1], и для определения рутения в кислой среде [2], но последняя реакция нам не подходит, так как в дальнейшем планируется перенести реакцию на твердый носитель – бумагу, и кислая среда приведет к порче образцов.

В качестве рабочих растворов катализатора использовали растворы с концентрацией рутения ($1 \cdot 10^{-4}$ - $1 \cdot 10^{-6}$) моль/л, приготовленные разбавлением более концентрированного раствора $K_2[RuH_2OCl_5]$ в соляной кислоте. За скоростью реакции следили по изменению интенсивности окраски. Аналитическим сигналом служило время обесцвечивания окрашенного соединения – метилового оранжевого.

Для того чтобы выяснить в каких пропорциях и в каких концентрациях наиболее заметно изменение окраски, были проведены исследования, в ходе которых выбрали наилучший результат концентраций и порядка смешения реагентов. При изучении последовательности добавления реактивов во внимание принимали, что в реальных условиях тест-метод осуществляют на подготовленных заранее образцах, без добавления катализатора, поэтому рутений добавляли последним. Реакционную смесь готовили, смешивая равные количества реагентов в следующем порядке: метиловый оранжевый, буферная смесь $pH=1$, периодат калия, раствор рутения. При внесении в стакан буферной смеси раствор приобретал красновато-розовый цвет, а при добавлении периодата калия раствор становился светло-розовым. В момент добавления рутения включали секундомер (начало реакции) и наблюдали, что светло-розовый цвет исчезал и раствор обесцвечивался.

Каталитическая активность рутения в растворах была различной в зависимости от концентраций рутения в HCl . Наиболее быстрое изменение окраски происходило при концентрации рутения $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л 30 секунд, а для концентрации рутения $1 \cdot 10^{-6}$ время обесцвечивание составило 3 минуты.

Предложенный метод проверен на чистых растворах рутения. Недостатком метода является мешающее действие иридия и родия, а также низкая точность анализа.

Литература

1. Житенко Л.П., Рысев А.П., Романовская Л.Е., Соломонов В.А. Каталитический метод определения родия в промышленных объектах. – Ж. аналит. химии, 1990, т.45, №11, с.2216-2219.
2. Житенко Л.П., Рысев А.П., Алексеева И.И. Каталиметрический метод определения рутения. – Ж. аналит. химии, 1979, т.34, №6, с.1132-1135.

МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА ТЕСТ-МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ ОСНОВАННЫХ НА КАТАЛИТИЧЕСКИХ РЕАКЦИЯХ

С.А. Загородникова, В.А. Загородникова, Е.Г. Хомутова, О.И. Останина
Московская государственная академия тонкой химической технологии
имени М.В. Ломоносова, г. Москва khomutova@mail.ru

Проблема метрологии полуколичественного анализа приобрела значительную остроту, поскольку в последнее время химический анализ постепенно перемещается из лабораторий к тем местам, где находятся анализируемые объекты. Экспрессные тест-методы обеспечивают возможность простого и недорогого анализа. Метрологический аспект очень существенен для разработки, приготовления и использования тест-систем; результаты тестов должны быть достаточно надежными даже в тех случаях, когда определяют малые количества веществ. Трудность аттестации и метрологическое обеспечение тест-методов заключается в том, что они относятся к полуколичественным методам и метрологические характеристики, которые используют в оценке количественных методов, могут быть отнесены к ним условно. По настоящее время метрологи не сошлись к единому мнению как надо проводить метрологическую оценку.

Наши исследования заключались в изучении методики аттестации и проведении метрологического исследования для аттестации экспрессных тест-методов определения платиновых металлов на твердом носителе. Для рассмотрения были выбраны наиболее чувствительные и селективные по отношению к платиновым металлам индикаторные реакции: окисление сульфарсазена периодатом для определения родия (рН=3,6) и иридия (рН=5,5); окисление арсенита натрия броматом калия в кислой среде для определения осмия и окисление метилового оранжевого периодатом калия для определения рутения (рН=1). Протекание реакций регистрировали с помощью рефлектометра «Экотест-2040» на бумажном носителе. В качестве носителя были использованы фильтры обеззоленные «синяя лента». В выбранных оптимальных условиях, в диапазоне концентраций родия ($1 \cdot 10^{-1}$ - $5 \cdot 10^{-1}$) мкг/мл, иридия ($5,2 \cdot 10^{-1}$ - $5,2$) мкг/мл, осмия ($1,9 \cdot 10^{-2}$ - $1,9$) мкг/мл, рутения ($1,0 \cdot 10^{-1}$ - $1,0$) мкг/мл градуировочные зависимости в координатах: зональный коэффициент отражения реакционной зоны бумаги – концентрация платинового металла имели линейный вид.

Проведен сравнительный анализ метрологических характеристик таких как: градуировочная зависимость; диапазон определяемых концентраций - диапазон для осмия охватывает несколько порядков, и каждому из них соответствует своя окраска носителя, а для других металлов диапазон меньше; повторяемость – для всех исследуемых металлов составила до 7%. Было замечено при исследовании зависимости концентрации определяемого компонента от величины относительного стандартного отклонения, что чем больше концентрация платиновых металлов, тем меньше относительное стандартное отклонение; правильность – во всех методах подтверждена; предел обнаружения определяемого компонента (по погрешности холостого опыта) – от метода к методу не изменяется; селективность – тест-метод определения родия селективнее, чем для других платиновых металлов. Даны рекомендации по оценке метрологических характеристик тест-методов, основанных на каталитических реакциях.

ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУММАРНЫХ ПАРАМЕТРОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Н.К. Зайцев, С.В. Шорин, В.В. Юрицын
ООО «Эконикс-Эксперт», г. Москва, 117513, а/я 55.

Определение суммарных параметров окружающей среды наряду с традиционным химическим анализом представляет собою перспективное направление в экоаналитической химии. Во-первых, промышленные и сельскохозяйственные стоки и газовые выбросы имеют типовой состав, определяющийся соответствующими технологиями, поэтому экономически целесообразно определить только «амплитуду» загрязнения, а во-вторых – избыточная информация препятствует оперативному управлению очистными сооружениями, системой водоснабжения и организации природоохранных мероприятий.

Для определения суммарного содержания органических веществ применяют в основном два типа суммарных параметров – общий органический углерод (ТОС) и химическое потребление кислорода (ХПК). Последний параметр представляет собою бихроматную окисляемость, которая измеряется при повышенной температуре. Мы изучили существующие методы определения ХПК и установили, что предпочтительным по сравнению с методом титрования и методом электрохимического определения в присутствии солей церия является оптический метод. При этом методе в специальном реакторе одновременно нагревается большое количество пробирок из закаленного стекла, в которые помещают 2 мл исследуемой воды и 6 мл смеси бихромата и серной кислоты. Однако точность таких определений на приборах фирм «Ханна» и «Хак» оказалась неудовлетворительной. Мы установили, что плохая воспроизводимость и неудовлетворительная точность определений в приборах этих фирм была вызвана линзовым эффектом, то есть искажением луча света в приборе при прохождении через круглую пробирку по сравнению со случаем плоскопараллельной кюветы. Мы разработали специальную фотоячейку для фотометра Эксперт-003, которая компенсирует линзовый эффект. В этих условиях удастся получить в круглых пробирках такую же точность, как в плоскопараллельных кюветах. В результате метод позволяет определять величины ХПК от 5 мг кислорода на 1 литр, то есть пригоден даже для анализа питьевой воды.

Другим важным суммарным параметром, принятым у нас в стране, является фенольный индекс. Фенольный индекс определяется по величине оптической плотности смеси красителей, получающихся при реакции исследуемой смеси фенолов с 4-аминоантипирином, причем калибровка проводится по незамещенному фенолу. Первоначальное отделение легколетучих фенолов при этом выполняется путем перегонки с водяным паром. В настоящей работе мы попытались заменить перегонку с водяным паром методами твердофазной экстракции с помощью концентрирующих патронов производства фирмы «Биохиммак СТ». С помощью твердофазной экстракции с последующим смывом этиловым спиртом удастся добиться предела обнаружения фенола 10 мкг/л. Лимитирующей чувствительность причиной является выделение фенолов из собственного материала патрона.

ИНВЕРСИОННО-ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛИБДЕНА (VI) В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ.

П.М. Зайцев, Д.В. Красный, К.В. Сурмелева
ООО Научно-производственное предприятие «ЭКОНИКС»,
119071, г. Москва, Ленинский пр-т, д.31, стр.4

Молибден (VI) является активным микроэлементом для многих растений и животных. У растений он входит в состав ферментов, катализирующих восстановление нитратов и ферментов, участвующих в фиксации молекулярного азота. У животных он входит в состав оксидазных и редуктазных ферментов, которые участвуют в реакциях окисления пуриновых и др. органических соединений, широко распространенных в природе и играющих большую роль во многих биологических процессах, протекающих в организмах животных. Поэтому определение молибдена в водах различной природы представляет большой интерес.

Разработана методика инверсионного катодного переменного-токового вольтамперометрического определения Мо (VI) в некоторых природных и сточных водах с диапазоном измерения его массовой концентрации от 1 до 40 мкг/дм³ с применением анализатора «ЭКОТЕСТ-АВЛ» НПП «ЭКОНИКС». Ошибка определения при $R=0,95$ составляет от 10 до 20 % отн.

В состав анализатора входят персональный компьютер, трехэлектродный датчик аналитического сигнала, программа управления получения и обработки аналитического сигнала определяемых компонентов.

Методика основана на адсорбционном осаждении комплекса Мо (VI) с миндальной кислотой (МК) на поверхности ртутно-пленочного электрода при потенциале минус 100 мВ и последующем электрохимическом его восстановлении при развертке потенциала от 0 до минус 700 мВ. Высота пика восстановления Мо (VI) с $E_n = (-380 \div -440)$ мВ пропорциональна его концентрации в указанном выше интервале в кислом полярографируемом растворе.

Методика испытана при анализе питьевой и минеральной негазированной и газированной воды, воды из Москва-реки и очищенной сточной воды производства минеральных удобрений, не содержащих фосфаты.

Подготовка пробы воды к анализу включает разрушение органических веществ методом минерализации и, при необходимости, прокалывание в муфельной печи полученного осадка или фотометрическое их окисление в фотолизной камере.

Результаты анализов показали, что содержание молибдена (VI) в пробах анализируемых объектов значительно ниже ПДК.

Присутствие в анализируемой пробе воды многих катионов металлов не влияет на определение молибдена (VI).

АНАЛИЗ БИОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХСТРУЙНОЙ ДУГОВОЙ ПЛАЗМЫ

Н.П. Заксас, В.А. Герасимов, А.И. Сапрыкин

Учреждение Российской Академии Наук Институт неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения РАН, г. Новосибирск

Интерес медиков и биологов к микроэлементному составу растительных материалов и животных тканей обусловлен важной ролью микроэлементов в жизнедеятельности живых организмов. В настоящее время для определения элементного состава биологических проб наибольшее применение нашли такие методы анализа, как атомно-абсорбционная спектрометрия, атомно-эмиссионная и

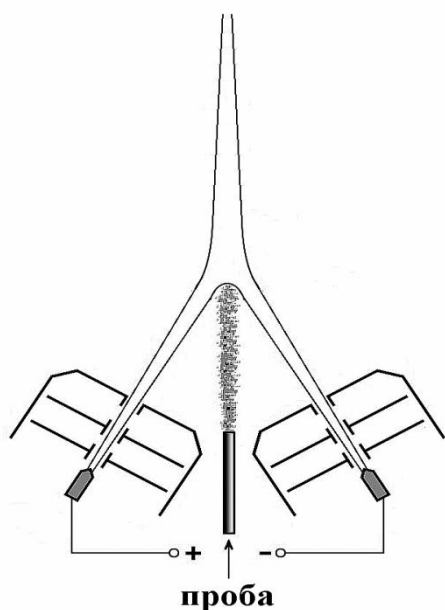


Рис. 1. Электродный блок плазмотрона.

масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой. Эти методы, как правило, требуют минерализации биологических материалов и перевода их в раствор. Для этого необходимы окислители (HNO_3 , H_2O_2 , HClO_4 , O_2), и интенсификация процесса растворения с помощью автоклавов, микроволновых печей, ультразвука и т.п. Прямые инструментальные методики анализа, не требующие разложения пробы, значительно проще, а риски потери аналитов значительно меньше.

В настоящей работе показаны возможности двухструйной дуговой плазмы (рис.1) высокой (10-15 кВт) мощности для прямого многоэлементного атомно-эмиссионного спектрального анализа разнообразных биологических объектов: растительных материалов, волос, органов животных, цельной крови, сыворотки и

плазмы крови, костной ткани [1-2].

Предварительно было изучено влияние органических и органоминеральных матриц растительного и животного происхождения, крупности частиц порошковой пробы на аналитический сигнал определяемых элементов. Установлены наиболее вероятные механизмы влияния органической матрицы на процессы ионизации и возбуждения в аргоновой плазме двухструйного дугового плазмотрона. В результате исследований предложены простые и экспрессные методики прямого анализа порошковых биологических проб с пределами обнаружения элементов 0,1 - 10 мкг/г.

Разработанные методики были использованы при проведении медико-биологических экспериментов с подопытными животными.

Работа выполнена при финансовой поддержке Интеграционного междисциплинарного проекта СО РАН №98.

Литература

1. Заксас Н.П., Султангазиева Т.Т., Корда Т.М. // Ж. аналит. химии. 2006. Т.61. №6. С.632.
2. Zaksas N.P., Gerasimov V.A., Nevinsky G.A. // Talanta. 2010. V.80. №5. P.2187.

КОМПЛЕКСНОЕ ОБСЛЕДОВАНИЕ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ В РАЙОНЕ СТРОИТЕЛЬСТВА ОЛИМПИЙСКИХ ОБЪЕКТОВ «СОЧИ-2014»

*М.А. Запевалов, И.В. Семенова, В.А. Сурнин, Н.Н. Лукьянова,
А.А. Макаренко, Д.Г. Левишин*

ГУ «НПО «Тайфун», 249032 г. Обнинск Калужской обл., ул.Победы, д.4,
e-mail: zapevalow@mail.ru

Особый интерес к качеству окружающей среды в районе проведения олимпийских игр СОЧИ-2014 обусловлен возможным негативным воздействием на нее в периоды подготовки и проведения этого крупномасштабного мероприятия. Олимпийские объекты находятся в непосредственной близости от объекта Всемирного природного наследия ЮНЕСКО «Западный Кавказ», поэтому для получения объективной информации о состоянии окружающей среды в этом районе в настоящее время существенно модернизируется система экологического мониторинга.

В 2010 году в рамках реализации этого проекта специалисты НПО "Тайфун" провели комплексное исследование окружающей среды (атмосферного воздуха, поверхностных вод, донных отложений водотоков и почв). Основной целью работ было определение фактических уровней концентраций широкого круга химических веществ в окружающей среде и оценка воздействия строительных работ на ее загрязнение.

Методология выполнения работы была основана на анализе основных источников и путей загрязнения окружающей среды. На основе этой информации был проведен выбор точек опробования и определены приоритетные группы веществ для оценки загрязнения, в частности:

- точки отбора проб привязывали к долине р.Мзымта и располагали по ходу течения реки, начиная с фоновой площадки (фоновый створ), располагавшейся выше проведения строительных работ (нижняя площадка урочища Роза-Хутор) до площадки, расположенной в устье реки;

- для комплексной оценки загрязнения окружающей среды совмещали отбор воздуха, воды, донных отложений и почв в одной точке;

- перечень контролируемых показателей включал максимально широкий набор загрязняющих веществ неорганической и органической природы, что увеличивает достоверность идентификации наиболее существенных источников и химического загрязнения окружающей среды.

Виды и объемы работ по лабораторным аналитическим исследованиям включал основные газовые примеси, летучие и полунлетучие органические соединения (в том числе нефтяные углеводороды, ПАУ и хлорорганические соединения), тяжелые металлы. Анализ проводился частично с использованием мобильных средств, но основная масса анализов проведена в стационарной лаборатории.

Результаты анализа проб показали, что концентрации большинства контролируемых примесей находится в пределах установленных санитарно-гигиенических нормативов. Влияние строительных работ проявляется в увеличенной мутности воды р.Мзымта, что, тем не менее, не приводит к увеличению растворимых форм тяжелых металлов по сравнению с фоновым створом. В Имеретинской низменности по сравнению с Красной Поляной проявляется влияние прошлой хозяйственной деятельности, связанное с применением пестицидов.

НОВЫЕ АНИОНООБМЕННИКИ С ПОВЫШЕННОЙ ГИДРОФИЛЬНОСТЬЮ ДЛЯ ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

А.В. Затираха, А.Д. Смоленков, О.А. Шпигун
Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
химический факультет, 199991 г. Москва

Разработка новых неподвижных фаз на основе сополимеров стирола и дивинилбензола для высокоэффективного и селективного определения неорганических анионов является одной из актуальных задач современной ионной хроматографии. Основной проблемой при использовании полистирол-дивинилбензолных (ПС-ДВБ) сорбентов является аномальное удерживание поляризуемых ионов бромидов и нитратов. Это связано с тем, что в удерживание данных анионов существенный вклад вносят неионообменные взаимодействия с ароматическими кольцами ПС-ДВБ, что приводит также к значительному размыванию пиков и снижению эффективности для этих анионов. Одним из способов устранения негативного влияния матрицы на удерживание поляризуемых анионов является повышение гидрофильности функциональной группы ионообменников.

В данной работе представлен новый подход к синтезу сорбентов для ионной хроматографии, позволяющий получать анионообменники с гидрофильными функциональными группами. Синтез включал ацилирование матрицы ангидридом уксусной кислоты, последующее превращение карбонильной группы в аминогруппу с помощью восстановительного аминирования метиламином и алкилирование полученной вторичной аминогруппы эпихлоргидрином.

В качестве матрицы для синтеза ионообменников использовали сополимер стирола и дивинилбензола со степенью сшивки 25%, диаметром зерен $3,3 \pm 0,2$ мкм, площадью поверхности $200 \text{ м}^2/\text{г}$, общим объемом пор $0,64 \text{ см}^3/\text{г}$ и средним диаметром пор 6 нм (лаборатория хроматографии химического факультета МГУ).

Исследование ионохроматографических свойств полученного сорбента проводили в режиме ионной хроматографии с подавлением фоновой электропроводности. На синтезированном анионообменнике изучено поведение восьми неорганических анионов: фторида, формиата, хлорида, нитрита, нитрата, бромидов, фосфата и сульфата. Сорбент демонстрирует хорошую селективность и позволяет проводить разделение смеси восьми перечисленных неорганических анионов менее чем за 25 минут при использовании гидрокарбонатных элюентов. При этом значительного размывания пиков поляризуемых бромид- и нитрат-ионов не наблюдается. Максимальная эффективность колонки с полученным анионообменником при использовании в качестве элюента карбонатного буферного раствора составляет 35000 тт/м, а при элюировании раствором гидрокарбоната натрия - 40000 тт/м (для фосфат-иона).

СОВРЕМЕННЫЙ АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ В ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

С.Б. Заякина¹, Г.Н. Аношин¹, Б.Л. Щербов¹, В.А. Лабусов², А.Н. Путьмаков²

¹Институт геологии и минералогии им. акад.В.С. Соболева СО РАН,
630090 Новосибирск, пр.Коптюга 3, zayak@uiggm.nsc.ru

²Институт автоматики и электрометрии СО РАН, 630090 Новосибирск, пр.Коптюга, 1

Современный атомно-эмиссионный спектральный анализ, как непрерывно развивающаяся область аналитической химии, является мощным инструментом для определения элементного состава вещества. Особенно эффективно применение этого метода в экологии и геохимических исследованиях, так как подвергающийся исследованию материал отличается большим разнообразием и о составе анализируемых проб часто не имеется никаких предварительных данных. Для исследований, связанных с различными проблемами *окружающей среды*, значительный интерес вызывают установки, позволяющие проводить *элементный анализ* непосредственно в твердой фазе. В практике спектрального анализа твердых проб используется традиционная дуга постоянного или переменного тока, а также получили распространение *дуговые плазмотроны*, в плазменный факел которых вдувается измельченная проба.

В работе рассматривается **прямой атомно-эмиссионный спектральный анализ твердофазных дисперсных проб** (эколого-геохимических и др.), с применением высокотемпературного, стабильного источника возбуждения спектров - дугового двухструйного плазмотрона новой конструкции (ДДП), разработанного ООО «ВМК-Оптоэлектроника» (г.Новосибирск).

В экспериментальную установку входят следующие основные блоки :

- источник возбуждения спектров - аргоновый дуговой двухструйный плазмотрон,
- дифракционные спектрографы ДФС-458С и ДФС-8,
- система регистрации: многоканальный анализатор МАЭС,
- компьютер и программное обеспечение «Атом».

Особенность разработанной установки заключается в том, что два дифракционных спектрографа: ДФС-8 и ДФС-458С, расположены на одной оптической оси. Плазменный факел находится на общей оптической оси. Такая компоновка приборов позволила проводить атомно-эмиссионный спектральный анализ двумя способами: традиционным, интегральным и разработанным авторами кинетическим спектральным, являющимся развитием известного сцинтилляционного эмиссионного спектрального анализа

В результате исследований влияния параметров ДДП на интенсивности спектральных линий и применения математического метода планирования оптимального эксперимента выбраны оптимальные условия проведения атомно-эмиссионного спектрального анализа.

Широкий круг определяемых элементов и низкие значения пределов обнаружения позволили нам провести анализ ряда проб экологического значения. Нами показана возможность определения токсичных металлов в почве. Метод позволил не только определить содержание ртути в отработанном сорбенте, применяемом для очистки сточных вод, но и оценить его примесный состав: содержание лития, кальция, натрия, калия.

СОРБЦИОННО-КАТАЛИТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ(II) В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ В СОЧЕТАНИИ С ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

Ю.А. Зольников, Ю.Ю. Петрова

Сургутский государственный университет, 628412 г. Сургут, пр.Ленина, 1

Работ по использованию планарной хроматографии для разделения компонентов в кинетических методах в литературе встречается мало. В своей работе мы остановились на изучении возможности сочетания сорбционно-каталитического метода определения металлов на примере меди(II) с одномерной ТСХ и бумажной хроматографией. В качестве модельной нами была выбрана смесь, содержащая катионы тяжелых металлов: медь(II), свинец(II), кадмий(II) и ртуть(II). В качестве индикаторной для определения меди(II) сорбционно-каталитическим методом в тонком слое была выбрана реакция восстановления железа(III) тиосульфатом натрия в присутствии *o*-фенантролина, катализируемая медью(II). Хроматографирование проводили на пластинах Sorbfil и полосках из фильтровальной бумаги. В данной работе изучили также влияние гексаметилендиамина (ГМДА), известного активатора и комплексообразующего агента, на характеристики разделения катионов металлов. ГМДА добавляли в подвижную фазу, на стартовую линию, а также импрегнировали в бумагу с парафином и низкоокисленным атактическим полипропиленом (ОАПП).

На пластинах Sorbfil добавление ГМДА в подвижную фазу (*n*-бутанол : HCl) практически не изменяет вид хроматограммы ($Pb < Cu < Cd \leq Hg$ в порядке увеличения R_f), но уменьшает значения R_f для ртути(II), меди(II) и кадмия(II), увеличивая при этом эффективность разделения для всех металлов модельной смеси. На полосках фильтровальной бумаги добавление ГМДА и в подвижную фазу и на линию старта практически не влияет на подвижность катионов и не меняет вид хроматограмм, полученных на бумаге. Заметна разница в случае импрегнирования ГМДА с парафином и ОАПП: подвижность свинца(II) и ртути(II) заметно уменьшается, а кадмия(II) возрастает, так что свинец(II) практически остается на линии старта, а кадмий(II) поднимается на линию фронта, что увеличивает эффективность разделения.

В оптимизированных условиях получена градуировочная зависимость для определения меди(II) сорбционно-каталитическим методом, сочетающим предварительное разделение методом ТСХ: $c_{min} 4,0 \cdot 10^{-3}$ мкг/мл и диапазон определяемых концентраций $5,0 \cdot 10^{-3} - 10$ мкг/мл. Однако при этом показано повышение селективности сорбционно-каталитического определения: свинец(II), кадмий(II) и ртуть(II) в 10-ти и 100 кратном избытке не мешают определению 10 мкг/мл меди(II). Правильность методики в сочетании с ТСХ оценили методом «введено-найдено»: введено 0,60 и 4,00 мкг/мл Cu(II), найдено – $0,59 \pm 0,27$ ($s_r 0,28$) и $3,98 \pm 1,71$ ($s_r 0,27$) соответственно. Методика была применена для определения меди(II) в сточной воде завода стабилизации газового конденсата и в речных водах. Полученные результаты хорошо согласуются с данными АЭС с ИСП.

Представленные методики сорбционно-каталитического определения меди(II), в том числе в сочетании с ТСХ, являясь селективными и чувствительными, в то же время просты, доступны и экономичны, что позволяет расширить практические возможности каталитических методов анализа в реальных объектах, например промышленных сточных и природных водах.

СОРБЦИОННО-ОПТИЧЕСКОЕ И ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ(II) НИТРОЗО-Р-СОЛЮ В ВИДЕ ИОННОГО АССОЦИАТА С ПАВ

В.М. Иванов, Т.О. Самарина, В.Н. Фигуровская

Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова,
химический факультет, 119992 Москва, ГСП – 1, Ленинские горы, МГУ, д.1, стр.3

Нитрозо-Р-соль (1-нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфокислота, **НРС**) широко применяют в качестве органического аналитического реагента в основном на ионы кобальта. Наличие в структуре молекулы сульфогрупп позволяет увеличить растворимость исходного нитрознафтола, его устойчивость в водных растворах, однако препятствует сорбции комплексов с металлами на незаряженных поверхностях из-за электростатического отталкивания. Образование нейтральных ионных пар с молекулами ПАВ позволит сорбировать комплекс НРС – ион металла на поверхности таких широкодоступных и хорошо изученных сорбентов как силихромы.

Методами спектрофотометрии и спектроскопии диффузного отражения изучена сорбция ионов меди(II) в виде ионного ассоциата Cu(II) – нитрозо-Р-соль – бромид цетилтриметиламмония (**ЦТМА**) [бромид цетилпиридиния, **ЦП**] на неорганическом сорбенте силихром С-120. Найдены оптимальные условия сорбции, сорбционная емкость по металлу, определены оптические и цветометрические характеристики.

В присутствии ПАВ в интервалах pH 3.1 – 9.5 и 2.8 – 10.5 для ЦП и ЦТМА соответственно образуются нейтральные ионные пары (**ИП**), сорбирующиеся в указанных диапазонах pH. При введении ЦП и ЦТМА число лигандов увеличивается (в отсутствии ПАВ: Me : R = 1 : 1, pH 2.1 – 4.5; Me : R = 1 : 2, pH 6.5 – 7.9), отношение Me – R в присутствии ПАВ составляет 1:2 в указанных диапазонах pH. Это приводит к увеличению интенсивности поглощения более чем в два раза, что увеличивает чувствительность и снижает нижнюю границу определяемых содержаний в соответствующие число раз для водных растворов при pH 3.1 – 4.5. Оптимальный pH сорбции лежит в интервале pH 2.9 – 4.5, где гидроксильные группы сорбента не диссоциированы (поверхность не заряжена). Совмещение оптимальных диапазонов образования ИП и сорбции позволило разработать чувствительную методику сорбционно-оптического определения ионов меди(II).

Методом спектроскопии диффузного отражения установлено оптимальное время контакта фаз (7 мин), емкость по металлу (0.015 ммоль/г), изучено влияние ионной силы раствора на сорбцию. Сорбцию проводили в статическом варианте из 20.0 мл раствора ($m_{\text{сорб}} = 0.100$ г). Сорбаты устойчивы в течение длительного времени.

Показаны преимущества цветометрии с позиций большей информативности и чувствительности. Измеряли цветометрические функции в системах XYZ (*X*, *Y*, *Z*), CIELAB (*A*, *B*, *L*, *S*, *T*), *W* – показатель белизны; *G* – показатель желтизны.

Функции Гуревича-Кубелки-Мунка линейны в диапазоне концентраций меди $(0.63 - 6.39) \times 10^{-6}$ М ($\lambda_{\text{опт}} = 490$ нм). Все изученные цветометрические функции линейны в указанном концентрационном интервале. Наиболее чувствительными функциями являются *Z* и *G* (для ИП с ЦТМА и ЦП).

Получены тест-шкалы для полуколичественного определения ионов меди(II). Разработанная методика потенциально пригодна для определения меди в сточных водах.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ Н–ПЕРФТОРАЛКАНКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ В ВОДНЫХ ОБРАЗЦАХ

Е.М. Игумнова¹, В.А. Никифоров², Т. Васког¹, Э Енсен¹

¹Университет Тромсё, фармацевтический факультет, N–9037 Tromsø, Norway

²НИЦЭБ РАН, 197110, Санкт–Петербург, ул. Корпусная 18

Введение. Промышленное производство перфторированных соединений началось в 50х гг. прошлого века. Уникальные химические и физические свойства сделали их незаменимыми компонентами целого ряда продуктов и технологических процессов.

В настоящее время различные перфторированные соединения привлекают все большее внимание организаций, занимающихся контролем качества окружающей среды, в связи с тем, что перфторированные соединения обнаруживаются повсеместно: в пробах воды, воздуха, образцах биологического происхождения, а также в крови и тканях человека.

Перфторалканкарбоновые кислоты производились и использовались как индивидуальные соединения, но в то же время они являются устойчивыми продуктами разложения или метаболитами нейтральных перфторированных соединений с большей молекулярной массой. На данный момент существует ряд методик для пробоподготовки и определения перфторалканкарбоновых кислот в образцах биологического происхождения, но требуется улучшение методов анализа водных образцов.

Наша работа посвящена анализу н–перфторалканкарбоновых кислот в водных образцах при помощи трехфазной жидкостной микроэкстракции и масс–спектрометрического детектирования.

Основные результаты. Нами был разработан метод анализа четырех н–перфторалканкарбоновых кислот: перфтороктановой (ПФОК), перфторнонановой (ПФНК), перфтордекановой (ПФДК) и перфторундекановой (ПФУнДК). Трехфазная жидкостная микроэкстракция была выбрана нами в качестве метода концентрирования и очистки образца. Для инструментального детектирования мы использовали тандем ультраэффективный жидкостной хроматограф – масс–спектрометр с электроспрей–ионизатором, работающим в режиме продуцирования отрицательных ионов. Нами были оптимизированы условия экстракции, хроматографирования и детектирования, при которых R^2 калибровочных прямых приблизительно равен 0.99 для ПФОК, ПФНК, ПФДК и 0.98 для ПФУнДК. Для всех кислот был также установлен предел обнаружения и количественного детектирования, которые не превышают 0.5 нг/л в исходной пробе.

Мы опробовали наш метод на водных образцах, отобранных в Ленинградской, Псковской, Архангельской, Новгородской областях и республике Карелия и установили, что концентрации н–перфторалканкарбоновых кислот находятся в интервале от 3 нг/л до 250 нг/л. Также нами были проанализированы образцы снега, собранного на о. Тромсоя.

Обсуждение результатов. Разработанный нами метод является высокочувствительным, селективным, экологичным и простым.

Повышенное содержание ПФНК в пробах говорит о присутствии специфичного источника загрязнения речных бассейнов. Определенные нами концентрации перфторалканкарбоновых кислот дают основания для продолжения работы и анализа проб питьевой воды, прошедшей соответствующую водоподготовку.

ДИСТАНЦИОННАЯ ДИАГНОСТИКА ЭКОЛОГИЧЕСКИ ОПАСНЫХ ВЕЩЕСТВ В АТМОСФЕРЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОПТИКО-АКУСТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

*В.А. Капитанов¹, А.И. Карапузиков², В.П. Мамышев¹, Ш.Ш. Набиев³, С.Л. Одинцов¹,
Ю.Н. Пономарев², И.В. Шерстов², А.В. Володин⁴, Д.А. Болясов⁵*

¹ Институт оптики атмосферы Сибирского отделения РАН,
634055, Томск, пр. Академический, 1, Россия

² Институт лазерной физики Сибирского отделения РАН,
630090, Новосибирск, пр. Лаврентьева 13/3, Россия

³ Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”,
123182 Москва, пл. И.В. Курчатова, д.1, Россия

⁴ Закрытое акционерное общество «РНТ»,
129515 Москва, ул.2-я Останкинская, д.6, Россия

⁵ Федеральное государственное учреждение «Государственный
научно-исследовательский институт промышленной экологии»,
410002, Саратов, ул. Московская, д.66, Россия

Возможности методов локальной диагностики газообразных веществ, основанных на генерации акустических волн при поглощении лазерного излучения в замкнутом и открытом пространстве достаточно хорошо известны [1]. В настоящее время на основе оптико-акустических (ОА) методов разрабатываются и создаются малогабаритные газоанализаторы сверхмалых концентраций молекулярных веществ в открытой атмосфере, что позволяет решать оперативные задачи по обнаружению и идентификации опасных веществ в реальном времени.

Появление в последние годы недорогих серийных перестраиваемых по частоте лазеров высокой мощности в различных спектральных диапазонах, а также наблюдаемый прогресс в области создания новых высокочувствительных ОА детекторов дают предпосылки для разработки дистанционных ОА методов.

В данной работе с учетом эффективности взаимодействия ИК - излучения с веществом (сечений процессов поглощения), элементной базы, мешающих факторов (фона, технологических примесей), пропускания атмосферы и др. рассматриваются возможности создания газоанализаторов для дистанционного экспресс - обнаружения следов (на уровне 1-10 млрд⁻¹) экологически опасных веществ (сильнодействующие ядовитые вещества, компоненты ракетных топлив, в т.ч. несимметричный диметилгидразин (гептил) и др.) с использованием ОА метода.

В частности, показано, что в качестве акустических приемников при дистанционной ОА диагностике реальную перспективу имеют направленные приемники звука в виде малогабаритных параболических антенн и фазированных антенных решеток с электронным сканированием. Применение подобных систем обеспечивает существенное повышение отношения сигнал/шум, что особенно важно при детектировании слабых звуковых сигналов, возбуждаемых лазерным излучением при его попадании в облако паров экологически опасных веществ малой концентрации. Проведенные нами предварительные испытания подобных детекторов звука подтвердили их потенциальные возможности для регистрации слабых звуковых сигналов на расстояниях от единиц до нескольких десятков метров от диагностируемого объема.

Обсуждаются вопросы применимости тех или иных лазерных источников для этих целей, приводятся критериальные оценки по параметрам ОА детекторов.

Литература

1. Ю.Н. Пономарев, Б.Г. Агеев, М.В. Зигрист и др. Лазерная оптико-акустическая спектроскопия межмолекулярных взаимодействий в газах. Под ред. Л.Н. Синецы. Томск: МГП «РАСКО». 2000. 200 с.

ПОЛУЧЕНИЕ МАРКЕРА РЯДА ТРИАМИНОДИЭТИЛЕНУКСУСНЫХ КИСЛОТ ДЛЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО ИММУНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА БИОПАТОГЕНОВ

Д.Э. Кантур^{1,2}, Н.С. Осин², Н.П. Ивановская², Н.В. Васильев^{1,2}

¹ГОУВПО Московский государственный областной университет, г. Москва,
ул.Радио10 а.

²ГНЦ ФГУП Государственный научно-исследовательский институт биологического
приборостроения, г. Москва, Волоколамское ш., 75, к.1.

В настоящее время для специфического определения экологически обусловленных заболеваний, а также для идентификации врожденных патологий, в медико-биологической практике все чаще используются люминесцентные аналитические методы, основанные на реакциях биоспецифического связывания, так называемые методы иммунофлуоресцентного анализа [Osin N.S. Pomelova V.G. *Frontiers in Research*, Humana Press, 2008, v.1 (24), P.233]. Наиболее распространенной модификацией этого метода, хорошо зарекомендовавшей себя в массовом клиническом применении последние двадцать лет, является диссоциативная методология люминесцентного анализа с временным разрешением "Delfia" (диссоциативно усиленный лантанидный флуоресцентный иммуноанализ) [Hemmila I. *Alloys and Compounds*, 1995, v. 225, P. 480]. В течение ряда лет стандартные реагенты фирмы «Wallac» практически безальтернативно занимают отечественный рынок медико-биологических услуг по экспресс-индикации и идентификации опасных биологических возбудителей, биогенных физиологически активных соединений, врожденных генетических заболеваний. Наиболее изученными среди этих реагентов являются производные триаминокарбоновых кислот, среди которых р-изотиоцианатобензилзамещенная диэтилентриаминотетрауксусная кислота (**1**), либо ее симметричный изомер (**2**)

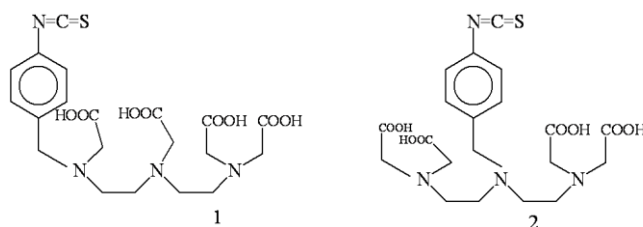


Схема 1.

Несмотря на то, что изотиоцианат **1**, является наиболее распространенным реагентом в методе "Delfia" и, в настоящее время применяется в медико-биологической практике более 20-ти лет в наборах фирмы "Wallac", в нативной форме он не является доступным продажным реагентом. Таким образом, проведение доступного серийного иммунофлуоресцентного анализа в Российской Федерации сдерживается низкой доступностью маркеров ряда диэтилентриаминокарбоновых кислот.

При воспроизведении многочисленных патентных данных и материалов оригинальных статей оказалось, что методики получения реагента **1** многостадийны, и плохо воспроизводятся. В результате оптимизации соотношения реагентов в многостадийной методике нами достигнуто сокращение двух трудоемких стадий синтеза, описанных в ранних литературных источниках [Hemmila I. et al. *Europium as a label in Time-Resolved immunofluorometric assays // Anal. Biochem.*– 1984.– V. 137.– P. 335-343], а также и существенно упрощены остальные стадии синтеза изотиоцианата **1**.

МНОГОПАРАМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД МОНИТОРИНГА ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ

Д.В. Капустин, С.А. Солнцев, К.О. Нагорнов, В.И. Капустин

Московский государственный институт радиотехники, электроники и автоматики
(технический университет), 119454, г. Москва, пр. Вернадского, 78

Исследования направлены на разработку многопараметрического метода экспрессного анализа воздушной среды на наличие малых и сверхмалых количеств органических соединений азота, фосфора, мышьяка и серы.

Проведены теоретические исследования физики работы поверхностно-ионизационного диода, состоящего из поверхностно-ионизационного термоэммиттера ионов, коллектора ионов, термодесорбера - накопителя и системы прокачки воздуха. Устройство может быть использовано для одновременного определения трех физико-химических характеристик органических молекул, имеющих в составе воздуха.

На поверхности термоэммиттера на основе окисленного сплава молибдена существует два типа активных центров поверхностной ионизации органических молекул на основе азота, фосфора, мышьяка и серы. Величина тока $I_{TЭ}$ поверхностной ионизации органических молекул с поверхности термоэммиттера определяется выражением:

$$\frac{I_{TЭ}}{eS} = A_4 \frac{P_M P_{H_2O} (1 - \frac{C_V}{N_{кисл.}})}{T^{7/2}} \left[\frac{1}{A_1} \exp\left(-\frac{\varepsilon_{ион.1}^*}{kT}\right) + \frac{1}{A_2} \exp\left(-\frac{\varepsilon_{ион.2}^*}{kT}\right) \right], \quad (1)$$

где S - площадь поверхности термоэммиттера, e - заряд электрона, T - температура термоэммиттера, k - постоянная Больцмана, P_M и P_{H_2O} - парциальное давление пара органических молекул и молекул воды у поверхности термоэммиттера, C_V и $N_{кисл.}$ - концентрация кислородных вакансий и кислородных узлов в кристаллической решетке оксида, A_1, A_2, A_4 - константы, не зависящие от температуры, $\varepsilon_{ион.1}^*$ и $\varepsilon_{ион.2}^*$ - значения энергии активации поверхностной ионизации органических молекул на первом и втором типах активных центров. Выражение (1) позволяет определять значения $\varepsilon_{ион.1}^*$ и $\varepsilon_{ион.2}^*$, которые являются идентификационными характеристиками органических молекул.

Вольт - амперная характеристика поверхностно-ионизационного диода определяется выражением:

$$I_{TЭ} = \frac{9}{8} \frac{\varepsilon_0 \mu_0}{d^3} * (U - U_0)^2, \quad (2)$$

где U - напряжение «термоэммиттер - коллектор», d - расстояние «термоэммиттер - коллектор», ε_0 - диэлектрическая постоянная, U_0 - параметр, определяемый объемным зарядом потока ионов, μ_0 - величина дрейфовой подвижности ионов органических молекул. Выражение (2) позволяет определять данную идентификационную характеристику органических соединений.

При нагреве термодесорбера - накопителя, на поверхности которого находится слой адсорбированных органических молекул, с постоянной скоростью нагрева, ток термоэммиттера будет иметь вид пика, параметры которого связаны соотношением:

$$\frac{dT}{dt} \left(1 + \frac{E_{дес.}}{kT_{макс.}}\right) \exp\left(\frac{E_{дес.}}{kT_{макс.}}\right) = \frac{kT_{макс.}}{h} T_{макс.}, \quad (3)$$

где dT/dt - скорость нагрева, h - постоянная Планка, $T_{макс.}$ - значение температуры в максимуме пика ионного тока, $E_{дес.}$ - энергия активации десорбции органических молекул, которая также является их идентификационной характеристикой.

На основе данного теоретического подхода разработан макет датчика, предназначенного для использования в системах пожарно-охранной сигнализации и системах обнаружения утечек физиологически опасных веществ. Разрешающая способность датчика - до 1000; чувствительность - до 10^{-12} г/см³, время анализа - от 1 до 30 сек.

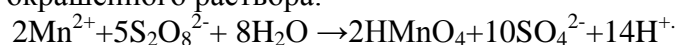
АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ

И.В. Каранди, Д.Х. Китаева, М.М. Бузланова

Институт элементоорганических соединений им. А.Н.Несмеянова РАН
Россия, 119991, г. Москва, В-334, ул. Вавилова д.28

Содержание марганца является одним из основных показателей при химическом анализе природной воды. Его повышенное содержание ухудшает органолептические свойства воды и вредно сказывается на здоровье человека. Российские стандартные нормы ограничивают уровень допустимого содержания марганца в воде хозяйственно-питьевого назначения до 0,1 мг/л.

Общепринятый метод определения марганца в природных водах основан на его окислении до MnO_4^- в азотнокислой среде в присутствии H_3PO_4 действием $(NH_4)_2S_2O_8$ с использованием $AgNO_3$ в качестве катализатора с последующим фотометрированием окрашенного раствора:



Нами показано, что при анализе растворов, не содержащих хлорид-ионов, $AgNO_3$ успешно может быть заменён пятиокисью ванадия, ванадатом аммония или солями ртути. Полученные при этом градуировочные графики были полностью идентичны графику, полученному при использовании нитрата серебра. Присутствие хлорид-ионов мешает определению из-за возможного восстановления образовавшихся перманганат-ионов:

Наряду с персульфатом в качестве окислителя используют периодат. При нагревании в кислой среде в присутствии KIO_4 ионы Mn окисляются до MnO_4^- , приобретая розовую окраску. Нами изучена возможность определения Mn^{2+} в водных растворах с использованием периодата в качестве окислителя в нейтральной среде. При этом не происходит образования перманганат-ионов. Раствор приобретает жёлтую окраску, присущую соединениям марганца более низкой валентности (по-видимому, H_2MnO_3), что позволяет производить фотометрическое определение марганца. Метод был использован для определения содержания Mn^{2+} в природных водах. Известно, что в подземных и поверхностных водах марганец находится в виде хорошо растворимых солей в двухвалентном состоянии. Чувствительность предлагаемого метода на порядок выше чувствительности метода, основанного на измерении окраски перманганат-ионов ($\epsilon=2,5 \cdot 10^3$), что позволяет упростить стадию концентрирования пробы или даже избежать ее.

При построении градуировочного графика готовили растворы Mn^{2+} как с использованием дистиллированной воды, так и в образце природной воды следующего состава (мг/л): $Fe^{+2}, Fe^{+3}=0,2$; $SiO_3^{-2}=5,8$; $Na^+=140$; $NO_3^-=1,8$; $SO_4^{2-}=2,0$; $F^-=1,2$; $Cl^-=67,4$; $PO_4^{3-}=1,2$; $NH_4^+=0,46$.

Идентичность полученных графиков свидетельствовала о том, что компоненты, присутствующие обычно в образцах природной воды, не мешают определению.

Выполнение определения. 30-40мл пробы нейтрализуют 25% раствором CH_3COOH до $pH=6$, нагревают до кипения и добавляют 2 мл 6% раствора KIO_4 . По охлаждении раствор переносят в мерную колбу на 50 мл и измеряют оптическую плотность при $\lambda=400nm$ ($l=50mm$). Содержание марганца рассчитывают по градуировочному графику, построенному для растворов, содержащих от 0 до 40 мкг Mn^{2+} в 50мл раствора. Методику применяли для анализа образцов природных вод с содержанием Mn от 0,01 до 0,3 мг/л.

ЛАЗЕРНЫЙ ОПТИКО-АКУСТИЧЕСКИЙ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗАТОР ПАРОВ ОПАСНЫХ ВЕЩЕСТВ В АТМОСФЕРЕ

А.И. Карапузиков¹, Ш.Ш. Набиев², К.Г. Зенов¹, И.В. Шерстов¹, А.В. Володин³,
Д.А. Болясов⁴, А.М. Бабаков⁵

¹ Институт лазерной физики Сибирского отделения РАН,
630090, Новосибирск, пр. Лаврентьева 13/3, Россия

² Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”,
123182 Москва, пл. И.В.Курчатова, д.1, Россия

³ Закрытое акционерное общество «РНТ»,
129515 Москва, ул.2-я Останкинская, д.6, Россия

⁴ Федеральное государственное учреждение «Государственный
научно-исследовательский институт промышленной экологии»,
410002, Саратов, ул. Московская, д.66, Россия

⁵ Военная академия радиационной, химической, биологической
защиты и инженерных войск им. С.К.Тимошенко,
156015, г. Кострома, ул. Горького, д.1, Россия

В последние годы наблюдается повышенный интерес к анализу паров ОВ методом лазерной оптико-акустической спектроскопии (ЛОАС), что обусловлено относительной простотой и надежностью метода ЛОАС, а также его высокой (на ppb и ppt уровне) чувствительностью [1]. Вместе с тем успешное решение этих задач лимитируется рядом проблем, одной из которых является проблема оперативной регистрации и идентификации опасных веществ для быстрого принятия решения и уменьшения вероятности ложной тревоги. Так, в ЛОАС газоанализаторе [1] на основе перестраиваемого примерно по 60 линиям в области 9,2–10,8 мкм CO₂-лазера на запись одного полного спектра уходит время порядка нескольких минут, что существенно усложняет задачу идентификации, т.к. за это время существенно меняется состав газовой смеси в оптико-акустической (ОА) ячейке. В режиме прокачки это происходит за счет естественного изменения концентрации в области забора пробы, а в режиме без прокачки – за счет процессов адсорбции и десорбции на стенках ОА ячейки.

В данной работе рассмотрены реальные возможности разработанного с применением технологии ЛОАС экспресс - газоанализатора, предназначенного для детектирования паров опасных веществ в атмосферном воздухе. В качестве источников возбуждения использовались два волноводных CO₂-лазера, работающих на фиксированных длинах волн 9,55 и 9,27 мкм. Для регистрации ОА сигналов применялись две ОА ячейки резонансного типа, в которой формировались продольные кольцевые акустические колебания на резонансной частоте ~1700 Гц (для воздуха), регистрируемые микрофонами. Для уменьшения влияния флуктуаций мощности лазеров ОА сигналы нормировались на сигналы с опорных измерителей мощности в каждом канале. Проба воздуха прокачивалась через обе ОА ячейки, подключенных параллельно. Отношение сигналов на двух длинах волн при одинаковых условиях измерений равно отношению сечений поглощения m для тестируемого вещества: $m = \sigma(9,55)/\sigma(9,27)$, дисперсия величины которого зависит от ряда факторов, и в условиях экспериментов не превышала $\pm 5\%$.

Проведенные эксперименты показали, что одновременная регистрация на двух или более длинах волн CO₂-лазера при наличии соответствующих баз данных дает возможность практически в реальном времени детектировать (на уровне ppt-ppb) и идентифицировать большое количество органических веществ, включая ряд ОВ.

Обсуждаются вопросы повышения точности измерений, алгоритмов идентификации веществ, состава необходимой базы данных и т.д.

Литература

1. А.И. Карапузиков, Ш.Ш. Набиев, А.И. Надеждинский, Ю.Н. Пономарев // Оптика атмосферы и океана. 2010. Т.23. №10. С.894-904.

ОЦЕНКА СОДЕРЖАНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В СОЛЕННЫХ ОЗЕРАХ ПРИИШИМЬЯ

В.Г. Катанаева, А.В. Селянин

ГОУ ВПО «Тюменский государственный университет», 625000, г. Тюмень, ул. Семакова 10
ОАО «Гипротюменнефтегаз», 625000, г. Тюмень, ул. Республики 62

Озерный фонд южной части Тюменской области богат и разнообразен, но используется не в полной мере. Особенностью озер южных районов Тюменской области является повышенная минерализация вод. Среди озер этой группы выделяются водоемы Сладковского района, имеющие более высокую минерализацию (до 10 г/л). В 80-е годы XX в. до 35% озер использовались рыбхозами, которые перестали существовать в 90-х годах. Для использования озерного фонда в настоящее время актуально исследование изменения гидрохимических показателей состава вод и оценка содержания токсичных тяжелых металлов, сведения о которых отсутствуют.

Наблюдения проводились в августе 2005 г. и сентябре 2010 г. на 27 озерах Сладковского района. Воды 20 озер по классификации Посохова относятся к соленым: в 15 озерах слабосоленоватая (1-3 г/л), а в 5 озерах – средне- и сильносоленоватая (3-10 г/л); в оз.Соленое вода представляет слабый рассол (57 г/л).

Исследованные озера относятся к группе «глухих» озер, и отсутствие проточности создает условия для засоления озер. Озера расположены на солончаковых и солонцовых почвах. Два последних года 2009 и 2010 гг. были засушливыми, что привело к значительному увеличению минерализации вод. В водах озер проведена оценка содержания наиболее токсичных тяжелых металлов (ТМ): железа, марганца, меди, свинца и кадмия. Определение ТМ проводили методом инверсионной вольтамперометрии.

Для оценки обогащения вод ТМ были рассчитаны кларковые концентрации ТМ (K_K). В водах озер лесостепной зоны выявлено превышение содержания ТМ по сравнению с кларком элементов в поверхностных водах: Mn в 18-180 раз; Cd – 5-25 раз; Cu – 1,4–21 раз; Pb - 3-14 раз. Для сравнения разнотипных вод рассчитаны коэффициенты обогащения (K_0) озерных вод относительно кларка подземных вод (нормирование по железу). Установлено, что воды соленых озер обогащены марганцем (K_0 1,4-105); кадмием (K_0 1,3-80); медью (K_0 1,5-63) и свинцом (K_0 1,6 – 21,9). В средне- и сильносоленоватых озерах коэффициент обогащения не превышает величин от 1,4 до 9. Выявлена закономерность: чем выше минерализация воды, тем меньше коэффициент обогащения. В 2010 г. в пробах, отобранных на 5 озерах, коэффициенты обогащения снизились и не превышали 1, за исключением оз. Большое, в котором K_0 снизились достаточно значительно, но остаются больше 1.

Корреляционный анализ концентраций ТМ в поверхностных водах показал, что отмечается высокая положительная линейная корреляция Mn, Cu, Cd, Pb, что связано с наличием одинаковых источников поступления этих металлов. Для железа отмечены высокие коэффициенты корреляции со всеми металлами при степенном типе зависимости. Между содержанием металлов в поверхностной воде и открытостью водоема для ряда озер установлена линейная связь, что указывает на возможность поступления металлов с атмосферными осадками. Основным источником питания озер являются подземные воды.

Регрессионные зависимости концентрации металлов от минерализации имеют высокие коэффициенты корреляции ($r \geq 0,89$) при степенном типе зависимости, за исключением железа. Для железа отмечена линейная зависимость ($r \geq 0,92$). Установлена зависимость содержания ТМ от цветности.

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ФОТОКАТАЛИТИЧЕСКОГО ОКИСЛЕНИЯ В СИСТЕМЕ УФ-НАНО-TiO₂-K₂Cr₂O₇ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ХПК

С.Ю. Кельина¹, Д.О. Цымбал¹, Ю.М. Дедков²

¹Национальный университет кораблестроения им. адм. Макарова, Украина, 54025, г. Николаев, пр. Героев Сталинграда, 9; sk21@rambler.ru

²Московский государственный областной университет, г. Москва, 105005, ул Радио, д.10а

Разработка новых условий окисления в аналитической практике, в частности, для определения ХПК является актуальной задачей. Одним из направлений современных исследований является применение гетеролитического фотокатализа в присутствии полупроводника – нано-TiO₂. В данном случае окислителем являются положительные вакансии – дырки (h^+ , E окисления достигает +3,5 В), образующиеся в валентной зоне оксида при освещении его лучами УФ диапазона. Одновременно электроны из этой зоны переходят в зону проводимости и, для предотвращения рекомбинации пары $\bar{e} - h^+$, в систему необходимо вводить более слабый химический окислитель для поглощения электронов (т.н. снейвинджер). Для этой цели мы исследовали поведение дихромата калия и оптимизировали условия фотокаталитического окисления в этой системе.

Источником излучения служила УФ-лампа марки OSRAM (9 W). Окисление осуществлялось в фоторекторе специальной конструкции. В качестве органического восстановителя использовалась глюкоза. Степень восстановления дихромат-иона определялась титрованием его остаточного количества в присутствии ферроина.

В реакционный сосуд поэтапно вводились: навеска катализатора, раствор дихромата калия, глюкоза, серная кислота для регулирования кислотности и дистиллированная вода до метки 50 см³. В реактор непосредственно вносилась УФ-лампа. Для поддержания постоянной температуры использовалась водяная баня, перемешивание осуществлялось с помощью магнитной мешалки.

Было изучено влияние следующих факторов – температуры, времени эксперимента, кислотности среды, количества катализатора, начальной концентрации дихромата калия.

Температура существенно влияет на скорость и полноту окисления глюкозы. Так, при $t = 25$ °С процесс практически не идет, при повышении температуры до 85...90 °С процент окисления линейно возрастает до 100 %. Оптимальное время процесса – 15 мин. Другим основным фактором, влияющим на полноту окисления является кислотность среды. Из литературы известно, что изоэлектрическая точка катализатора находится при $pH = 6,5$, в более кислых средах его поверхность заряжена положительно, что способствует сорбции дихромат-ионов на поверхности. С другой стороны, высокая кислотность среды способствует увеличению окислительной способности дихромат-ионов вследствие увеличения его потенциала. Оптимальным pH было выбрано 0,5. В процессе фотокатализа кислота расходуется для связывания электронов, поэтому целесообразно применять поэтапное введение H₂SO₄ в ходе эксперимента.

Оптимальная концентрация катализатора – 4 г/дм³. Начальная концентрация дихромат-иона должна не менее, чем в два раза превышать концентрацию восстановителя для поддержания высокого значения потенциала окисления и с учетом частичной сорбции его на поверхности катализатора (до 3,5 %), что может исказить результаты определения титрованием остаточного количества дихромат-ионов. Для низких значений ХПК (до 100) оптимальная концентрация K₂Cr₂O₇ составляет 0,01 М, для высоких значений ХПК (до 500) необходимо увеличивать начальные концентрации как дихромата (до 0,02 М), так и кислоты.

АНАЛИЗ РАДОНА-222 НА ТЕРРИТОРИИ АРХАНГЕЛЬСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОЙ АГЛОМЕРАЦИИ

Г.П. Киселев, А.В. Пучков, В.В. Крячюнас И.М. Киселева

Институт экологических проблем Севера УрО РАН, 163000, Набережная Северной
Двины, г.Архангельск, Россия, e-mail kiselevgp@yandex.ru

Облучение населения от естественных источников радиации является основным дозообразующим фактором и приводит к возникновению злокачественных опухолей.

Более половины дозы, получаемой от естественных источников радиации, обусловлено наличием радона и продуктов его распада в воздухе

В Российской Федерации в 2009г. были введены «Нормы радиационной безопасности 99/09», согласно которым при проектировании новых зданий жилищного и общественного назначения должно быть предусмотрено, чтобы среднегодовая эквивалентная равновесная объемная активность дочерних продуктов радона и торона в воздухе помещений не превышала 100 Бк/м³. В эксплуатируемых жилых и общественных зданиях среднегодовая эквивалентная равновесная объемная активность дочерних продуктов радона и торона в воздухе жилых и общественных помещений не должна превышать 200 Бк/м³. [2]

Начиная с 2008г. на территории Архангельской промышленной агломерации, включающей города Архангельск, Северодвинск и Новодвинск начался систематически контроль объемной активности радона-222 в воздухе подвальных помещений жилых и административных зданий, а также в почвенном воздухе на городских и прилегающих к ним территориях. Все работы осуществлялись сотрудниками лаборатории экологической радиологии Института экологических проблем Севера, аккредитованной в области радиометрического контроля по международному стандарту ИСО /МЭК 17025, 2005. В качестве средства измерения использовался радиометр радона РРА-01М-01. Радиометр позволяет определять объемную активность радона в пределах $20 \div 2 \cdot 10^4$ Бк/м³ с погрешностью не более 30%. Все работы проводились на основе аттестованных методик по определению объемной активности радона-222 в исследуемых средах. В общей сложности было обследовано 317 подвальных помещений жилых домов Проведены исследования объемной активности радона в почвенном воздухе в городах и прилегающих территориях. Произведено более 450 измерений. Полученные результаты варьируются в больших пределах, от 20 до 3016 Бк/ м³. Сделан вывод о необходимости проведения обширных и углубленных работ в Архангельской области и на Севере России.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСИ МЕТАНОЛА В СТЕКЛООМЫВАЮЩИХ ЖИДКОСТЯХ ДЛЯ АВТОМОБИЛЕЙ МЕТОДОМ ПЕРЕМЕННОТОКОВОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Д.Х. Китаева, И.В. Каранди, М.М. Бузланова

Институт элементоорганических соединений им. А.Н.Несмеянова РАН,
Россия, 119991, г. Москва, В-334, ул. Вавилова д.28

Незамерзающие жидкости для автостекол изготавливаются на основе изопропилового или этилового спирта. Кроме того, в их состав входят вода, гликоли, отдушки, красители и различные поверхностно-активные вещества. Использование метилового спирта запрещено ввиду его высокой токсичности. Однако имеют место случаи использования технических спиртов, содержащих метанол в концентрации, превышающей ПДК, либо случаи фальсификации данных композиций с заменой изопропанола или этанола на более дешевый метанол.

В настоящее время согласно ГОСТу метанол в спиртосодержащих жидкостях определяют хроматографическим методом. Нами была изучена возможность обнаружения метанола в стеклоочистительных жидкостях вольтамперометрическим методом с использованием более дешевого и доступного оборудования - полярографа ПЛС-2А. За основу анализа была принята вольтамперометрическая методика, разработанная для сточных вод предприятий газового комплекса [1], согласно которой метанол окисляли перманганатом калия в кислой среде в формальдегид, определяемый косвенным методом, после перевода в гидразон. Методика не требовала удаления кислорода перед полярографированием. Вольтамперограммы снимали в фосфатном буфере в трехэлектродной ячейке, рабочий электрод - стационарный ртутный электрод («висящая капля»), вспомогательный - графитовый, электрод сравнения - хлорсеребряный. Скорость развертки потенциала 50 мВ/сек, режим переменноточковый, амплитуда модуляции тока 25 мВ. Содержание метанола определяли по высоте пика при $E_{1/2} = -0,95$ В по калибровочному графику, который сохранял линейность в интервале 0 - 10 мг/л. Предел обнаружения метанола составлял 0,5 мг/л.

Анализ проводили на модельных смесях, полученных добавлением метанола в продажный стеклоомыватель, не содержащий его примеси. Исследовались смеси, содержавшие ~0,1% по объему (800 мг/л) и ~0,05% по объему (400 мг/л) - уровень ПДК для товаров бытовой химии. Спирты отгоняли из модельных смесей, собирая 1-ю фракцию с $T_{кип.} 60-98^{\circ}C$ в количестве около $\frac{3}{4}$ объема. После охлаждения добавляли дистиллированную воду и собирали 2-ю фракцию. Отгоны соединяли, хотя опыты показали, что количество метанола во 2-й фракции незначительно. Показано, что относительная ошибка определения метанола, введенного в модельные смеси, составляла от 5 до 9% (при $n = 4$, $P = 0,95$). В окисленных отгонах были обнаружены также ацетальдегид при $E_{1/2} = -1,13$ В и ацетон при $E_{1/2} = -1,30$ В, образующиеся при окислении этанола и изопропанола, которые не мешали определению формальдегида. Для сравнения был проведен анализ модельной смеси дистиллированная вода - метанол с такой же концентрацией метанола, и модельной смеси, полученной введением его в сточную воду института (не содержащую его примесей). Метанол в этих смесях также определялся с относительной ошибкой, не превышавшей 10 %.

Литература

1. А.Г.Дедов, Н.К.Зайцев, А.В.Павлюк Разработка метода оперативного аналитического контроля метанола и диэтиленгликоля в сточных водах предприятий газового комплекса. Рос.хим.ж., 2002, т.XLVI, №4, с. 28-33.

ПРИМЕНЕНИЕ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ АНИОНОВ В ПРОБАХ СНЕГОТАЛЫХ ВОД

В.В. Коковкин^{1,2}, В.Ф. Рапуста³, Е.В. Полякова^{1,2}, О.В. Шуваева^{1,2}, А.А. Юдина¹

¹Учреждение Российской Академии наук Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, 630090, Новосибирск, пр-т Акад. Лаврентьева, 3

²Новосибирский государственный университет, 630090, Новосибирск, ул. Пирогова, 2

³Учреждение Российской Академии наук Институт вычислительной математики и математической геофизики СО РАН, 630090, Новосибирск, пр-т. Акад. Лаврентьева, 6

Снег является удобным и весьма информативным индикатором загрязненности окружающей среды. Основными компонентами в снеге, определяющими антропогенную нагрузку, являются такие анионы как хлорид, сульфат, нитрат, нитрит, фторид, фосфат и др. Причем уровень концентраций данных компонентов может колебаться в пределах ppm – ppb. Современным инструментальным аналитическим методом, позволяющим определять данную группу компоненты в пробе на таких уровнях без применения особых процедур внешнего концентрирования, является капиллярный электрофорез. Однако для надежного определения данных компонентов в пробах необходим подбор условий детектирования.

В докладе представлены основные результаты по разработке методик определения перечисленных анионов в пробах снеготалых вод с низкой минерализацией с использованием капиллярного зонного электрофореза с косвенным спектрофотометрическим детектированием в режиме необращенного электроосмотического потока. В качестве электрофоретического буферного раствора использовали дихромат калия с рН = 7 – 9. Электрофореграммы регистрировали с применением систем капиллярного электрофореза Agilent 1600 и Капель 103-Р (НПФ «Люмэкс», Санкт-Петербург). Для уменьшения предела обнаружения использовали прием «стэкинга большого объема пробы». В результате достигнуты пределы обнаружения 0,005 – 0,05 мг/л для проб с минерализацией до 20 мг/л. Разработанная методика применена к определению компонентов снежных проб после их топления и последующего фильтрования.

Объектами исследования в данной работе были пробы снежного покрова, отобранные в сфере влияния крупных городов Западной Сибири (Новосибирск, Барнаул, Кемерово и Томск), включая как территорию городов (метеопосты), так и городские «факалы»; точечных (промышленные объекты, ТЭЦ, котельные) и линейных источников (автотрассы). Отбор проб осуществлялся в зимний период 2008/2009 и 2009/2010 гг. в соответствии с разработанными схемами, учитывающими географическое положение источников загрязнения, особенности рельефа местности, господствующее направление ветров и др.

По результатам определения химического состава проб построены зависимости пространственного распределения отдельных компонентов в районах источников загрязнения. Проведено моделирование с использованием разработанных математических моделей распространения в атмосфере полидисперсной примеси, построены карты выпадения примесей.

Работа выполнена в рамках междисциплинарного интеграционного проекта СО РАН №84.

МОНИТОРИНГ АНТРОПОГЕННЫХ ИСТОЧНИКОВ ПО СОСТАВУ СНЕЖНОГО ПОКРОВА

В.В. Коковкин^{1,2}, В.Ф. Ранута³

¹Учреждение Российской академии наук Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, 630090, г. Новосибирск, пр-т Акад. Лаврентьева, 3

²Новосибирский государственный университет, 630090 г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2

³Учреждение Российской академии наук Институт вычислительной математики и математической геофизики СО РАН, г. Новосибирск

Влияние антропогенных источников на окружающую среду определяется составом выбросов, их мощностью и проявляется в пространственно-временном изменении состава их вмещающих сред. Используя методологию планирования эксперимента на основе развитых в работе моделей распространения примесей от точечных, линейных и площадных источников, разработаны схемы отбора проб. Показано, что, используя ограниченное число проб, отобранных по специальному маршруту, можно восстановить картину загрязнения территории по уровням для каждого вида загрязняющих веществ, оценить общий выброс по отдельному компоненту и по их сумме, не располагая детальной информацией о характеристиках выбросов источника. Основные загрязнители окружающей среды, детектируемые в выбросах вышеназванных источников, — это тяжелые металлы, сульфаты и нитраты, являющиеся продуктами трансформации газовых предшественников (оксидов серы и азота), полиароматические углеводороды, белковые соединения и некоторые другие.

Отбор снежных проб в окрестностях антропогенных источников проводили в конце зимнего периода на участках с ненарушенным снежным покровом. В зависимости от типа источника точки отбора устанавливали на удалениях от источника, в пределах которых происходит максимальное выпадение выбросов. При выборе ориентации направлений маршрутного пробоотбора учитывали климатические характеристики местности в отношении повторяемости ветров.

В схемах химического анализа снежных проб учитывали природу определяемых компонентов. Перед определением неорганических компонентов основные процедуры состояли во взвешивании пробы, ее топлении, последовательном фильтровании через предварительно подготовленные бумажный и мембранный (\varnothing 0,45 мкм) фильтры. Определение макрокомпонентов растворов проводили методами атомной абсорбции в пламенном варианте (Na, K, Ca, Mg, Sr) и капиллярного электрофореза (Cl^- , NO_2^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , F^- , HPO_4^{2-}). Микроэлементный состав и в растворе и осадке определяли методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (Pb, Cu, Zn, Mn, Fe, Al и др.).

Основные процедуры пробоподготовки перед определением органических компонентов (полиароматических углеводородов) состояли в топлении пробы, измерении объема растаявшей пробы, добавки внутреннего стандарта в пробу, экстракции в несмешиваемый с водой органический растворитель (дихлорэтан или гексан), осушение и выпаривание растворителя, растворение осадка в ацетоне. Последующее определение ПАУ проводили методом хромато-масс-спектрометрии.

В докладе приведен обзор результатов по исследованию химического состава снежного покрова из окрестностей целого ряда источников топливно-энергетического комплекса (ТЭС, ТЭЦ и котельные), автотранспорт, промпредприятия, факельные выносы городов Новосибирска, Кемерово, Томска, Барнаула и др. на юге Западной Сибири за период 1995 – 2011 гг.

Работа выполнена при поддержке ИП СО РАН № 84.

НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ АЭРОЗОЛЕЙ КАК ПОКАЗАТЕЛЕЙ СОСТОЯНИЯ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ И ИСТОЧНИКА ЕЕ ЗАГРЯЗНЕНИЙ

Г.М. Колесов

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
г. Москва, 119991, ул. Косыгина 19, ГЕОХИ РАН; drKolesov@mail.ru

Из большого количества вещества, выпадающего ежегодно на Землю, примерно 60×10^{12} г или 10×10^6 г/см² поверхности приходится на аэрозоли, - взвешенные частицы разного состава, размера и формы. Это много, если учесть, что именно аэрозоли заметно влияют на погоду, на состояние атмосферного воздуха, окружающей среды и, в итоге, на здоровье людей.

Основными источниками атмосферных аэрозолей являются вулканы, разрушающиеся горные породы (и почвы), морская соль (особенно в прибрежных районах), пылевые бури, лесные пожары, а также промышленное производство и коммунально-бытовая деятельность. На долю последних в промышленных районах в настоящее время приходится до 75 % взвешенных атмосферных частиц, содержащих полихлорированные органические соединения, токсичные элементы и тяжелые металлы.

Аэрозоли постоянно мигрируют, и в зависимости от состава и массы часть из них высоко поднимается в воздух, переносится воздушными массами, выпадает или вымывается дождями.

Тропосферные аэрозоли, состоящие обычно из мелких частиц, изучаются преимущественно поляриметрически: устанавливается их размер, химический состав и оценивается число частиц в единице объема. Методы идентификации атмосферных аэрозолей более разнообразны и порой более затруднительны.

Для их исследования применяли метод нейтронно-активационного анализа. Был определен элементный состав аэрозолей из различных районов Мирового океана (Атлантического, Индийского Тихого), а также Северного Каспия, и, частично, г. Москвы. Для отбора проб использовали общепринятые нормы и правила (Фомин Г.С., Фомина О.Н. Воздух. Контроль загрязнений по международным стандартам. Справочник. М.:Протектор. 2002. 432с.).

Для идентификации возможных источников аэрозолей применяли коэффициент фракционирования ($K_{фр}$) = $(C_i/C_p)_{\text{образец аэрозолей}} / (C_i/C_p)_{\text{источника вещества}}$,

где C_i и C_p - концентрации i -го и p реперного элемента (в мкг/г) соответственно в аэрозолях и в источнике. В качестве реперных элементов использовали Na, Br, Al, Fe, Sc, Ti, K и Ca, Mg, Ba, Sr, отражающих присутствие морской соли; силикатных минералов и карбонатных пород, соответственно. Были определены также PЗЭ, Na, K, Rb, Cs, Ca, Sr, Ba, Cr, Fe, Co, Ni, Zn, Se, As, Sb, Th, U, Br, Hf, Ta, Zr, Au, Ag, Re и другие элементы (на уровне от 10^0 до 10^6 %).

Краткая процедура анализа следующая. Часть исследуемого фильтра (с известным объемом пропущенного воздуха), «холостой» фильтр и стандартный образец состава (массой порядка 20 мг) помещали в пакетики из Al-фольги, упаковывали в пенал и облучали в ядерном реакторе ИРТ-МИФИ потоком нейтронов 1.2×10^{13} нейтрон/см² с. Облученные образцы затем измеряли на полупроводниковом Ge - детекторе и 4096-канальном анализаторе амплитуд импульсов. Расшифровку гамма - спектров образцов и расчет содержания элементов (за вычетом фоновых концентраций) проводили в автоматическом режиме с использованием компьютерных программ.

Полученные результаты позволили оценить вклад основных природных и антропогенных источников в наблюдаемый элементный состав аэрозолей из изученных районов – морских, прибрежных, континентальных; они также могут быть использованы при выработке мероприятий по снижению возможных загрязнений, по улучшению качества атмосферного воздуха на конкретных территориях. Отдельные примеры приводятся и обсуждаются в докладе.

Работа выполнена при поддержке программы Президиума РАН № 8 (2009-2011 г., координатор программы – академик Ю.А. Золотов).

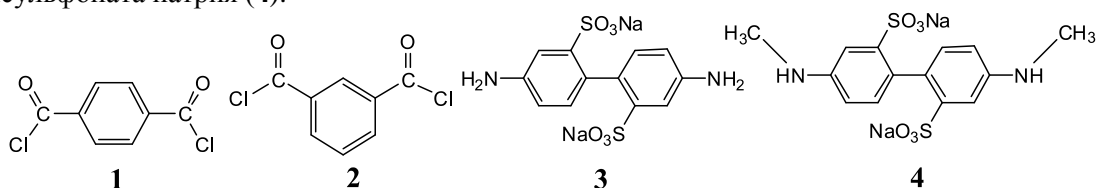
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕРЕФТАЛЕВОЙ, ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТ И СУЛЬФИРОВАННЫХ ПРОИЗВОДНЫХ БЕНЗИДИНА В ВОДЕ МЕТОДОМ ИОН-ПАРНОЙ ВЭЖХ

А.А. Колотвин

ООО «Контракт», 125047, г. Москва, Миусская пл., д.9, стр. 5

e-mail: kolotvin_alex@rambler.ru

В настоящее время водорастворимые ароматические сульфатсодержащие полиамиды нашли свое практическое применение в изготовлении мембран и синтезе лиотропных жидких кристаллов. Для синтеза данных полимеров используются следующие мономеры в различных соотношениях и комбинациях: дихлорангидриды терефталевой (**1**) и изотерефталевой кислот (**2**), а также сульфированные производные бензидина: 4,4'-диметиламинобифенил-2,2'-дисульфонат натрия (**3**) и 4,4'-бис(метиламино)бифенил-2,2'-дисульфоната натрия (**4**).



Некоторое количество мономеров, особенное, если они были взяты в избытке по отношению к компоненту противоположной природы, не вступает в реакцию поликонденсации и могут в силу различных причин в процессе выделения полимера из реакционной смеси, попадать в окружающую среду в виде водных растворов. Таким образом, задачей нашего исследования являлось разработка методики хроматографического определения соединения представленных выше в водном фильтрате, который образуется в процессе выделения и очистки полимера. Остаточные количества дихлорангидридов кислот определяли в виде их соответствующих кислот, т.к. дихлорангидриды карбоновых кислот легко подвергаются гидролизу в разбавленных водных растворах.

В работе использовали высокоэффективный жидкостный хроматограф Agilent 1100, оборудованный термостатом, вакуумным дегазатором и диодноматричным детектором. Для хроматографического разделения данных соединений использовалось градиентное элюирование в режиме ион-парной ВЭЖХ на колонке C18 (Reprosil-Pur Basic, Германия, размеры колонки 4.6 x 150мм, 5 мкм). В ходе оптимизации условий разделения соединений в качестве компонентов подвижной фазы использовались: ацетонитрил (А)-водный раствор тетрабутиламмония бромид (ТБА)(Б)-0.005 М фосфатный буфер pH=6.9-7.0 (В). В ходе проведенной оптимизации градиентного разделения, была выбрана следующая программа расхода компонентов подвижной фазы: 0-5 мин., 20%(А), 75%(Б), 5%(В); 5-20 мин., 90%(А), 5%(Б), 5%(В). При помощи диодноматричного детектора установлено, что длина волны $\lambda=245$ нм является оптимальной для данного анализа и позволяет определять мономеры с максимальной чувствительностью в водных растворах. Найденная программа градиентного элюирования позволяет полностью и с высокой эффективностью разделить хроматографические сигналы определяемых соединений, а также позволяет оценить содержание перешедших в водный раствор олигомеров и полимеров.

Литература

1. Федотов Ю.А., Смирнов Н.Н. Влияние строения полианионов ряда ароматических полиамидов, содержащих сульфо- и карбоксильные группы // Критические технологии. Мембраны. 2004. № 7. С. 29
2. Kasianova I., Kharatyiane E., Geivandov A., Palto S. Lyotropic liquid crystal guest-host material and anisotropic thin films for optical applications // Liquid Crystals. 2010. V. 37, N. 11. P. 1439

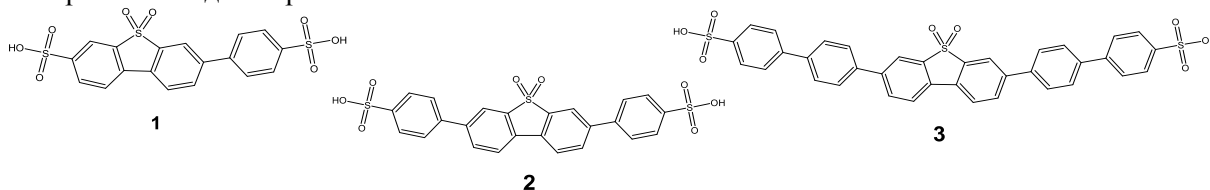
ОПРЕДЕЛЕНИЕ В ВОДНЫХ СРЕДАХ СУЛЬФИРОВАННЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ЛИНЕЙНЫХ П-ТЕРФЕНИЛСУЛЬФОНА, П-КВАТЕРФЕНИЛСУЛЬФОНА И П- СЕКСИФЕНИЛСУЛЬФОНА МЕТОДОМ ВЭЖХ

А.А. Колотвин

ООО «Контракт», 125047, г. Москва, Миусская пл., д.9, стр. 5

e-mail: kolotvin_alex@rambler.ru

Известно, что производные терфенила и кватерфенила с различными боковыми заместителями являются одними из наиболее перспективных жидкокристаллических соединений для создания различных ЖК композиций. Применение лиотропных жидких кристаллов в качестве покрытия в ЖК дисплеях является также перспективным направлением в данной области. В нашей лаборатории был синтезирован ряд сульфированных производных п-терфенилсульфона (1), п-кватерфенилсульфона (2) и п-сексифенилсульфона (3). Строение полученных соединений было подтверждено данными, полученными при помощи ПМР и масс-спектрологии. Было установлено, что данные соединения (см. рис.) в водных и водно-органических растворах проявляют свойства лиотропных жидких кристаллов.



Данные соединения хорошо растворимы в воде благодаря своей природе. Таким образом, при их синтезе в промышленных масштабах существует возможность попадание их в сточную канализацию и далее в открытые водоемы. Для разработки методики определения данных соединений в природных объектах необходимо вначале определить оптимальные условия хроматографического разделения.

Задачей исследования являлось разработка методики хроматографического определения представленных соединений ВЭЖХ методом. Исходные полиароматические сульфоны и соответствующие сульфированные производные разделяли, используя обращено-фазовый (ОФ) и ион-парный (ИП) режимы ВЭЖХ. Для разделения веществ использовалось градиентное элюирование, т.к. полярность исходных и финальных соединений сильно различается. В работе использовали высокоэффективный жидкостный хроматограф Agilent 1100, оборудованный термостатом, вакуумным дегазатором и диодноматричным детектором. В качестве модификаторов подвижной фазы в ОФ ВЭЖХ использовали фосфорную кислоты (рН=2.5) и перхлорат натрия (0.05-0.25 М). В качестве модификатора подвижной фазы в ИП ВЭЖХ использовали тетрабутиламмоний бромид (0.001-0.01М). В качестве органической составляющей подвижной фазы в обоих вариантах использовался ацетонитрил. При оптимизации условий хроматографического разделения использовалась колонка с сорбентом C18 (Luna 18(2), Phenomenex, размеры колонки 4.6 x 150мм, 5 мкм).

В ходе исследования было найдено, что оптимальная область детектирования изучаемых соединений находит в интервале длин волн (λ) 310-330 нм. Установлено, что оба варианта ВЭЖХ могут быть использованы для определения данных соединений в водных растворах. В ходе проведенного исследования найдено, что порядок элюирования разделяемых соединений одинаков в обоих ВЭЖХ вариантах, т.е. время удерживания возрастает с увеличением числа ароматических колец в молекуле ЖК.

Литература

1. Безбородов В. С., Лапаник В. И., Минько А. А. Люминесцентные жидкокристаллические соединения, излучающие в зеленой области спектра // Электроника. 2010. июнь., №3. С. 60-72

ШИРОКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДА КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА ДЛЯ АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Н.В. Комарова, С.С. Софронова

ГК Люмэкс 192029, г. Санкт-Петербург, пр. Обуховской Обороны, 70, корп. 2

Традиционными методами анализа ионного состава растворов являются титриметрия, фотометрия, ионная хроматография. В последние годы достойную конкуренцию им составляет экспрессный, простой и надежный метод – капиллярный электрофорез (КЭ). Разработанные и аттестованные ещё в 1999 году первые методики КЭ-определения щелочных и щелочно-земельных металлов (цезия, аммония, калия, натрия, лития, магния, стронция, бария, кальция), а также неорганических анионов (хлорид-, нитрит-, сульфат-, нитрат-, фторид-, фосфат-ионов) в природных, питьевых и сточных водах успешно внедрены в лаборатории экологического и санитарного контроля, получив статус ГОСТ Р и войдя в реестр ПНД Ф. Растущий опыт использования методик и многообразие матриц приводят к актуализации первоначального методического решения с проведением многочисленных исследований, направленных, в первую очередь, на изучение мешающего влияния матричных компонентов. Так, установлено, что определению неорганических анионов не мешают органические кислоты и нейтральные органические соединения. Растворимые карбонаты при соотношении массовых концентраций 1000:1 и катионы кальция и магния при соотношении концентраций 100:1 не мешают определению фосфатов. Мешающее влияние катионов алюминия и железа (III) при определении фосфатов устраняют путем добавления в анализируемую пробу трилона Б. При анализе некоторых реальных проб на электрофореграммах могут наблюдаться дополнительные пики, принадлежащие, в частности, оксалат- и формиат-ионам, и при значимом их присутствии в пробе рекомендовано использовать модифицированный ведущий электролит с целью устранения мешающего влияния при определении нитратов и фторидов, соответственно. За последнее время список определяемых компонентов и объектов анализа расширен. Разработана методика определения бромид- и йодид-ионов в пробах питьевых, природных и минеральных вод, при этом количественному определению бромидов не мешают хлориды при соотношении массовых концентраций вплоть до 1:4000. Периодически возникающий спрос на определение гербицидов класса 2,4-Д в водных объектах подкреплён ГОСТ Р на питьевую воду и аттестованной методикой на питьевые, природные и сточные. Одной из последних методических разработок является определение хлоритов, хлоратов и перхлоратов в питьевых водах регионов, где для обеззараживания вод используют гипохлорит натрия.

Водная методика определения анионов была адаптирована для анализа почв, глин, торфа, грунтов, осадков сточных вод, донных отложений, активного ила. С учетом состава данных типов проб, оптимизированы условия разделения, что позволило ввести в список определяемых компонентов не только неорганические анионы (хлориды, сульфаты, нитраты, фториды, фосфаты), но и органические (оксалаты, формиаты, ацетаты). Для перевода анионов из почвы в раствор предложена водная вытяжка в течение 30 минут при соотношении навески пробы и воды 1:5. Проведенные сравнения известных схем подготовки проб, в том числе описанных в действующих нормативных документах, показывают в ряде случаев противоречивые результаты, при этом спорными являются выбор экстрагента, соотношение массы навески пробы и раствора для извлечения, время получения вытяжки. Особенно остро вопрос стоит при попытке определения подвижных форм элементов (меди, цинка, кобальта, никеля и др.), для извлечения которых из почв рекомендовано использовать ацетатно-аммонийный буфер с pH 4.8.

РАЗРАБОТКА СПОСОБА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЛЕТУЧИХ ПРОДУКТОВ ДЕЗИНФЕКЦИИ В ВОДЕ ПЛАВАТЕЛЬНЫХ БАССЕЙНОВ, ОСНОВАННОГО НА СОЧЕТАНИИ МЕТОДОВ ТВЁРДОФАЗНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИИ И ГАЗОВОЙ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

А.О. Кондраков, Ф.Х. Фриммель, И.А. Ревельский

МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Кафедра аналитической химии, Лаборатория концентрирования, 119991, г. Москва, Ленинские горы, 1-3, 364

Летучие продукты дезинфекции, содержащиеся в обеззараженной воде, представляют большую опасность для организма человека, так как они попадают ингаляционным путем в кровь, в обход метаболизма в печени, и могут активироваться до канцерогенов. На данный момент существуют способы анализа только тригалогенметанов и галогенуксусных кислот. Большинство исследований посвящено разработке способов анализа образцов питьевой воды, однако отсутствуют работы, посвященные разработке способов анализа продуктов дезинфекции в воде плавательных бассейнов.

Целью настоящей работы являлась разработка способа качественного и количественного определения летучих продуктов дезинфекции в образцах воды из плавательных бассейнов, основанного на сочетании жидкостной экстракции и твердофазной микроэкстракции с методом ГХ/МС, а также исследование состава образцов воды плавательного бассейна и модельного реактора дезинфекции разработанным способом и стандартными методами.

Путем оптимизации условий твердофазной микроэкстракции и ГХ/МС определения разработан способ анализа 45 летучих продуктов дезинфекции в воде плавательного бассейна, пределы обнаружения составили 20-90 нг/л.

С помощью разработанного ТФМЭ-ГХ/МС способа анализа произведено качественное и количественное определение состава летучих органических веществ и, в частности, продуктов дезинфекции в реальных образцах воды плавательного бассейна. Из 45 вероятных продуктов дезинфекции водопроводной воды определено 8 соединений, включающих в себя, галогеннитрилы, галогенкетоны, галогентиофены, галогенксилол, циклический алифатический кетон и был впервые обнаружен представитель класса высокотоксичных летучих органических веществ - галонитрометанов. С помощью стандартных методов анализа и разработанного способа произведено изучение образцов вод плавательного бассейна и модельного реактора дезинфекции, показано, что преимущественными прекурсорами летучих органических продуктов дезинфекции являются антропогенные загрязнения.

МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ГИДРОСФЕРЫ КАК ОТКРЫТОЙ ДИНАМИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

В.Д. Корж

Учреждение Российской Академии Наук Институт Океанологии им. П.П. Ширшова
РАН, Россия, 117997, г.Москва, Нахимовский проспект, 36,
e-mail: okean41@mail.ru

Современные проблемы нахождения допустимых пределов воздействия техносферы на биосферу, оптимизации взаимодействия техносферы и биосферы, прогнозирования экологических последствий инцидентов в техносфере и организации реабилитации в послеаварийный период предъявляют качественно новые требования к знаниям. Для решения актуальных проблем экологии гидросферы разработаны новые методологические основы изучения глобальных геохимических циклов химических элементов, а также процессов миграции и трансформации веществ [1, 2].

Химический состав морей и океанов является результатом процессов миграции и трансформации вещества на биогеохимических барьерах река-море и океан-атмосфера, т.е. в местах "сгущения жизни". Стабильность этих процессов – главное условие стабильности экосистемы гидросферы. Критерием наиболее адекватно отражающим экологическое состояние гидросферы и ее отдельных частей может служить мера близости макрокинетических констант названных процессов, происходящих в **реальных условиях**, соответствующим константам определенным в **нормальных условиях** [3, 4].

Следовательно, результаты аналитических работ по элементному составу гидросферы могут быть адекватными при условии учета процессов в исследуемой системе (химических, биохимических, гидрологических и т.п.), проходящих с участием анализируемых химических элементов.

Эмпирическое обобщение результатов многочисленных анализов океанской и речной воды привело к построению геохимической системы растворенных форм элементов в гидросфере. Система учитывает динамику химических, биогеохимических и гидрологических процессов в гидросфере и обладает большими прогностическими возможностями [1-5]. Она может использоваться в качестве экологического стандарта гидросферы [5].

Литература

1. Корж В.Д. Геохимия элементного состава гидросферы. М.: Наука. 1991. 243 с.
2. Корж В.Д. Биогеохимические аспекты формирования элементного состава вод Мирового океана. // Проблемы биогеохимии и геохимической экологии. Труды Биогеохимической лаборатории. Т. 23. Москва: Наука. 1999. С.6-37.
3. Корж В.Д. Геохимические критерии оценки экологического состояния гидросферы. // Сибирский экологический журнал. 2001. Том 8. N.2. С. 223-230.
4. Korzh V. The general laws in the formation of the elemental composition of the Hydrosphere and Biosphere.// J. Ecologica, Vol. XV, 2008. P. 13-21.
5. Корж В.Д. Геохимическая система элементов в гидросфере как экологический стандарт// Специальный выпуск журнала «Известия Самарского научного центра РАН». Том 11, № 1 (7), 2009. С. 1492-1502.

О ХИМИЧЕСКОМ СОСТАВЕ ПИТЬЕВЫХ ВОД БРЯНСКОЙ ОБЛАСТИ И СОДЕРЖАНИИ В НИХ ЙОДА

*Е.М. Коробова, Э.М. Седых, Н.В. Корсакова, Н.П. Старшинова,
Л.В. Кригман, В.Ю. Березкин*

Учреждение Российской академии наук Ордена Ленина и Ордена Октябрьской революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН, 119991 г. Москва, ул. Косыгина, д. 19

Основная цель исследований – определение химического состава и содержания стабильного йода в питьевых водах, отобранных в населенных пунктах Брянской области, расположенных в разных зонах загрязнения радиоактивными изотопами йода при аварии на Чернобыльской АЭС, для оценки состава, уровня и вариабельности естественного поступления йода в местные рационы с питьевыми водами.

Отбор образцов был произведен в 2007-2010 гг. в хозяйствах 102 населенных пунктов, расположенных во всех районах Брянской области. Элементный состав вод определяли методом АЭС-ИСП на модернизированном полихроматоре ICAP-9000; содержание Cl^- , NO_3^- , HCO_3^- , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} – потенциометрическим методом с использованием ионоселективных электродов, потенциометрическим титрованием и методом спектрофотометрии. Йодид-ион определялся кинетическим роданидно-нитритным методом (Проскуракова, Никитина 1974). Чувствительность по йоду составляла 1 нг/мл, точность определения – в пределах 2-4%.

Анализ полученных данных показал, что по содержанию макро- и большинства микроэлементов питьевые воды в основном отвечают гигиеническим нормативным требованиям (ГН 2.1.5.1315-03), однако в некоторых пробах обнаружены элементы и ионы, содержание которых выходит за границы установленных интервалов. Превышение нормативных показателей обнаружено по алюминию. Его содержание в водах варьировало от 0,28 до 4,5 мг/л при норме 0,2 мг/л. В единичных пробах превышение гигиенических нормативов было установлено по марганцу (более 0,5 мг/л), железу (более 1 мг/л) и нитратам (более 45 мг/л). Средняя и медианная концентрации кремния находились на уровне ПДК (10 мг/л). Содержание иодид-иона в 125 пробах из 165 проанализированных (76%) не превышало 9,9 мкг/л при физиологически оптимальном интервале от 10 до 125 мкг/л.

Таким образом, первичный анализ данных показал низкую обеспеченность йодом питьевых вод, что может способствовать распространению явлений дефицита среди сельского населения. При медицинском обследовании населения, по-видимому, следует обратить внимание на возможность возникновения заболеваний, связанных с повышенным содержанием в питьевых водах алюминия. По общим показателям (жесткость, минерализация) воды соответствуют нормативам.

Прямой достоверной связи содержания йода с отдельными элементами и ионами по всему массиву данных установить не удалось, однако выявлены тенденции прямой связи содержания йода с общей минерализацией вод и обратной с соотношением в них элементов Ca/Na.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты № 07-05-00912 и 10-05-01148).

Литература

1. Проскуракова Г.Ф., Никитина О.Н. Ускоренный вариант кинетического роданидно-нитритного метода определения микроколичеств йода в биологических объектах. *Агрохимия*, 1976, 7, 140-143.

ТЯЖЕЛЫЕ МЕТАЛЛЫ В СНЕЖНОМ ПОКРОВЕ Г. ПЕРМИ

Е.Н. Коротаева, Л.И. Торопов

Пермский государственный университет, г. Пермь, ул. Букирева, 15

Снежный покров является исключительно благоприятным объектом для изучения загрязнения природной среды. Обладая высокой сорбционной способностью, снег способен захватывать во время снегопада существенную часть продуктов техногенеза из атмосферы и откладывать их на поверхности земли. Таким образом, в течение длительного времени (всего зимнего периода) загрязнение атмосферы как бы проецируется на однородном по свойствам естественном субстрате – снежном покрове, который сохраняет геохимическую информацию вплоть до начала снеготаяния.

В данной работе изучалось наличие нерастворимых и растворимых форм тяжелых металлов (ТМ – Zn, Co, Cd, Cr, V, Mn, Al, Sb, Bi, Pb, Ni, Cu) в снежном покрове районов г. Перми. Период накопления ТМ – 110 дней (2010 г). Для определения содержания тяжелых металлов в фильтрате и нерастворимой фракции атмосферной пыли были сняты атомно-эмиссионные спектры соответствующих проб с использованием метода добавок. Спектры фотографировали на спектрографе ДФС-452 (универсальный генератор УГЭ-4) через промежуточную круглую диафрагму при ширине щели 0,01 мм на фотопластинки марки ПФС–03 15 единиц ГОСТ. Время экспозиции – 40 с, при переменном токе 6 А. Математическая обработка данных проводилась по сервисной программе для обработки экспериментальных данных "Data Analyzer" (версия 4.0) с использованием интерполяционных кривых, полученных при построении исходных градуировочных графиков в координатах $\Delta S - I_{g_{Me}}$. Рассчитывались следующие параметры: суммарный показатель загрязнения, интенсивность поступления пыли, интенсивность поступления микроэлементов.

По суммарному показателю загрязнения, который за последние 10 лет увеличился более, чем в 3 раза, самыми загрязненными являются – Дзержинский, Индустриальный и Свердловский районы, менее загрязненным – Мотовилихинский, хотя уровень загрязнения остальных районов также весьма высокий.

Проведена сравнительная оценка запыленности районов города. Максимальный уровень запыленности в 2010 г зафиксирован в Мотовилихинском, Ленинском и Индустриальном районах. Минимальная запыленность наблюдается в Кировском районе. Запыленность города по сравнению с 2000 г увеличилась в 2 раза.

Наибольшая интенсивность поступления микроэлементов наблюдается в Индустриальном, Мотовилихинском и Ленинском районах, а минимальная – в Кировском. В 2010 г. по сравнению с 2000 г. уменьшились выбросы в атмосферу нерастворимых форм Pb в 1,5 раза и Cd в 13 раз. Но увеличились выбросы других исследуемых металлов от 2 до 18 раз.

Выявлены ряды интенсивности поступления ТМ во все районы г. Перми в 2010 г. Установлено, что преимущественно в окружающую среду города поступают медь, хром, марганец и цинк.

В результате исследования определены районы города, подверженные максимальному техногенному воздействию, выявлены приоритетные металлы-загрязнители города, установлены ряды интенсивности поступления микроэлементов по районам. В целом уровень загрязнения г. Перми по суммарному показателю загрязнения для нерастворимых и растворимых форм ТМ охарактеризован как "очень высокий".

ПРОТОЧНО-ИНЖЕКЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММЫ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ С ПОМОЩЬЮ РЕАКТИВА ПАР

Л.А. Костерева, А.В. Мозжухин, А.Л. Москвин, Е.В. Телегина
ЗАО НПО «Гранит-НЭМП», Санкт-Петербург, ул. Госпитальная, д.3

Содержание тяжелых металлов является одним из основных показателей качества природных вод, исходя из чего, разработка скрининговых методов определения данного показателя представляется в достаточной степени актуальной. В связи с этим, интерес представляют неспецифические реагенты для определения содержания тяжелых металлов, такие ПАР, ПАН, дитизон и т.д.

Целью настоящей работы является изучение возможности определения содержания основных тяжелых металлов с помощью реактива ПАР в проточно-инжекционном режиме в природных водах.

Определены оптимальные условия проведения реакции тяжелых металлов с ПАР. В этих условиях получены коэффициенты экстинкции для комплексов тяжелых металлов с ПАР: никеля, марганца, железа II, железа III, кобальта, кадмия, свинца, меди II.

Получены градуировочные зависимости для рассмотренных металлов. В качестве градуировочной зависимости, характеризующей содержание суммы тяжелых металлов, выбрана зависимость для иона железа II. Предел обнаружения 2,5 мкг/дм³, диапазон измерения 10 – 200 мкг/дм³.

Предложены две схемы определения тяжелых металлов: проточно-инжекционная с временем одного анализа около трех минут и непрерывный анализ с дополнительным учетом неспецифического поглощения природных вод, обусловленных цветностью и мутностью.

Проведенные испытания обеих схем на природных водах показали, что реагент ПАР может применяться для определения суммы тяжелых металлов как в проточно-инжекционном, так и непрерывном режиме в диапазоне 10 – 200 мкг/дм³.

ПРОТОЧНО-ИНЖЕКЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММЫ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ С ПОМОЩЬЮ РЕАКТИВА ДИТИЗОН

Л.А. Костерева, А.В. Мозжухин, А.Л. Москвин, Е.В. Телегина
ЗАО НПО «Гранит-НЭМП», Санкт-Петербург, ул. Госпитальная, д.3

Целью настоящей работы является изучение возможности определения основных тяжелых металлов с помощью неспецифического реактива дитизон в проточно-инжекционном режиме в природных водах.

Рассмотрены возможности применения для определения тяжелых металлов растворов дитизона в хлороформе и воде, с последующей экстракцией образующегося комплекса хлороформом. Определены оптимальные условия проведения реакции тяжелых металлов с дитизоном. В этих условиях получены коэффициенты экстинкции для комплексов тяжелых металлов с дитизоном: никеля, кобальта, кадмия, свинца, меди II. Выявлено, что железо II и железо III в выбранных условиях не образуют комплекса с дитизоном.

Получены градуировочные зависимости для рассмотренных металлов. В качестве градуировочной зависимости, характеризующей содержание суммы тяжелых металлов, выбрана зависимость для смеси равных концентраций ионов меди и цинка. Предел обнаружения $0,3 \text{ мкг/дм}^3$, диапазон измерения $2 - 200 \text{ мкг/дм}^3$.

Предложена схема проточно-инжекционного определения тяжелых металлов с водным раствором дитизона и регенерацией хлороформа с использованием колонки с активированным углем.

Рассмотрена схема непрерывного определения содержания тяжелых металлов с дитизоном. Проверка схемы показала, что на результат измерения не влияет цветность и мутность пробы, что делает возможным применение данной схемы для анализа природных вод.

Исследования показали, что дитизон может быть применен для определения суммы тяжелых металлов как в проточно-инжекционном, так и непрерывном режиме в диапазоне $2 - 200 \text{ мкг/дм}^3$. Предпочтительной схемой для исследования акваторий является схема непрерывного анализа, позволяющая получить наиболее полную информацию об их состоянии.

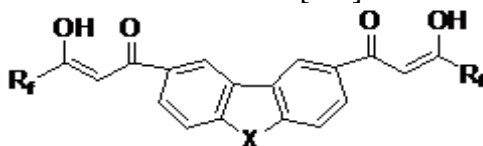
НОВЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ РЕАГЕНТЫ И МЕТОДЫ ИММУНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО ЭКОЛОГИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Т.С. Кострюкова^{1,2}, Н.С. Осин², Н.П. Ивановская², Д.В. Романов², Н.В. Васильев^{1,2}
¹ГОУВПО Московский государственный областной университет, г. Москва,
ул. Радио10а.

²ГНЦ ФГУП Государственный научно-исследовательский институт
биологического приборостроения, г. Москва, Волоколамское ш., 75, к.1.

Диагностика экологически обусловленных патогенов, например возбудителей болезни Лайма (клещевого боррелиоза), перинатальная диагностика врожденных аномалий и т.д. определяет повышенные требования к чувствительности и экспрессности методов иммунофлуоресцентного анализа. Возможности создания высокочувствительных флуоресцентных биочипов для медико-биологического применения определяются комплексом параметров используемых аналитических реагентов. Одним из основных направлений в иммунофлуоресцентном анализе является использование меток на основе комплексов лантаноидов. Чаще всего в настоящее время в клиниках применяются гексадентатные комплексы 2-нафтоилтрифторацетона с европием, которые уже не соответствуют современным требованиям аналитического определения биоаналитов. Это предопределяет разработку новых эффективных аналитических реагентов и методов их использования в иммунофлуоресцентном анализе.

В последние годы нами разработаны реагенты для иммунофлуоресцентного анализа, отличающиеся своими люминесцентно-спектральными свойствами и устойчивостью их комплексов с ионами Eu^{3+} [1-3].



**X: O, S, NH, NEt;
R_f (CF₂)_nY, где Y: H, F, Cl, COOAlk, OR; n: 1-6**

Особенно интересны комплексы с ионами Eu^{3+} соединений на основе карбазола (X: NH, NR), которые обладают константами устойчивости $\geq 10^{11}$ л/моль, максимумами полос поглощения ≈ 380 - 390 нм и большими временами жизни люминесценции. Повышение стабильности относительно моно- β -дикетонатов достигается благодаря наличию дополнительных хелатирующих β -дикетонатных групп.

В настоящее время разработаны ковалентные и сорбционные методы инкорпорирования исследуемых флуорогенов в наноматрикс органической и неорганической природы.

Более длинноволновое поглощение разработанных аналитических реагентов позволяет использовать дешевые светодиодные источники излучения, что обусловило создание перспективной технологии «ФОСФАН» и биочип-анализатора «Диагем» (А.С.Соколов).

Литература

1. Романов Д.В., Васильев Н.В., Лямин А.И., Ивановская Н.П. и др. //Известия РАН. сер.хим., 2006, № 2, с.269-73.
2. Романов Д.В., Осин Н.С., Васильев Н.В. Ивановская Н.П. и др. / Пат. РФ № 2373200. Оpubл. 20.11. 09г., Бюл № 32.
3. Романов Д.В., Осин Н.С., Васильев Н.В. Ивановская Н.П. и др. / Пат. РФ № 2296756. Оpubл. 10.04.07г. Бюл № 10.

ОЦЕНКА ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ МАЛЫХ РЕК

Д.А. Крамер, И.О. Тихонова

Российский химико-технологический университет им. Д.И.Менделеева,
125047 г. Москва, Миусская пл., д. 9

Донные отложения являются важной характеристикой водных экосистем. В большинстве водных систем концентрации элементов в верхних слоях донных отложений намного выше, чем концентрации их же, растворенных в толще воды; к тому же, они могут рассматриваться как один из главных источников вторичного загрязнения водной среды и их необходимо исследовать для определения путей потенциальной геохимической миграции загрязняющих веществ. Целью настоящей работы являлась оценка загрязненности донных отложений некоторых малых рек г. Москвы на территориях с различной антропогенной нагрузкой.

При оценке уровня загрязненности донных отложений существует несколько подходов, наиболее распространенным является сравнение полученных массовых концентраций тяжелых металлов со значением величин кларка, фоновыми концентрациями, или с другими ранее полученными натурными данными. Мерой уровня загрязненности в этом методе служит коэффициент обогащения, показывающий во сколько раз содержание тяжелых металлов в донных отложениях превышает их кларковые или фоновые значения.

Для оценки загрязнения водоемов нами была выбрана методика, основанная на расчете коэффициента загрязнения C_f , который характеризует загрязнение акватории как отдельными веществами, так и их суммарным воздействием посредством определения степени загрязнения C_d , квалифицирующей общее загрязнение водного объекта исследуемыми веществами.

$$C_f = C^i_{0.5} / C^i_n$$

Степень загрязнения C_d определялась как сумма всех коэффициентов загрязнения C_f (тяжелые металлы/нефтепродукты) для конкретной исследуемой реки.

Для оценки загрязнения токсичными веществами малых рек г. Москвы – Нищенки, Котловки и Городни - определены значения C_f по тяжелым металлам (Cu, Zn, Pb, Cd, Ni, Mn) и по содержанию нефтепродуктов. Использование указанного перечня показателей для определения интенсивности загрязнения обусловлено высокой токсичностью этих веществ для гидробионтов, а также наличием данных об этих веществах. На Рис.1 приведены данные о степени загрязнения реки Нищенки, испытывающей наибольшую антропогенную нагрузку.

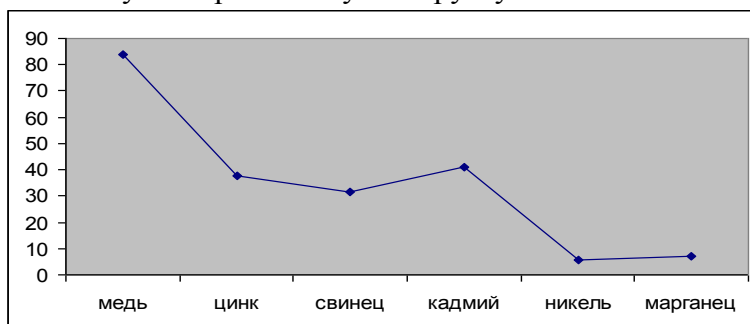


Рис. 1. Степень загрязнения C_d р. Нищенка тяжелыми металлами является высокой (>24); наибольшие коэффициенты загрязнения отмечены для меди.

МЕТОДОЛОГИЯ МОНИТОРИНГА СОСТОЯНИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ В РАЙОНАХ ПАДЕНИЯ ОТДЕЛЯЮЩИХСЯ ЧАСТЕЙ РАКЕТ-НОСИТЕЛЕЙ

П.П. Кречетов, Т.В. Королева, О.В. Черницова
Географический факультет МГУ имени М.В.Ломоносова,
119991, г. Москва, Ленинские горы, д.1

Мониторинговые наблюдения в районах падения отделяющихся частей ракет-носителей (РП ОЧ РН) проводятся на двух уровнях:

1. Мониторинг состояния экосистем и их компонентов при импактном воздействии на месте падения фрагментов. Площадь обследования при этом ограничивается зоной видимого воздействия на месте падения ОЧ РН.

2. Мониторинг состояния экосистем и их компонентов на региональном уровне. В данном случае, подразумевается контроль загрязнения на всей территории РП ОЧРН.

Каждому уровню мониторинга соответствуют специально разработанные программы наблюдений, которые формируются по принципу выбора приоритетных (подлежащих первоочередному определению) загрязняющих веществ и интегральных (отражающих группу явлений, процессов или веществ) характеристик. На основе сравнительного анализа и систематизации результатов оценки состояния природных и нарушенных в результате ракетно-космической деятельности экосистем разработана методология мониторинга состояния окружающей среды в районах падения отделяющихся частей ракет-носителей.

По результатам данных лабораторных и полевых экспериментов проведено определение параметров состояния экосистем и их компонентов на фоновых и техногенно-трансформированных территориях. Из большого числа характеристик состояния экосистем и их компонентов в качестве показателей используются наиболее информативные. В качестве критериев состояния, как правило, используются не абсолютные значения показателей, а их изменение по отношению к исходному или принимаемому за контроль состоянию. Для каждого показателя предложено выделять не менее пяти стадий состояния экосистем: от ненарушенных (отклонение свойств которых находится в пределах природной вариабельности) до очень сильно измененных, снижение продуктивности которых достигает 75% и более.

Поскольку РП ОЧ РН характеризуются многообразием ландшафтов, при выборе точек мониторинга учитываются природные особенности территории и направление миграционных потоков загрязняющих веществ в ландшафте.

Проведение мониторинговых наблюдений сопровождается накоплением больших объемов пространственно распределенной информации, для обработки которой необходимо использование электронных баз данных (БД) и геоинформационных систем. В электронных БД хранятся как результаты обследований РП ОЧ РН, выполняемых при сопровождении пусков ракет-носителей, так и данные мониторинговых наблюдений. В геоинформационные системы включены разнообразные картографические слои, характеризующие ландшафтные особенности территорий, и показатели, отражающие состояние компонентов экосистем.

Полученная в результате проведения экологического мониторинга геохимическая информация позволяет оценить взаимосвязи между отдельными зонами повреждений и состоянием исходных природных систем, предвидеть направления пространственных градиентов их трансформации, выделять узлы наиболее интенсивной перестройки и деградации.

МИКРОЭКСТРАКЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ ТОКСИКАНТОВ ИЗ ВОДЫ С ДИСПЕРГИРОВАНИЕМ «ЛЕГКИХ» ЭКСТРАГЕНТОВ

В.А. Крылов^{1,2}, А.В. Крылов¹, Л.В. Бочкарева¹, О.Ю. Чернова², Л.Б. Нуштаева²

¹Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского
603950 ГСП-20, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, д. 23

²Институт химии высокочистых веществ Российской академии наук
603950 ГСП-75, г. Нижний Новгород, ул. Тропинина, д. 49

В настоящее время антропогенная нагрузка на объекты окружающей среды неуклонно возрастает. Наличие высокотоксичных веществ в объектах окружающей среды оказывает негативное воздействие на живые организмы. В связи с этим, содержание экотоксикантов в объектах окружающей, в том числе в различных водах, нормируется на очень низких уровнях, порядка 10^{-3} – 10^{-5} мг/л. Прямое определение столь низких концентраций весьма сложно, поэтому необходимо проводить концентрирование примесей из пробы.

В последние несколько лет все больший интерес вызывают нетрадиционные методы концентрирования, в частности метод микроэкстракционного концентрирования. Классическая жидкостно-жидкостная макроэкстракция имеет существенные недостатки: использование больших объемов дорогостоящих и токсичных растворителей; образование эмульсий; трудности автоматизации. Серьезной проблемой является утилизация токсичных экстрагентов, объемы которых могут достигать десятков-сотен миллилитров. Эффективность концентрирования с помощью традиционной жидкостно-жидкостной экстракции часто оказывается недостаточной. Микроэкстракционное концентрирование, особенно с диспергированием экстрагента, является экономически и экологически более выгодным методом. Оно позволяет проводить высокоэффективное концентрирование с использованием микролитровых количеств экстрагента за относительно короткий промежуток времени - порядка нескольких минут.

Наибольшие успехи микроэкстракционного концентрирования с диспергированием экстрагента достигнуты с применением экстрагентов большей, чем анализируемые водные растворы плотности. Из легких экстрагентов применяются спирты C_{10} – C_{12} , а также *n*-гексадекан с температурами плавления на уровне комнатной (7 – $25^{\circ}C$). После отверждения их можно отделить от раствора и подвергнуть анализу. Классические экстрагенты – углеводороды C_5 – C_8 , бензол и его гомологи не применяются. Это связано с тем, что микрообъемы «легких» экстрагентов распределяется по поверхности воды в виде тончайшей пленки, которую весьма непросто собрать для анализа. Нами впервые предложено и реализовано на практике микроэкстракционное концентрирование с диспергированием «легких» экстрагентов с применением капиллярного выделения экстрактов. Предложенный метод позволяет собирать экстракты объемом 4-5 мкл. На примере концентрирования летучих галогенорганических соединений, полициклических ароматических углеводородов и полихлорированных бифенилов продемонстрирована высокая эффективность метода – достигнуты коэффициенты концентрирования этих веществ, равные 30–290, пределы обнаружения составили 1×10^{-4} – 5×10^{-6} мг/л.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ С ПОМОЩЬЮ БИОСЕНСОРОВ НА ОСНОВЕ БАКТЕРИАЛЬНЫХ И ДРОЖЖЕВЫХ КУЛЬТУР

Т.Н. Кувичкина, А.Н. Решетилов

Институт биохимии и микробиологии им. Г.К. Скрыбина РАН,
пр. Науки 5, г. Пущино Московской области, 142290, Россия

В условиях развития промышленности, которая привела к накоплению чужеродных для экосистем соединений, негативно воздействующих на человека и окружающую среду, представляют интерес методы, позволяющие осуществить экспресс-оценку качественных и количественных параметров загрязнений. Традиционные методы определения, используемые в стационарных лабораториях (масс-спектрометрия, высокоэффективная хроматография высокого давления и др.) достаточно эффективны, но довольно дороги, требуют наличия сложного оборудования. Поэтому разработка альтернативных методов определения загрязнителей водной среды имеет значение. Предъявляемым требованиям удовлетворяют биосенсоры – аналитические устройства, позволяющие определять концентрацию искомого низкомолекулярного органического соединения. Наши работы посвящены биосенсорам амперометрического типа, использующим кислородный электрод в качестве физического преобразователя. Основой рецепторного элемента служили иммобилизованные клетки микроорганизмов. В работе представлены результаты, полученные авторами в области создания биосенсоров амперометрического типа (исследования выполнялись в лаборатории биосенсоров Учреждения Российской академии наук Института биохимии и физиологии микроорганизмов им. Г.К. Скрыбина РАН, г. Пущино).

Целью работы являлась разработка моделей электрохимических биосенсоров на основе иммобилизованных клеток микроорганизмов для определения метилового спирта, тиодигликоля (бета, бета-диоксидиэтилсульфида), фенола, 2,4-динитрофенола, *n*-толуолсульфоната и загрязненности воды легкоокисляемыми органическими соединениями по биологическому (биохимическому) потреблению кислорода.

Для выполнения поставленной цели было использовано свойство микроорганизмов окислять низкомолекулярные органические субстраты растворимые в воде с потреблением молекулярного кислорода. Микроорганизмы выращивали при глубинном культивировании в периодических условиях в колбах на качалке. Выращенную биомассу отделяли центрифугированием, промывали буфером. Далее биомассу ресуспендировали в подходящем буфере и наносили на носитель (иммобилизация методом физической адсорбции), подсушивали и фиксировали на кислородном электроде. Амплитуда сигнала или максимальная скорость реакции при этом зависит от концентрации анализируемого вещества в измеряемом образце.

Разработаны модели микробных сенсоров для определения метилового спирта на основе метилотрофных дрожжей *Pichia angusta* ВКМ Y-2559, тиодигликоля (бета, бета-диоксидиэтилсульфида) на основе бактериального штамма *Alcaligenes xylosoxydans subsp. denitrificans* TD 2. Так же разработаны биосенсоры для определения: моноароматических соединений фенола на основе грам-положительных бактерий штамма 32-1; 2,4-динитрофенола на основе штамма бактерий *Rhodococcus erythropolis* HL PM-1, *n*-толуолсульфоната на основе бактериального штамма *Comamonas testosteroni* BS 1310 (pBS 1010) и загрязненности воды легкоокисляемыми органическими соединениями по биологическому (биохимическому) потреблению кислорода на основе дрожжевой культуры *Arxula adeninovorans* ВКМ Y-2636.

ДИОКСИНЫ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ЮЖНОГО БАЙКАЛА, ОТОБРАННЫХ НА ПОДВОДНЫХ АППАРАТАХ «МИР 2»

*М.И. Кузьмин¹, Е.Н. Тарасова¹, А.А. Мамонтов¹, Е.А. Мамонтова¹,
Е. Черняев², З. Амирова³*

¹ГУ РАН Института геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, 664033, Россия, г. Иркутск, ул. Фаворского, 1 А

²ГУ РАН Института океанологии им. П.П.Ширшова РАН, 711799 Россия, г. Москва, Нахимовский проспект д.36

³ГУ БРЭЦ, 450075, Россия, г. Уфа, пр. Октября, 147

Изучение проблемы диоксинов и родственных соединения (полихлорированные дибензо-пара-диоксины (ПХДД), полихлорированные дибензофураны (ПХДФ) и диоксиноподобные полихлорированные бифенилы (ПХБ)) в оз. Байкал и Байкальском регионе было начато в начале 1990-х годов (Тарасова и др., 1997; Мамонтов, 2001; Mamontov et al., 2000 и т.д.). По уровням ПХДД/Ф и ПХБ в жире нерпа оз. Байкал была сравнима с тюленями Балтийского моря (Тарасова и др., 1997; Mamontov et al., 1997).

В июле 2010 года с помощью глубоководного обитаемого аппарата "МИР 2" были повторно отобраны донные отложения в районе сброса сточных вод БЦБК. Отбор проб осуществлялся сачком с глубин 75 и 205 м и круглым пробоотборником с глубин 100 и 295 м, т.е. в первом случае отбирался поверхностный слой, отражающий относительно недавнее воздействие, а во втором случае – захватывались более глубокие слои. Анализ 2,3,7,8-хлорзамещенных ПХДД/Ф и по- и мо-ПХБ проводился в лаборатории БРЭЦ по методам: 1613 и 1668 US EPA..

Уровни эквивалентов токсичности (ТЕQ) ПХДД/Ф в донных отложениях около БЦБК изменялись от < 0,02 до 2,36 пг ТЕQ-ВНО/г сухого веса, что соответствует значениям 1997 года (0,25 – 3,4 пг ТЕQ/г (Грошева и др. 1998)), это говорит о высокой стабильности данных соединений и сохранении прежней ситуации с загрязнением диоксинами и родственными соединениями экосистемы Байкала, что и в 1990х гг. ТЕQ диоксинов в донных отложениях около БЦБК выше, чем в дельте р. Селенги и в донных отложениях Северного Байкала (Мамонтов, 2001). В пробах 2010 года, отобранных сачком, ТЕQ уменьшаются по мере удаления от берега или места сброса. Такую же картину наблюдали в 1997 году Е.И. Грошева с соавторами (1998). Распределение ТЕQ по-ПХБ и мо-ПХБ отличается от распределения ТЕQ ПХДД/Ф. Наибольшие концентрации найдены в точках 205 и 295 м (0,54 и 0,57 пг ТЕQ/г). ТЕQ по-ПХБ в донных отложениях около БЦБК выше, чем в Селенгинском мелководье (0,006 пг ТЕQ/г) (Мамонтов, 2001). Полученные уровни ТЕQ ПХДД/Ф в донных отложениях в районе БЦБК сравнимы и выше, чем в исследованиях по влиянию ЦБК на содержание диоксинов в донных отложений р. Северная Двина в Архангельской области (Юфит и др., 1994). Они также сравнимы и/или ниже величин в небольших пресноводных озерах Финляндии, Норвегии, Швеции (АМАР, 1998), континентальных озерах США (Cleverly et al., 1995) и в морских донных отложениях (АМАР, 1998). Полученные уровни ТЕQ ПХДД/Ф в районе БЦБК на Байкале ниже, чем в поверхностных донных отложениях Балтики (Kjeller, Rappe, 1995). Известно, что донные отложения являются источниками вторичного загрязнения водоемов. Для оконтуривания зоны загрязнения диоксинами и родственными соединениями на современном этапе необходим отбор проб с поверхности на большей акватории озера, для рассмотрения картины распределения в прошлом необходим отбор в южном Байкале донных отложений по глубине с определением возраста. Финансирование аналитических работ в БРЭЦ осуществлено Отделением международной неправительственной некоммерческой организацией «Совет Гринпис» - ГРИНПИС.

МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ВОДЫ

Н.К. Куцева, А.В. Карташова, А.В. Чамаев
ЗАО «РОСА» 119297, г. Москва, ул.Родниковая, д.7, стр.35

Одной из основных задач, решаемых на основе результатов анализа воды, является определение соответствия вод различных типов установленным требованиям. Контроль качества питьевых, природных и сточных вод относится к сфере обязательного государственного регулирования обеспечения единства измерений. Это означает, что лаборатория, выполняющая такие исследования, должна быть аккредитована на техническую компетентность и использовать «методы испытаний, включая методы отбора образцов, которые отвечают потребностям заказчиков и пригодны для предпринимаемых испытаний. Преимущественно следует использовать методы, приведенные в международных, региональных (межгосударственных) или национальных стандартах» (ГОСТ Р 17025-2006). При выборе методик анализа воды лаборатории необходимо руководствоваться положениями ГОСТ 8.556-91 и ГОСТ Р 51232-98: об использовании метрологически аттестованных методик; об обеспечении обнаружения определяемого компонента на уровне половины ПДК. Кроме того, погрешность применяемой методики не должна превышать значений, установленных ГОСТ 27384-2003.

Для анализа различных типов вод используются методики в ранге ГОСТов, РД, МУК, ПНД Ф, ФР и проч.

Подготовкой ГОСТов по анализу воды занимается технический комитет ТК 343 «Качество воды». В настоящее время действует около 60 ГОСТов на методики анализа воды и отбор проб воды. Некоторые ГОСТы устарели как в части технического выполнения процедур анализа, так и с точки зрения метрологического обеспечения и требуют пересмотра. Стандарты, утверждённые в последние годы, посвящены современным методам анализа, а работа по пересмотру действующих документов ведётся слабо вследствие отсутствия финансирования.

Активным разработчиком методик анализа воды является Гидрохимический институт Федеральной службы по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (г. Ростов-на-Дону). Силами ГУ ГХИ разработано 128 методик анализа поверхностных вод, включенных в Федеральный перечень МВИ (серия РД 52.24...), допущенных к применению при выполнении работ в области мониторинга загрязнения окружающей среды.

Число действующих методик определения показателей качества воды в ранге МУК (Роспотребнадзор) не более 50. Однако, методики химического анализа этого ведомства широкого распространения не получили.

Наиболее широко для анализа воды применяются методики в ранге ПНД Ф. В целях осуществления единой научно-технической политики в области экологического контроля на территории Российской Федерации реестр ПНД Ф ведёт ФГУ «ФЦАО» Росприроднадзора. В настоящее время реестр насчитывает более 200 методик анализа воды, причём методики постоянно актуализируются и их перечень дополняется.

В соответствии с действующими требованиями для целей экологического контроля воды допускается использование любых аттестованных в установленном порядке методик анализа, поэтому помимо перечисленных методик в практике аналитических лабораторий широко используются методики, разработанные крупными аналитическими лабораториями и производителями аналитического оборудования: ЗАО «ЦИКВ»; ЗАО «РОСА», группой компаний «Люмэкс» и пр. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений Росстандарта включает около 400 методик анализа воды (шифр методик ФР ...).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ НЕПТУНИЯ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ

Е.А. Лавринович, А.Н. Могилевский, А.П. Новиков, Ю.И. Фабелинский

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского
Российской Академии Наук, 119991, г. Москва, ул. Косыгина, 19

Нептуний характеризуется высокой подвижностью в биосфере, что приводит к его накоплению в растениях, сельскохозяйственных продуктах, биоорганизмах и миграции по пищевым цепочкам. В результате дозовая нагрузка от воздействия нептуния представляет большую потенциальную опасность для человека. Известные методы определения нептуния, имеющего большой период полураспада, сложны и, в ряде случаев, недостаточно чувствительны. Кроме того пробы нуждаются в очистке от других химических элементов.

В ГЕОХИ РАН разработан и используется высокочувствительный метод определения актинидных элементов по люминесцентному излучению специальных кристаллофосфоров, активированных этими элементами. Метод особенно удобен при анализе природных объектов, поскольку при его использовании не требуется предварительное отделение от других актинидных элементов, а также очистка пробы от щелочных, щелочно- и редкоземельных элементов. Люминесценция возбуждается ультрафиолетовым облучением специально подготовленного кристаллофосфора. Для нептуния в качестве кристаллофосфора целесообразно применять молибдат свинца.

Для надежного определения нептуния в природных водах разработаны способы его селективного выделения из большого объема воды. В сообщении приведены результаты исследований по выделению и концентрированию нептуния в грунтовых водах с использованием твердофазной экстракции, комплексообразовательной ультрафильтрации с полиэтиленимином и ЭДТА, а также сорбции на углеродных нанотрубках «Таунит». Отмечено, что введение в анализируемый раствор некоторых природных органических веществ неспецифической природы (оксалат или цитрат аммония) дополнительно заметно повышает сорбцию нептуния.

Для реализации разработанных методик определения нептуния в ГЕОХИ создан люминесцентный анализатор последнего поколения ЛФФ-5. Анализатор построен по схеме специализированного фотометра с интерференционным фильтром, выделяющим излучение люминесценции нептуния в ИК области. Возбуждение люминесценции производится УФ-светодиодом, что значительно упростило конструкцию анализатора. Возбуждающее излучение направляется в оптическую кювету с активированным нептунием кристаллофосфором. Люминесцентное излучение нептуния воспринимается высокочувствительным фотоприемником на основе ИК-фотодиода InGaAs с низким уровнем собственных шумов.

По результатам испытаний предел обнаружения анализатора при определении следовых содержаний нептуния в синтетической природной воде составил $3 \cdot 10^{-13}$ г в оптической кювете, что соответствует его концентрации в пробе $3 \cdot 10^{-12}$ г/мл. Диапазон определяемых содержаний нептуния составил пять порядков над пределом обнаружения. В докладе приводятся результаты определений нептуния в пробах грунтовых вод вблизи предприятий радиохимической промышленности и мест хранения радиоактивных отходов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Программы № 8 Президиума РАН.

ИЗВЛЕЧЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ

Н.В. Лакиза¹, Л.К. Неудачина², Ю.Г. Ятлук²

¹Уральский государственный университет, 620000, г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51

²Институт органического синтеза УрО РАН, 620041, г. Екатеринбург, ул.
С. Ковалевской / Академическая, 22/20

Превышение предельно допустимых концентраций различных микроэлементов, в частности ионов тяжелых металлов, в окружающей среде, питьевой воде и продуктах питания способно вызвать у людей заболевания различной степени тяжести. Для определения следов элементов наиболее перспективными и чаще всего используемыми являются сорбционные методы концентрирования. Это обусловлено их экспрессностью, эффективностью и возможностью сочетания с различными методами определения.

Для выделения микроколичеств ионов тяжелых металлов широко используют сорбенты, модифицированные группами аминокарбоновых кислоты. Они характеризуются достаточно широкой областью рН сорбции, высокой емкостью и хорошими кинетическими свойствами.

Представленная работа сосредоточена на комплексном изучении сорбционных свойств полисилоксанов, функционализированных группами N-замещенных β-аминокарбоновых кислот.

Синтез сорбционных материалов осуществлен «золь-гель» методом. Идентификация объектов исследования проведена методами элементного анализа и ИК-Фурье спектроскопии.

Сорбционная активность полисилоксанов исследована в статических условиях из растворов, содержащих одновременно ионы меди (II), никеля (II), кобальта (II), кадмия (II), цинка (II), марганца (II) и свинца (II), в зависимости от природы раствора и значения кислотности, времени контакта фаз и начальной концентрации иона-комплексообразователя. Установлено, что из аммиачного буферного раствора (рН = 6.5) сорбентами преимущественно извлекаются ионы Pb (II) и Cu (II). Проведение сорбции в динамических условиях значительно повышает эффективность разделения металлов. В указанных условиях наблюдается значительное извлечение только ионов Pb (II), преимущественная сорбция которых, вероятно, связана с тем, что для системы сорбент – раствор соли Pb (II) в статических условиях равновесие устанавливается быстрее, чем в случае остальных систем.

Т.о., установлена принципиальная возможность динамического концентрирования Pb (II) в присутствии других тяжелых металлов – Cu (II), Ni (II), Co (II), Zn (II), Cd (II) и Mn (II). В статических условиях возможно отделение ионов свинца (II) и меди (II) от других изученных ионов.

Работа выполнена при поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы (ГК от 02 сентября 2009 г. № П1361).

ЭЛЕКТРОАНАЛИТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОЧНОГО ОКСИДНОГО РУТЕНИЕВО-ТИТАНОВОГО ЭЛЕКТРОДА

А.С. Лапина, Г.И. Маринина, М.С. Васильева

Дальневосточный федеральный университет, 690950, г. Владивосток, ул., Суханова, 8,
e-mail: mgi@chem.dvgu.ru

Потенциометрия относится к числу важных электрохимических методов анализа из-за надежности, точности экспрессности, простоты аппаратурного оформления. Электрохимические сенсоры на основе полупроводниковых материалов, металлосидных систем, представляющие собой полностью твердофазные электроды, имеют преимущества вследствие своей многофункциональности и возможности применения для анализа различных объектов

В настоящее время перспективным направлением является создание электрохимических сенсоров на основе пленочных металлосидных электродов (ПМОЭ). Одним из примеров ПМОЭ является оксидный рутениево-титановый анод (ОРТА), обладающий высокой коррозионной стойкостью, стабильностью электрохимических показателей а течение длительного времени эксплуатации.

Изучено поведение ОРТА в отсутствие поляризации, при потенциометрическом титровании по различным типам реакций. При выявлении индикаторных свойств изучали механизм реакции, определяющей потенциал электрода, рядом методов (снятие кинетических, концентрационных, вольтамперных кривых).

Показана полифункциональность ОРТА и возможность применения при потенциометрической индикации титрования железа (III) комплексоном III, кислотно-основного, окислительно-восстановительного типов реакций. Методом снятия кинетических кривых установлены удовлетворительные свойства ОРТА в растворах титруемых веществ по времени установления стационарного потенциала. Методом снятия концентрационных кривых выявлена потенциалопределяющая роль катионов Fe (III), Fe (II), ионов водорода с ярко выраженной рН-функцией. Методом снятия поляризационных кривых подтверждена потенциалопределяющая роль обратимой электрохимической системы Fe (III)/Fe (II) для ОРТА, дана оценка соответствующего тока обмена.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИЭТАНОЛАМИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ С ДРУГИМИ АЛКИЛАМИНАМИ

С.В. Лапина, Р.А. Сафьянова, Е.Е. Бобрешова, Г.С. Ананьева
420051, г. Казань, ул. Беломорская, 101, ОАО «Казаньоргсинтез»,
e-mail: closintez@kos.ru

ОАО «Казаньоргсинтез» является крупнейшим производителем этаноламинов, которые находят широкое применение в нефтяной, фармацевтической, текстильной промышленности.

Минимизация негативного воздействия продуктов органического синтеза на окружающую среду является одним из важнейших приоритетов деятельности ОАО «Казаньоргсинтез».

Цель настоящей работы – экологический мониторинг воздуха рабочей зоны производства этаноламинов и разработка методик количественного отдельного определения моно-, ди- и триэтанолламинов, обладающих токсичными и горючими свойствами.

Поставленная цель может быть достигнута путем сочетания традиционных физико-химических методов анализа, предварительного концентрирования и разделения.

Отдельное определение достигается путем аспирирования воздуха через последовательно соединенные поглотительные склянки. Установлены параметры оптимального концентрирования данных соединений для измерений на уровне ПДК.

Ранее в Центральной лаборатории были разработаны методики определения моно- и триэтанолламина в воздухе рабочей зоны.

Определение моноэтанолламина в воздухе рабочей зоны осуществляется методом газожидкостной хроматографии с использованием насадочной колонки и пламенно-ионизационного детектора. Низкий предел обнаружения – $0,25 \text{ мг/м}^3$ – достигается за счет предварительного концентрирования.

Метод определения триэтанолламина в воздухе рабочей зоны основан на реакции окисления триэтанолламина гипохлоритом натрия, образующиеся при этом хлорпроизводные соединения взаимодействуют с иодидом калия с выделением йода, который в присутствии крахмала образует соединение синего цвета, интенсивность окраски которого измеряют фотометрически при длине волны 550 нм.

Для отдельного определения диэтанолламина в воздухе рабочей зоны при совместном присутствии с моно- и триэтанолламином предложен метод фотометрического определения, основанный на реакции диэтанолламина с нитропруссидом натрия в присутствии уксусного альдегида с образованием соединения фиолетового цвета, интенсивность окраски которого измеряют фотометрически при длине волны 540 нм.

Исследовано влияние мешающих факторов аммиака и ароматических диаминов.

Правильность методики была проверена методом «введено-найденно» и на искусственных смесях, представляющих растворы моно-, ди- и триэтанолламинов.

Все методики определения этаноламинов в воздухе рабочей зоны аттестованы Госстандартом РФ и внедрены в контроль санитарно-промышленной лаборатории ОАО «Казаньоргсинтез».

ФОРМЫ НАХОЖДЕНИЯ НЕКОТОРЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ВЕРХОВЫХ ТОРФЯНИКАХ

Н.С. Ларина, Н.А. Шелпакова, Г.А. Меркушина, Ю.Н. Короткова
Тюменский государственный университет, г. Тюмень, ул. Семакова, 10.

Верховые торфяники в геохимическом отношении являются достаточно однородным объектом, а исключительно высокая сорбционная способность торфа позволяет им удерживать вещества, попадающие из атмосферы. Это позволяет использовать их как объект информации об изменениях состояния атмосферы в период накопления торфяной толщи. Геохимическая информация позволяет рассматривать особенности распространения химических элементов за всю историю формирования торфяника и делает возможным прогнозирование возможных изменений в будущем.

Целью данной работы являлось изучение динамики изменения содержания, а так же форм нахождения тяжелых металлов и органических веществ в голоцене на основе послойного химического анализа верхового торфяника – Семеновского ярма, расположенного в Сорокинском районе Тюменской области.

В образцах определены основные геохимические характеристики: зольность, окислительно-восстановительный потенциал, рН водной вытяжки, электропроводность, на основании которых проведена классификация слоев торфа. Выделены четыре типа торфа: низинный (400-325 см), переходный (325-280 см), верховой торф (280-40 см) и область современного почвообразования (40-0 см).

Выявлено наличие изменчивости в содержании макро- и микроэлементов по глубине разреза, обусловленной саморазвитием торфяника, влиянием климатических условий и состоянием атмосферы. Анализ характера распределения макро- и микроэлементов позволяет выделить несколько геохимических барьеров, формирование которых обусловлено преимущественно окислительно-восстановительными и кислотно-основными условиями.

Медь, цинк и свинец концентрируются в верхнем органоккумулятивном горизонте. Значительная часть меди содержится в подвижной форме. При рН ниже 4,5 подвижность меди достигает максимального значения. Подвижность свинца и цинка максимальна в приповерхностном слое при рН около 4, с ростом рН подвижность металлов понижается. Медь большей частью связана с фульвокислотами (ФК) за исключением нижней части разреза, где она связывается в равных отношениях с обоими видами кислот и глубины 248 см, где преобладает связь с гуминовыми кислотами. Свинец и цинк связаны преимущественно с гуминовыми веществами, причем вниз по разрезу возрастает прочность этих соединений. Вниз по профилю связь металлов с ФК ослабевает, в то время как связь с гуминовыми кислотами усиливается. Поэтому можно предположить, что ФК играют большую роль в миграции меди. Они связывают тяжелые металлы в органно-минеральные соединения комплексной природы. Затем, вероятно, происходят трансформация комплексов и перераспределение металлов между группами и фракциями органических веществ.

Важное экологическое значение имеет факт направленного увеличения содержания некоторых тяжелых металлов (марганца, свинца и меди) в приповерхностных слоях торфяника. Причем данные содержания являются максимальными по разрезу (кроме меди) и значительная часть металлов находится в подвижной форме. Эти данные могут свидетельствовать о нарастании загрязнения атмосферы химическими элементами.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства по науке и образованию, ГК 14.740.11.0299 от 17.09.2010г., договор № 11.Ж34.31.0036 от 25.11.2010г.

ДОННЫЕ ОТЛОЖЕНИЯ КАК ОБЪЕКТ МОНИТОРИНГА СОСТОЯНИЯ ВОДОЕМА

Н.С. Ларина, С.С. Масленникова, С.Г. Беспоместных

Тюменский государственный университет, г. Тюмень, ул. Семакова, 10.

Донные отложения отражают многолетние процессы накопления и трансформации веществ в водоеме, изменчивость геохимических условий в процессе превращения вещества в экосистеме, а также является одним из наиболее объективных и надежных показателей загрязнения водоема. Процесс накопления тяжелых металлов в донных отложениях водоемов и их удаление является важным механизмом регулирования содержания этих элементов в водной среде, влияющих на продуктивность водных экосистем и качество воды в них.

Целью данной работы являлось изучение характера послойного накопления некоторых элементов и различных форм металлов в донных отложениях озер.

В качестве объектов исследования были использованы образцы донных отложений озер Могильное (Курганская область), Пикетное (Омская область), Чебачье (юг Тюменской области), отобранные послойно с шагом 3 см. Химический анализ образцов донных отложений проводился с использованием методов атомно-абсорбционной спектроскопии, спектрофотометрии, титриметрии. При обработке полученных данных использовались методы статистической обработки результатов анализа и корреляционный анализ.

Комплексный гидрохимический анализ качества воды в исследуемых водоемах показал, что вода исследуемых озер относится к хлоридно-натриевой группе III типа. По степени минерализации воды являются солоноватыми, при этом степень минерализации озера Пикетное более, чем в 2 раза превышает минерализацию оз. Могильное. Озера относятся к эвтрофным. По уровню токсикологического загрязнения содержание тяжелых металлов в водах обоих озер не превышает ПДК.

По главным ионам оз. Пикетное прослеживается тенденция уменьшения их содержания с приближением к поверхностному слою, что может быть объяснено миграцией ионов. Все кривые зависимостей главных ионов от глубины залегания образца имеют скачкообразный характер, что, возможно, говорит о нестабильности условий осадконакопления (в частности, изменяющиеся климатические условия – температура, увлажненность) в различные периоды развития озера. В результате корреляционного анализа выявлено, что некоторые гидрохимические показатели и тяжелые металлы с высокой вероятностью обуславливают наличие друг друга. В донных отложениях озера Могильное наиболее сильная зависимость наблюдается между: $\text{Na}^+, \text{K}^+ - \text{Cl}^-$, $\text{Fe} - \text{Pb}$, $\text{Fe} - \text{Cu}$, $\text{Fe} - \text{SO}_4^{2-}$, $\text{Ca}^{2+} - \text{Mg}^{2+}$, $\text{Pb} - \text{SO}_4^{2-}$ и др. Обратная зависимость наблюдается между: орг. в-во - Cl^- , SO_4^{2-} , Ca^{2+} ; $\text{Mg}^{2+} - \text{HCO}_3^-$ и др.. В донных отложениях оз. Пикетное наиболее сильная зависимость наблюдается между (в порядке убывания): $\text{Na}^+, \text{K}^+ - \text{Cl}^-$, $\text{pH} - \text{HCO}_3^-$, $\text{Ca}^{2+} - \text{SO}_4^{2-}$, $\text{Mg}^{2+} - \text{Cl}^-$, $\text{Mg}^{2+} - \text{Na}^+, \text{K}^+$, $\text{Cu} - \text{HCO}_3^-$, $\text{Na}^+, \text{K}^+ - \text{HCO}_3^-$, $\text{Na}^+, \text{K}^+ - \text{SO}_4^{2-}$, $\text{Ca}^{2+} - \text{Mg}^{2+}$; обратная зависимость между: $\text{Mn} - \text{Cl}^-$, $\text{Mn} - \text{Mg}^{2+}$, $\text{Mn} - \text{Na}^+, \text{K}^+$, $\text{Mn} - \text{Ca}^{2+}$, орг.вещество – Pb , Fe ; $\text{Cu} - \text{Mn}$, $\text{Mn} - \text{Cd}$.

Изучение зависимости содержания тяжелых металлов в донных отложениях в зависимости от гранулометрического состава, показало отсутствие линейной зависимости между размерами частиц и содержанием ТМ, что может свидетельствовать о преобладающем влиянии форм накопления элементов над сорбционными процессами, что и было показано при изучении фракционного распределения металлов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства по науке и образованию, ГК 14.740.11.0641 от 5.10.2010г., договор № 11.134.31.0036 от 25.11.2010г.

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ ЛАЗЕРНОГО ПУЧКА НА АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СПЕКТРОСКОПИИ ЛАЗЕРНО-ИНДУЦИРОВАННОЙ ПЛАЗМЫ

В.Н. Леднев, С.М. Першин

Центр волновых исследований, Учреждение российской академии наук Институт общей физики им. А.М. Прохорова, г. Москва, Россия, e-mail: lednev@kapella.gpi.ru

Спектроскопия лазерно-индуцированной плазмы является одним из наиболее востребованных методов атомно-эмисионного анализа для объектов в различном агрегатном состоянии (твердое, жидкое и газообразное). Уникальным преимуществом лазерного пробоотбора является возможность проводить анализ в течение секунд без пробоподготовки. Процесс лазерной абляции и свойства лазерной плазмы определяются свойствами лазерного излучения на поверхности мишени и в литературе широко исследованы влияние таких параметров, как длина волны излучения, плотность мощности и длительность импульса. В то же время влияние структуры лазерного пучка на свойства лазерной плазмы не было исследовано экспериментально. Следует указать, что разные профили пучка лазера будут давать разное распределение плотности мощности на поверхности образца и, следовательно, свойства лазерной плазмы должны отличаться. Структура пучка лазера определяется геометрией резонатора и выбранным режимом генерации. Возможны два режима работы лазера, одномодовый и многомодовый режим. В первом варианте лазерная генерация отличается высокой стабильностью, и сечение пучка имеет Гауссов профиль. Во втором случае возрастает энергия пучка и при этом стабильность генерации уменьшается, профиль пучка имеет сложную форму и изменяется от импульса к импульсу. В большинстве случаев в лазерной спектроскопии используют одномодовый режим генерации из-за высокой стабильности свойств лазерного пучка. Для спектроскопии лазерно-индуцированной плазмы этот выбор не столь очевиден. С одной стороны одномодовый пучок приведет к улучшению воспроизводимости лазерной абляции. Но энергия импульса для одномодового пучка меньше, что приведет к уменьшению испаряемой массы и снижению интенсивности спектра.

В настоящей работе проводилось сравнение одномодового и многомодового режима работы лазера на свойства лазерной плазмы и аналитические возможности метода. Для сравнения были выбраны стальные образцы с высоким содержанием добавок. Энергия пучка в одномодовом режиме в 14 раз была меньше по сравнению с многомодовым. В случае одномодового пучка плотность мощности на поверхности мишени превышала в три раза плотность мощности для многомодового. Обнаружено, что воспроизводимость сигнала определяется стабильностью профиля лазерного пучка и значительно улучшается для одномодового пучка. Исследования показали, что форма кратеров для одномодового и многомодового пучков сильно различаются. Интенсивности аналитических линий в спектре для одномодового пучка были меньше, что обусловлено меньшей энергией. Температура и электронная плотность для одномодового пучка были больше, однако скорость спада их также выше. Исследование влияние структуры лазерного пучка на аналитические возможности было проведено на примере атомных и ионных линий Cr, Mn, Si и Cu. Для одномодового пучка воспроизводимость улучшается в несколько раз, при этом чувствительность снижается незначительно.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ 11-02-01202-а.

НОВЫЙ ПОДХОД К БЫСТРОЙ ИДЕНТИФИКАЦИИ ПЕСТИЦИДОВ В СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПРОДУКЦИИ, ОСНОВАННЫЙ НА ИСПОЛЬЗОВАНИИ БАЗЫ ДАННЫХ ПО БРУТТО-ФОРМУЛАМ ПЕСТИЦИДОВ И ОПРЕДЕЛЕНИИ ТАКИХ ЭЛЕМЕНТОВ, КАК ГАЛОГЕНЫ, ФОСФОР И СЕРА

*А.В. Леднева, А.И. Ревельский, Д.А. Чепелянский, А.С. Самохин, Д.А. Бурмыкин
И.А. Ревельский*

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, Россия, 119992, г. Москва, Ленинские горы, д.1, стр.3.

Известно, что около 95% всех загрязнителей из окружающей среды поступает в наш организм с продуктами питания и сельскохозяйственной продукцией – в основном пестициды. Большое число работ в настоящее время посвящено анализу пестицидов в пищевых продуктах и сельскохозяйственной продукции, в которых чаще всего проводится определение известного набора пестицидов с использованием ГХ/МС. Часто это лишь несколько пестицидов, но так же встречаются работы по совместному определению нескольких сотен пестицидов. Сложность определения в этом случае связана с необходимостью проведения длительной специфической пробоподготовки, построением градуировочной зависимости для каждого пестицида и длительностью самого анализа. Проблема существенно усложняется, когда образец исследуют на содержание неизвестных пестицидов.

Известное на сегодня число пестицидов, в состав молекул которых входят F, Cl, Br, P и S, превышает 1000 соединений. Стандартный подход к их идентификации, основанный на ГХ/МС, требует больших затрат времени и поэтому малоэффективен. Актуальным является быстрое проведение идентификации и ее упрощение.

В настоящей работе предложен новый подход к быстрой идентификации неизвестных пестицидов, позволяющий резко сократить выборку числа неизвестных подлежащих идентификации пестицидов из общего числа существующих пестицидов.

Для изучения распределения пестицидов по содержащимся в них рассматриваемым элементам и молекулярным массам был использован справочник *The Pesticide Manual* (1999г). Показано, что для 50% случаев, если известны только набор входящих в молекулу пестицида гетероатомов и молекулярная масса, возможна однозначная идентификация, если известен только набор входящих в состав молекулы элементов, в большинстве случаев первоначальная выборка (более 1000 соединений) сокращается до нескольких конкретных пестицидов. Определение молекулярной массы обеспечивается с помощью ГХ/МС.

Новый подход основан на извлечении пестицидов из образца методом, применимым для выделения пестицидов различной природы из конкретной матрицы, высокотемпературной окислительной конверсии экстракта до продуктов, соответствующих определяемым элементам, и их определению методом ионной хроматографии.

Этот метод позволяет осуществить быстрый скрининг проб на содержание пестицидов, в состав молекул которых входит F, Cl, Br, P и S (один или несколько элементов). Благодаря этому мы можем судить о типе пестицида, присутствующем в пробе, об уровне его содержания в пробе (по элементу) и сократить выборку пестицидов для последующей идентификации с использованием ГХ/МС.

БЫСТРЫЙ СКРИНИНГ ПРОБ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ НА СОДЕРЖАНИЕ ГАЛОГЕН- И СЕРОСОДЕРЖАЩИХ ПЕСТИЦИДОВ

*А.В. Леднева, М.В. Федосеева, А.В. Облезова, А.И. Ревельский, Д.А. Чепелянский
И.А. Ревельский*

Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, химический факультет, Россия, 119992, Москва, Ленинские горы, д.1, стр.3.

Актуальной проблемой в настоящее время во всем мире является загрязнение окружающей среды пестицидами, применяемыми в сельском хозяйстве. Наиболее токсичными пестицидами, встречающимися в пищевой продукции, являются фтор-, хлор-, бром-, серо- и фосфорсодержащие органические соединения.

В большинстве случаев, известных из литературы, проводится определение небольшого числа заданных, т.е. заранее известных пестицидов, в исследуемых образцах.

В случае неизвестных пестицидов требуется проведение их идентификации, требующей больших затрат времени. Действенный контроль за загрязнением продуктов питания пестицидами возможен только в том случае, если обеспечивается быстрое определение. Актуальным является быстрый скрининг проб на содержание всех пестицидов (известных в настоящее время).

Проблеме обнаружения опасных пестицидов в растительных маслах, согласно литературным данным, уделяется мало внимания. В подавляющем большинстве случаев состав пестицидов в пробе масла неизвестен, т.к. неизвестны пестициды, которые были использованы при обработке исходного сырья.

Актуальным является быстрый скрининг образцов продуктов растительного происхождения, в частности растительных масел, на содержание всех галоген- и серосодержащих пестицидов.

Нами предложен новый подход к быстрому скринингу проб растительных масел на суммарное содержание F-, Cl-, Br- и S-содержащих пестицидов, основанный на прямой высокотемпературной окислительной конверсии пробы масла, поглощении продуктов конверсии и анализе абсорбата методом ионной хроматографии на анионы, соответствующие определяемым элементам.

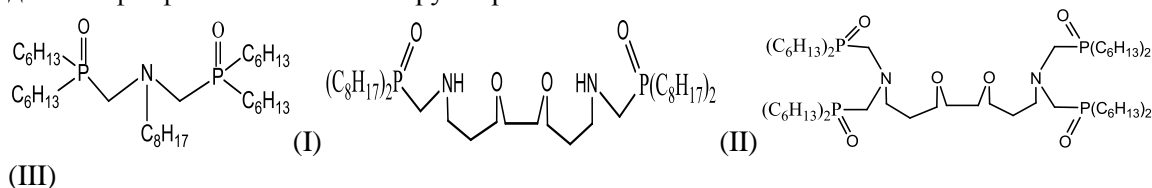
Содержание хлора в изученных образцах масел составило $1.7 \cdot 10^{-5} - 1.3 \cdot 10^{-4}$ г/г масла, серы – $2.1 \cdot 10^{-6} - 4.8 \cdot 10^{-5}$ г/г масла. В одном образце подсолнечного масла был обнаружен бром на уровне $1.2 \cdot 10^{-5}$ г/г масла, в остальных пробах масла на уровне предела обнаружения бром и фтор обнаружены не были. Содержание фосфора в исследованных образцах не изучали, в связи с тем, что в них содержатся фосфолипиды. Пределы обнаружения для галоген- и серосодержащих органических соединений составили $10^{-7} - 10^{-6}$ г/мл в пробе при объеме пробы 1 мкл.

ЖИДКОСТНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ НЕКОТОРЫХ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ АМИНОМЕТИЛФОСФИНОКСИДАМИ

С.В. Леонтьева, И.Н. Галяутдинова, Р.А. Черкасов, А.Р. Гарифзянов
Казанский (Приволжский) федеральный университет
420008, Казань, ул. Кремлевская, 18, e-mail Svetlana.Leonteva@ksu.ru

Процессы жидкостной экстракции успешно используются в промышленности редких и рассеянных металлов для разделения близких по свойствам соединений элементов, где им нет пока адекватной замены.

В настоящей работе мы приводим результаты исследования процессов жидкостной экстракции из кислых водных сред трехзарядных катионов ряда лантаноидов - самария, лютеция, диспрозия, неодима и иттербия бис(диалкилфосфинилметил)октиламином (I) и полиэфирными азаподандами – с двумя (II) и четырьмя (III) концевыми N-диалкилфосфинилметильными группировками.



Экстракцию металлов проводили 0,025 М растворами АФО (I) в толуоле, метилхлориде и хлороформе при соотношении объемов водной и органической фаз 1:1 из соляно-, азотно- и хлорноокислых сред.

В солянокислых средах степени извлечения лантаноидов во всех исследованных двухфазных системах относительно невелики и не превышают 20-30%.

В случае азотнокислых сред можно отметить, что для всех изученных элементов в области низких концентраций HNO_3 , наблюдается понижение степени извлечения с ростом концентрации кислоты. Ряд экстрагируемости лантаноидов в области низкой и высокой кислотности водной фазы различается: в слабокислых средах (до 0,25 М) последовательность убывания экстрагируемости отражается рядом $\text{Sm} > \text{Lu} > \text{Nd} > \text{Yb}$, тогда как в сильнокислых средах она представлена рядом $\text{Sm} > \text{Nd} \sim \text{Yb} > \text{Lu}$.

Степени извлечения из хлорноокислых растворов оказались значительно выше (до 80%), чем из соляно- и азотнокислых сред (10-30%). Ряд экстрагируемости металлов в области концентрации кислоты 0,25 М-0,5 М: $\text{Nd} > \text{Sm} > \text{Dy} > \text{Yb} > \text{Lu}$ соответствует последовательности уменьшения ионных радиусов лантаноидов.

Наиболее высокие коэффициенты разделения металлов достигаются при использовании в качестве разбавителя толуола для всех изученных элементов.

Реагент (I) выступает как нейтральный тридентатный лиганд, который, согласно описанным нами ранее результатам [1] образует с ионом скандия комплекса состава 1:2.

Далее нами были изучены экстракционные свойства азаподандов (II) и (III). Можно отметить схожесть полученных зависимостей степеней извлечения Lu(III) от концентрации хлорной кислоты при использовании всех трех АФС – реагентов – дифосфорилированного амина (I), дифосфорилдиамин (II) и тетрафосфорилдиамин (III). В общем случае можно полагать, что экстракция лантаноидов происходит по сходному механизму. Вместе с тем, можно утверждать, что бисфосфорилированный амин (I) может иметь перспективу использования в жидкостной экстракционной технологии для группового извлечения и концентрирования лантаноидов растворов хлорной кислоты рядом органических разбавителей.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ (№10-03-00580).

Литература

1. Черкасов Р.А., Гарифзянов А.Р., Леонтьева С.В., Давлетшин Р.Р., Кошкин С.А. Экстракция ионов скандия новыми аминоксидными экстрагентами // ЖОХ. 2009. Т. 79. Вып. 10. Рег. № д 9-165(о)

ИНДИКАТОРНЫЕ ПЛЕНКИ НА ОСНОВЕ РЕАГЕНТОВ, ИММОБИЛИЗОВАННЫХ В ОТВЕРЖДЕННОМ ЖЕЛАТИНОВОМ ГЕЛЕ

Л.П. Логинова, Е.А. Решетняк, О.Ю. Коновалова, Н.А. Никитина, Н.В. Светлова
Харьковский национальный университет имени В.Н. Каразина, Украина, 61077,
Харьков, пл. Свободы, 4

В работе развит подход к получению индикаторных средств для обнаружения и определения неорганических и органических веществ, основанный на использовании отвержденного желатинового слоя фотопленок как прозрачной среды для извлечения, концентрирования аналита и проведения цветных аналитических реакций. Изучены особенности иммобилизации аналитических реагентов, извлечения аналитов и протекания аналитических реакций в отвержденном желатиновом геле. Созданы пленки с иммобилизованными реагентами для индикации первичных ароматических аминов (ПАА, по реакции с альдегидами и образованием основания Шиффа), антиоксидантов (по реакции с ионным ассоциатом комплекса Fe(III)-2,2'-дипиридил и перхлората), суммы металлов (с пиридилазорезорцином или нитрозо-R-солью), алюминия (по реакции с ионным ассоциатом эриохромцианина R и цетилпиридиния), сульфатов (по разрушению комплексов барий-нитхромазо).

Методом вискозиметрии определена изоэлектрическая точки желатина в составе отвержденного желатинового геля (рН 4.5). С помощью сольватохромных индикаторов Райхардта изучена полярность желатинового геля как реакционной среды. Судя по значениям нормализованного параметра полярности E_T^N , среда отвержденного желатинового геля фотопленки менее полярна ($E_T^N=0.487$), чем среда желатинового геля, образованного из водного раствора желатины на стеклянной подложке ($E_T^N=0.817$). При значениях рН, далеких от изоэлектрической точки желатина, среда отвержденного желатинового геля занимает на шкале полярности растворителей Райхардта промежуточное положение между ацетоном и этанолом и близка по полярности к таким растворителям как нитрометан, пентанол-2, пропиленкарбонат. Зондирование отвержденного желатинового геля спектрофотометрическими пробами (трифенилметановые и ксантеновые красители) показало, что эффекты среды геля при рН ниже и выше изоэлектрической точки аналогичны эффектам, наблюдаемым в мицеллярных растворах катионного и анионного поверхностно-активных веществ (ПАВ) соответственно. Установлено, что применение ПАВ способствует иммобилизации аналитических реагентов и стабилизации окрашенных аналитических форм в отвержденном желатиновом геле. Катионный цетилпиридиний хлорид снижает заряд анионов металлоиндикаторов и металлокомплексов, анионный додецилсульфат дополнительно гидрофобизирует желатиновый гель, способствуя иммобилизации умеренно гидрофобных альдегидов как реагентов на ПАА. Обнаружен защитный эффект среды желатинового геля по отношению к основаниям Шиффа как аналитическим формам ПАА. При взаимодействии пленок, содержащих альдегиды, с растворами ПАА устойчивый аналитический эффект достигается за счет образования оснований Шиффа не на поверхности, а в объеме геля, где гидрофобизированная среда препятствует гидролизу окрашенных оснований.

Статистическими методами получены оценки пределов обнаружения, визуально-тестового и спектрофотометрического определения аналитов с использованием созданных индикаторных пленок. Правильность спектрофотометрического и визуально-тестового определения подтверждена результатами анализа модельных растворов, реальных проб с известной добавкой аналита и сравнением с нормативными методиками.

ОБ ОПЫТЕ ПРЕПОДАВАНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ «ЭКОАНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ» ДЛЯ СТУДЕНТОВ-МАГИСТРОВ

Л.П. Логинова, Н.А. Никитина

Харьковский национальный университет имени В.Н. Каразина, Украина, 61077,
Харьков, пл. Свободы, 4

Дисциплина «Экоаналитическая химия» была включена в программу образовательно-квалификационного уровня «магистр» на химическом факультете при переходе университета на двухуровневую систему высшего образования. Ее появление в списке общих дисциплин, завершающих подготовку магистров-химиков, вызвано следующими соображениями: (i) профессиональная деятельность выпускников химического факультета, независимо от специализации и выпускающей кафедры, чаще всего оказывается связанной с химическим анализом; (ii) в рамках общей дисциплины «Аналитическая химия», изучаемой на II курсе, весьма сжато рассматриваются важные для современного химического анализа методы разделения и концентрирования, а также аналитическая химия органических веществ (органическую химию студенты изучают позже); (iii) как показал опыт, часто к последнему курсу остаточных знаний по аналитической химии оказывается недостаточно, чтобы удовлетворительно пройти собеседование в местах возможного трудоустройства; (iv) выпускник-химик должен уметь разумно отнестись к информации о качестве воды и воздуха, которую поставляют СМИ и реклама и среди которой много противоречивых, тенденциозных и просто неграмотных данных.

Курс «Экоаналитической химии» состоит из лекций (18 ч) и практических занятий (18 ч) и включает следующие темы: Проблема загрязнения окружающей среды и задачи экоаналитической химии (ксенобиотика, стойкие органические загрязнители, нормирование загрязнений; требования к методам анализа); Методы разделения и концентрирования в экоанализе; Аналитическая химия воздуха (специфика объекта анализа, отбор проб, определение важнейших загрязнителей, анализ осадков); Экспресс-методы анализа воздуха (газоанализаторы, индикаторные трубки, газовые сенсоры); Аналитическая химия воды (состав природных вод, нормативы качества питьевой воды, отбор проб и пробоподготовка, определение общих и суммарных показателей качества вод и отдельных загрязнителей); Оценка общей токсичности воды (биохимический метод, биоиндикация и биотестирование); Аналитическая химия почв (общая характеристика почв как объектов анализа, пробоотбор и пробоподготовка, почвенные вытяжки, определение общих показателей и отдельных компонентов почв и донных отложений, биоиндикаторы). Проанализированы частоты использования отдельных методов анализа в нормативных методиках выполнения измерений при определении загрязнителей воды, воздуха и почв. Особое внимание уделено методам определения стойких органических и других приоритетных загрязнителей в объектах окружающей среды. Рассмотрены схемы пробоподготовки и проблемы выбора стандарта при определении в воде хлорорганических пестицидов, полихлорированных бифенилов, дибензодиоксинов и дибензофуранов методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектором; полиароматических углеводородов методами газовой и высокоэффективной жидкостной хроматографии.

На практических занятиях актуализируются навыки обработки экспериментальных данных и представления результатов анализа и аналитического контроля. Лекционный курс обеспечен комплектом презентаций и раздаточного материала, в который вынесены определения важнейших понятий, справочные материалы о составе природных объектов; данные о государственном нормировании и международных соглашениях в сфере безопасности окружающей среды.

ИЗУЧЕНИЕ СОСТОЯНИЯ АКВАТОРИИ ПЛЯЖЕЙ Г. АСТРАХАНИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ САНИТАРНО-ГИГИЕНИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ

Е.Г. Локтионова¹, Ю.М. Дедков^{1,2}, А.М. Пучкова¹

¹Астраханский государственный университет, г. Астрахань

²Московский государственный областной университет, г. Москва,
eleloktionova@yandex.ru

Оценка качества воды зависит от цели и характера использования водных ресурсов. Хозяйственно-питьевое и культурно-бытовое водопользование населения, орошение сельскохозяйственных земель и промышленное водоснабжение предъявляют разные требования к качеству воды. ПДК, разработанные для определенных целей, не могут в полной мере предусматривать охрану всего водного объекта как экологической единицы. Такая задача может быть решена только с научно обоснованных экологических позиций. Необходима разработка экологических ПДК, которые бы обеспечивали не только безвредность воды для человека, но и нормальное функционирование водных экосистем, сохранение самоочищающей способности водных объектов и нормальных условий для развития жизни в водной среде.

Волга и ее притоки, являющиеся источниками водоснабжения прибрежных городов и поселков, принимают на всем протяжении огромное количество загрязнений, с которыми естественные процессы самоочищения уже не справляются. Эта проблема характерна и для Астрахани, расположенной в дельте Волги.

Пляжный сезон в Астрахани начинается обычно в последней декаде июня, однако в 2010 г. вследствие аномально жаркого лета купание началось в начале месяца.

Купание в июне ограничено повышением уровня воды в период половодья, в результате чего происходит значительное затопление зон купания, увеличение скорости течения до 1,0 м/с и более. Увеличивается количество приносимого с водой взвешенного материала [2]. В последней декаде июня уровень половодья уменьшается – река входит в нормальный режим. Уменьшается скорость течения, повышается температура и прозрачность воды, освобождаются значительные площади пляжей.

В работе впервые выполнена комплексная геоэкологическая оценка состояния городских пляжей Астрахани с использованием как традиционных обобщенных (ХПК, БПК₅, рН) так и интегральных (железо, нефтепродукты) показателей.

СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЕБРА(I) С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КРЕМНЕЗЕМА, ХИМИЧЕСКИ МОДИФИЦИРОВАННОГО ДИТИОКАРБАМИНАТНЫМИ ГРУППАМИ, И ДИТИЗОНА

В.Н. Лосев¹, Ю.Д. Макаренко²

¹ Научно-исследовательский инженерный центр «Кристалл»,

² Сибирский федеральный университет, 660041, Красноярск, пр.Свободный 79

Для концентрирования и сорбционно-фотометрического определения серебра применяются кремнеземы, химически модифицированные (ХМК) серосодержащими группами. Однако, с рядом привитых серосодержащих функциональных групп образуются комплексные соединения серебра(I), не имеющие окраски, что не позволяет использовать данные сорбенты для его сорбционно-фотометрического определения. Для получения интенсивно окрашенных соединений используется прием образования на поверхности ХМК смешаннолигандных комплексов с участием ковалентно закрепленных функциональных групп и других реагентов из растворов.

Кремнезем, химически модифицированный дитиокарбаминатными группами (ДТКС) количественно (99,5-99,9%) извлекает серебро(I) из 0,5-2 М HNO_3 со временем установлении сорбционного равновесия, не превышающим 5 минут. В процессе сорбции на поверхность ДТКС образуются комплексные соединения серебра(I) не имеющие окраски. Спектр диффузного отражения (СДО) поверхностного комплекса серебра(I) представляет собой ниспадающую кривую, расположенную на границе ультрафиолетовой и видимой области, без выраженных максимумов и перегибов.

Жесткое закрепление функциональной группы на поверхности кремнезема не позволяет образовывать координационно-насыщенных (по привитому лиганду) комплексов серебра(I). В этом случае реализуется возможность координации поверхностным комплексом серебра(I) других внешних лигандов из раствора с образованием на поверхности ДТКС смешаннолигандных комплексов.

В качестве внешнего лиганда использован дитизон. Обработка ДТКС содержащим на поверхности серебро(I) $1 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-4}$ М растворами дитизона приводит к интенсивному окрашиванию поверхности сорбента в красный цвет. СДО представляет собой широкую полосу с максимумом при 450 нм, соответствующим дитизонату серебра. Образование интенсивно окрашенного смешаннолигандного поверхностного комплекса использовано при разработке методики сорбционно-фотометрического определения серебра.

Предел обнаружения, рассчитанный по $3S$ -критерию, равен 0,06 мкг серебра на 0,1 г сорбента. Линейность градуировочного графика сохраняется до 5 мкг на 0,1 г сорбента. Относительное стандартное отклонение при определении более 0,5 мкг серебра не превышает 0,05. Сорбционно-фотометрическому определению серебра не мешают $1 \cdot 10^3$ - $1 \cdot 10^5$ кратные количества цветных металлов. Для повышения селективности определения серебра(I) в присутствии железа(III), ртути(II) и меди(II) использовали их восстановление гидросиламином.

Сорбционно-фотометрическая методика использована при определении серебра в природных и техногенных водах.

рН -ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ ДЛЯ ДАТЧИКОВ НЕПРЕРЫВНОГО ДЕЙСТВИЯ В АНАЛИЗЕ ПРИРОДНЫХ ВОД

В.Н. Лосев, С.И. Метелица

Научно-исследовательский инженерный центр «Кристалл»
660041, Красноярск, пр. Свободный, 79

Для определения показателя кислотности природных вод применяется большое число различных устройств, чувствительные элементы (ЧЭ) которых часто недолговечны (ионообменные мембраны), а иногда и необратимы (индикаторные бумаги) и не обеспечивают потребности в непрерывном контроле качества природных вод. Необходимым при создании ЧЭ является обеспечение его непрерывной и безотказной работы в течение длительного периода времени, а при «срабатывании» датчика – его обратимость.

В качестве ЧЭ предложен силикагель, нековалентно модифицированный рН-чувствительными сульфосодержащими органическими реагентами, в частности хромовым темно-синим, эриохромом черным Т, эриохром красным SE. Данные реагенты, иммобилизованные на поверхности силикагеля, обратимо изменяют свою окраску от красной (в кислых растворах) до синей (при $\text{pH} > 6$).

Нековалентное закрепление органического реагента на поверхности силикагеля происходит после модифицирования последнего полиаминами различной природы (полигексаметиленгуанидин гидрохлорид, полидиаллилдиметиламмоний хлорид, гексаметрин бромид), которые прочно закрепляются на поверхности SiO_2 из водных растворов. После закрепления полиамина силикагель обрабатывают водным раствором необходимого органического реагента, закрепляющегося на поверхности за счет электростатического взаимодействия протонированных аминогрупп полиамина и сульфогрупп реагента. Полученный таким образом силикагель является обратимым ЧЭ на изменение рН растворов различного состава. Силикагель, модифицированный хромовым темно-синим, изменяет окраску в интервале рН 4,3-4,7, эриохромом красным SE – при рН 4-5. Измерением коэффициента диффузного отражения с использованием волоконной оптики при 450 – 480 нм и 590 – 620 нм контролируется изменение рН раствора. Для регистрации поверхностной окраски ЧЭ использовали спектрофотометр Lambda 950 с оптоволоконной приставкой. Адсорбированный на поверхности силикагеля бромфеноловый синий характеризуется ярко синей окраской при $\text{pH} > 3$ и желтой при $\text{pH} < 2,5$.

Значения рН растворов, при которых обеспечивается устойчивая работа ЧЭ, находятся в диапазоне рН 1 - 10. Постепенное смывание реагента при использовании ЧЭ в слабо кислых ($\text{pH} < 2$) и слабо щелочных средах $\text{pH} > 8$ приводит к снижению чувствительности определения. Последовательная обработка 2 М раствором HCl , дистиллированной водой и соответствующим реагентом позволяет восстановить свойства ЧЭ и обеспечивает многократность использования силикагеля.

На основе силикагелей, модифицированных полимерными полиаминами и рН-чувствительными органическими реагентами, разработан ряд датчиков, позволяющих непрерывно в течение длительного времени контролировать рН водных растворов. Разработанные ЧЭ и датчики на их основе использованы при контроле качества сточных и техногенных вод, различных технологических растворов и могут использоваться при контроле загрязнения природных вод в зоне воздействия промышленных предприятий.

КРЕМНЕЗЕМЫ, ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНО МОДИФИЦИРОВАННЫЕ
ПОЛИГЕКСАМЕТИЛЕНГУАНИДИНОМ И ПРОИЗВОДНЫМИ НИТРОЗО-
НАФТОЛОВ, ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

В.Н. Лосев¹, С.Л. Дидух¹, А.К. Трофимчук²

¹Научно-исследовательский инженерный центр «Кристалл»,
660041, Красноярск, пр. Свободный, 79

² Киевский национальный университет им. Тараса Шевченко,
01033, Украина, Киев, ул. Владимирская, 64

Для сорбционно-фотометрического определения элементов наиболее целесообразно применение сорбентов с функциональными группами, селективными или специфическими по отношению к определяемым элементам. Для закрепления на поверхности кремнезема, в качестве органических реагентов, обладающих селективными свойствами по отношению кобальту(II) использовали производные нитрозо-нафтолов: 1-нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфокислоту - нитрозо-Р-соль (НРС) и 2-нитрозо-1-нафтол-4-сульфокислоту - нитрозо-Н-соль (ННС). Из-за взаимного отталкивания сульфогрупп реагента и депротонированных гидроксильных групп кремнезема не удается достичь удовлетворительного закрепления нитрозо-нафтолов на его поверхности. Для закрепления реагента на поверхности кремнезема использовали предварительную обработку поверхности кремнезема водными растворами полигексаметиленгуанидина (ПГМГ), в результате которой на поверхности сорбента образуется полимерный слой, имеющий положительный заряд за счет протонированных аминогрупп ПГМГ. На поверхности кремнезема, предварительно обработанного ПГМГ, достигается эффективное закрепление нитрозо-нафтолов в диапазоне рН 2-9 для НРС и рН 3-7 для ННС. Сорбционная емкость по нитрозо-Р-соли и нитрозо-Н-соли составляет 0,018 ммоль/г и 0,050 ммоль/г соответственно. Различие сорбционных емкостей связано с различным пространственным расположением органических реагентов на поверхности сорбента. С увеличением числа сульфогрупп возрастает степень устойчивости поверхностного ансамбля органических реагентов в разбавленных растворах неорганических кислот и высокосолевых средах.

Максимальная степень извлечения (99,9%) кобальта(II) достигается в диапазоне рН 5-8. Время установления сорбционного равновесия при извлечении элемента не зависит от типа нитрозо-нафтола и, не превышает 5 мин. В процессе сорбции кобальта(II) на поверхности сорбента образуются окрашенные соединения, характеризующиеся в спектрах диффузного отражения максимумами при 420 нм (SiO_2 -ПГМГ-НРС) и 470 нм (SiO_2 -ПГМГ-ННС), принадлежащими нитрозо-нафтолам, и плечом при 510 нм (SiO_2 -ПГМГ-НРС) и 540 нм (SiO_2 -ПГМГ-ННС), принадлежащим комплексам кобальта(II) с нитрозо-нафтолами. Интенсивность окраски сорбентов пропорционально возрастает с увеличением концентрации кобальта на их поверхности.

Эффект образования окрашенных поверхностных комплексов использован при разработке методик сорбционно-фотометрического определения кобальта(II) с использованием спектроскопии диффузного отражения. Предел обнаружения составляет 0,1 мкг/0,1 г (SiO_2 -ПГМГ-НРС) и 0,02 мкг/0,1 г (SiO_2 -ПГМГ-ННС). Линейность градуировочной зависимости сохраняется до 5 мкг кобальта на 0,1 г сорбента при поверхностной концентрации реагента 2,7 мкМ/0,1 г сорбента.

Определению кобальта не мешают 10^2 - 10^4 – кратные количества магния(II), кальция(II), стронция(II), цинка(II), алюминий(III), галлия(III), индия(III), платины(II), меди(II), хрома(III), железа(II), никеля(II).

ОСОБЕННОСТИ ОПТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АТМОСФЕРНОГО АЭРОЗОЛЯ НА СРЕДНЕМ УРАЛЕ

*А.П. Лужецкая¹, Е.С. Наговицына¹, В.С. Поддубный¹, Ю.И. Маркелов¹,
С.А. Береснев², С.Ю Горда², С.М. Сакерин³, В.Н. Holben⁴, А.В. Smirnov⁴*

¹Институт промышленной экологии УрО РАН, 620219, г. Екатеринбург,
ул. Софьи Ковалевской, 20

²Уральский федеральный университет имени первого Президента России
Б.Н.Ельцина, 620000 г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51

³Институт оптики атмосферы СО РАН, 634021 г. Томск, пл. Академика Зуева, 1

⁴Центр космических полетов Годарда (GSFC/NASA), Code 614.4, Building 33,
NASA Goddard Space Flight Center, Greenbelt, MD 20771 USA

Представлены результаты исследований аэрозольной оптической толщи (АОТ τ_λ) атмосферы на Среднем Урале в области спектра 0,34 – 1,02 мкм за 2004-2010 гг., полученные с помощью солнечного фотометра Cimel CE318, работающего в Коуровской астрономической обсерватории в рамках программы AERONET (<http://aeronet.fsfc.nasa.gov>). Полученные данные имеют важное значение для исследований влияния аэрозоля на климатические процессы, поскольку характеризуют очень большой регион Евразии (ближайшие станции мониторинга сети AERONET расположены: на западе — Москва; на востоке — Томск; на юге — Душанбе; на севере — нет).

Выявлены региональные особенности оптических свойств атмосферного аэрозоля, его межгодовые, внутригодовые, сезонные характеристики. Исследования показали, что основную роль в изменчивости АОТ играет смена сезонов года и направление прихода воздушных потоков. Кроме того, существенный вклад в величину АОТ вносят ситуации, когда в атмосфере наблюдаются дымы лесных пожаров.

При анализе межгодовой изменчивости АОТ показано, что медианные значения являются менее чувствительными, чем средние величины АОТ, к появлению кратковременных источников загрязнения и к способам фильтрации облачности, что позволяет использовать их в качестве региональной характеристики атмосферного аэрозоля.

Анализ внутригодовой изменчивости АОТ показал, что для Среднего Урала характерен тип годового хода с весенним (май) и летним (август) максимумами. Основной максимум – летний приходится на август месяц.

Определены зависимости измеренных значений АОТ от направления прихода воздушных потоков в точку наблюдения. Выделены направления, связанные с высокими значениями аэрозольной оптической толщи атмосферы: юго-запад, северо-восток, юго-восток. Определена спектральная зависимость АОТ от длины волны λ . Установлено, что функция распределения τ_λ близка к логнормальной зависимости.

Предложена классификация состояний атмосферы по количеству аэрозоля присутствующего в ней: чистая атмосфера («синее небо») $\tau_{0,5} \leq 0,09$; типичная атмосфера («голубое небо») $\tau_{0,5} \sim 0,15$, «загрязнённая» аэрозолем атмосфера («белое небо») $\tau_{0,5} \geq 0,23$.

Работа выполнена при финансовой поддержке научного проекта 09-С-2-1011 по Программе УрО РАН «Фундаментальные научные исследования, выполняемые совместно с организациями СО РАН и ДВО РАН».

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ НА «ФЕНОЛЬНЫЙ ИНДЕКС»

*А.Т. Магасумова, Р.М. Хатмуллина, В.И. Сафарова,
Г.Ф. Шайдулина, Е.В. Фатьянова*

ГУ Управление государственного аналитического контроля Министерства природопользования и экологии Республики Башкортостан г. Уфа, ул. Российская, 21, guugak@mail.ru, ugak@ufanet.ru

Важной экологической проблемой является загрязнение гидросферы различными органическими токсикантами. Среди обширного перечня загрязняющих веществ, поступающих со сточными водами предприятий различных отраслей экономики, распространенными являются гидроксibenзол (фенол) и его производные. Для определения фенолов имеются внесенные в российский Государственный реестр хроматографические методики, часто в сочетании с масс-спектрометрией. В то же время для контроля вод повсеместно используется экстракционно-фотометрический метод определения суммарного содержания летучих с паром фенолов (в пересчете на фенол), так называемый «фенольный индекс». Этот метод является неселективным и малоинформативным, что осложняет реальную экологическую и экономическую оценку негативного воздействия фенолов на водные объекты.

Результаты многолетних исследований состава сточных вод различных предприятий показали, что кроме фенола в них обнаруживаются алкилфенолы, хлорированные и нитрофенолы, а «фенольный индекс» зачастую бывает сформирован производными фенола при отсутствии самого фенола. В некоторых случаях в сточных водах фиксируются достаточно высокие значения «фенольного индекса», однако фенольные соединения при этом не обнаруживаются, т.е. «фенольный индекс» формируется веществами, не относящимися к фенолам, но образующими окрашенное соединение с 4-аминоантипирином.

В данной работе представлены результаты исследования влияния органических соединений на значение «фенольного индекса». Были проанализированы методами спектрофотометрии и высокоэффективной жидкостной хроматографии модельные растворы более 30 замещённых фенолов, а также кислородсодержащих ароматических соединений нефенольного ряда. Изучение спектральных характеристик фенольных соединений проводили в диапазоне 190-600 нм. Спектры поглощения регистрировали до и после дистилляции растворов. Установлено, что значения оптических плотностей метил-, метокси- и хлорированных производных фенола с разным числом и положением заместителей в кольце существенно различаются. Причиной этому может быть разная интенсивность светопоглощения полученных комплексов или неполнота протекания фотометрической реакции в условиях определения «фенольного индекса». Эта закономерность сохраняется и после дистилляции фенолов. Степень дистилляции фенола, 2-метилфенола, 2-хлорфенола, 2-метоксифенола, 2,4-дихлорфенола, 2,6-дихлорфенола составила 93-100%; 2,6-диметоксифенола, 2,6-диметилфенола, 2,4,6-трихлорфенола – 79-83,3%; 3-метоксифенола, 4-метоксифенола, 4-хлорфенола – 32-59,7% и 2,4,5-трихлорфенола – 14,6%. Показано, что при условиях анализа «фенольного индекса» определяются также некоторые хлорфенолы и вещества, не принадлежащие к классу фенолов. При этом вклад каждого из них в «фенольный индекс» различный. Таким образом, исследования показали, что распространённые экстракционно-фотометрические методики зачастую не позволяют получить достоверные данные о содержании фенолов в сточных водах. Ранжирование сточных вод различных предприятий по их загрязнённости фенолами даст возможность адаптировать эти методики для более точного определения разных групп замещённых фенолов. Практические рекомендации по адаптации таких методик могут быть использованы при разработке нормативных документов и при определённой доработке могут получить «второе дыхание».

ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЕБРА В БИОЛОГИЧЕСКИХ ДОБАВКАХ, ПИТЬЕВЫХ И МИНЕРАЛЬНЫХ ВОДАХ

Н.В. Мазняк¹, В.Н. Лосев¹, А.П. Морозова²

¹Научно-исследовательский инженерный центр «Кристалл»,

²Сибирский Федеральный университет, 660041, Красноярск, пр. Свободный, 79

Проблема взаимосвязи качества, сбалансированности и безопасности продуктов питания, питьевой воды, биологически активных добавок для здоровья человека весьма актуальна.

Серебро относится ко второму классу опасности по санитарно-токсикологическому признаку вредности. Тем не менее, серебро вводят в качестве добавки в питьевые воды, продукты питания, биологически активные добавки (БАД), текстильные материалы, лекарственные средства, учитывая его антибактериальные, противовирусные и иммунокорректирующие свойства.

В работе проведено исследование семи водорастворимых серебросодержащих продуктов, в том числе препарата Coral Mine «Coral Club International» (измельченный коралл с добавками L-аскорбиновой кислоты и 2 мг серебра), применяемых для улучшения полезных свойств питьевой воды.

Содержание серебра и ряда других элементов в водных растворах БАД, питьевых водах различного минерального состава, назначения и категории качества устанавливали после оптимизации условий прямого зеемановского электротермического атомно-абсорбционного определения на спектрометрах КВАНТ-Z.ЭТА (продольный нагрев, импульсное питание источника излучения) и Analyst 600 (поперечный нагрев, непрерывное питание).

Изучены условия устранения влияния основы пробы в диапазоне pH 5,5-10,0 модифицированием матрицы в растворах со сложным минеральным составом различными металлосодержащими модификаторами, нитратом аммония (1М) и водным раствором аммиака (0,1-1М) с использованием различных способов введения образца и условий образования промежуточных соединений в условиях нагрева печи. Модифицирующий агент вводили до достижения определенного массового соотношения, например по аммиаку не менее, чем 1:20000.

Оценена термическая устойчивость гидратированных ионов, хлоридных и аммиачных комплексов серебра(I), полученных в условиях нагрева и вне печи. Показано, что введение аммиака повышает растворимость и устойчивость соединений серебра, устойчивость же аммиачных комплексов других элементов изменяется неоднозначно и согласуется с растворимостью гидроксидов. Термическое восстановление комплексов сопутствующих металлов происходит медленнее, при более низких температурах, что позволяет нивелировать сигнал фона и снизить предел обнаружения серебра в 3 раза.

Абсолютный и относительный предел обнаружения серебра, рассчитанный по 3S-критерию, для импульсного режима работы источника излучения составляют 0,00008 нг и 0,015 мкг/л при объеме дозирования 5 мкл и для непрерывного - 0,00031 нг; 0,031 мкг/л при объеме вводимой пробы - 10 мкл.

Полученные результаты показали, что содержание серебра в исследуемых образцах не превышало допустимые уровни, а в некоторых продуктах не соответствовало заявленным значениям.

Проведена проверка правильности предложенной методики методом добавок и сравнением с результатами, полученными в соответствии с ГОСТами на методы анализа данной продукции.

ВОЗМОЖНОСТИ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИЗЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

И.И. Малахова, В.Д. Красиков

Учреждение Российской академии наук Институт высокомолекулярных соединений
РАН, 199004, г. Санкт-Петербург, В.О., Большой проспект, д. 31

Хроматография является одним из наиболее динамично развивающихся методов аналитической химии. В экоаналитике наиболее широко используются газовая (ГХ) и колоночная высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). В то же время такой известный метод как тонкослойная жидкостная хроматография (ТСХ) сравнительно мало применяется для анализа объектов окружающей среды. Вместе с тем возможности современной высокоэффективной количественной тонкослойной (планарной) хроматографии (ВЭТСХ, ПХ) позволяют этому методу эффективно проводить аналитический контроль не только в лабораторных, но и в полевых условиях.

ВЭТСХ имеет следующие преимущества перед традиционными хроматографическими методами (ГХ, ВЭЖХ):

- простота и дешевизна базового оборудования для анализа;
- наличие портативных наборов для ТСХ и портативных, работающих на аккумуляторах, денситометров на основе приборов с зарядовой связью (ПЗС-матрицами) – электронными камерами;
- количественное определение объектов анализа возможно не только прямыми методами *in line* (спектрофотометрия, люминесценция, гашение люминесценции, денситометрия в видимой и ультрафиолетовой области спектра), но и методами *on line* – непрямого количественного анализа. В последнем случае не существует никаких ограничений в выборе самых современных методов физико-химического анализа – ИСП, ЯМР, ЭПР, ИК-Фурье спектроскопия и т.д.;
- анализ всех компонентов исследуемого вещества, даже тех, которые необратимо сорбируются при хроматографии (серьезное преимущество перед колоночными вариантами – ГХ и ВЭЖХ, где необратимая сорбция приводит не только к искажению результатов, но и зачастую приводит к выходу из строя самих колонок).

Показаны возможности ВЭТСХ для анализа различных органических и неорганических объектов исследований окружающей среды: фенолов, пестицидов, гербицидов, полициклических, ароматических углеводов (ПАУ), замещенных гидразинов, катионов тяжелых металлов и т.д.

ЭКСПРЕССНЫЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ФОРМ МЫШЬЯКА (III) И (V)

*Н.А. Малахова, Е.В. Викулова, Л.И. Колядина, Н.Ю. Стожко,
С.Ю. Сараева, Х.З. Брайнина*

Уральский государственный экономический университет, 620219
г. Екатеринбург, ул. 8 Марта, 62

Известно, что трехвалентная неорганическая форма мышьяка приблизительно в 60 раз более ядовита по сравнению с пятивалентной, в то время как органические соединения мышьяка примерно в 100 раз менее опасны, чем неорганические. Одним из наиболее важных аспектов токсичности мышьяка является его присутствие в избытке в земной коре, что иногда приводит к региональному загрязнению грунтовых вод в результате эрозии и выщелачивания из полезных ископаемых и руд. Для предотвращения потенциальных рисков как острого, так и хронического отравления миллионов людей мышьяком необходим жесткий контроль содержания различных форм этого металлоида в питьевой воде. Современные спектроскопические методы, хотя и являются универсальными, надежными и чувствительными лабораторными аналитическими инструментами, достаточно дороги и не нашли широкого применения для распознавания разных валентных форм элементов. Напротив, электроаналитические методы сочетают превосходную чувствительность с возможностью использования дешевого портативного оборудования, идеально пригодного для полевого и автоматического анализа, и обладают уникальной способностью обнаружения различных степеней окисления элементов.

В методе инверсионной вольтамперометрии отдельное определение каждой валентной формы неорганического мышьяка проводят в две стадии - до и после взаимопревращения между As (III) и As (V). Как правило, проводят восстановление As (V) до As (III), поскольку последний намного легче определяется методом вольтамперометрии. Процедура химического восстановления As (V) сульфитом или гидразином является трудоёмкой и требует нагревания. Для количественного химического окисления As (III) с помощью $KMnO_4$ при комнатной температуре достаточно нескольких минут. Однако собственно определение электрохимически малоактивного As (V) с использованием традиционных золотых электродов существенно затруднено, протекает на фоне концентрированных кислот и характеризуется высокими пределами обнаружения. Как показал наш опыт, модифицирование поверхности трансдьюсера ультра микро/наночастицами металлов приводит к лучшим - по сравнению с традиционно используемыми объемными и пленочными электродами - электроаналитическим характеристикам сенсоров.

Для решения проблемы высокочувствительного инверсионно-вольтамперометрического определения As (V) нами разработаны толстопленочные углеродсодержащие сенсоры, модифицированные ультра микро/наночастицами золота, полученными как электрохимически, так и с помощью химического синтеза. Оптимизированы условия отдельного определения As (III) и As (V), что позволило достичь PrO на уровне 0.05 мкг/л для обеих валентных форм при времени предварительного накопления не превышающем 90 с. Правильность определения As (V) предложенным способом подтверждена анализом ряда стандартных образцов и независимым методом ИСП МС.

В заключение стоит заметить, что используемая нами технология трафаретной печати открывает путь для массового производства дешевых и чувствительных сенсоров для определения следов As (III) и As (V) методом анодной инверсионной вольтамперометрии.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ ФОРМ РТУТИ В ПОЧВАХ ДЛЯ ВЫЯВЛЕНИЯ НАЧАЛЬНЫХ СТАДИЙ ЗАГРЯЗНЕНИЯ

И.Н. Маликова, Г.Н. Аношин, Ж.О.Бадмаева

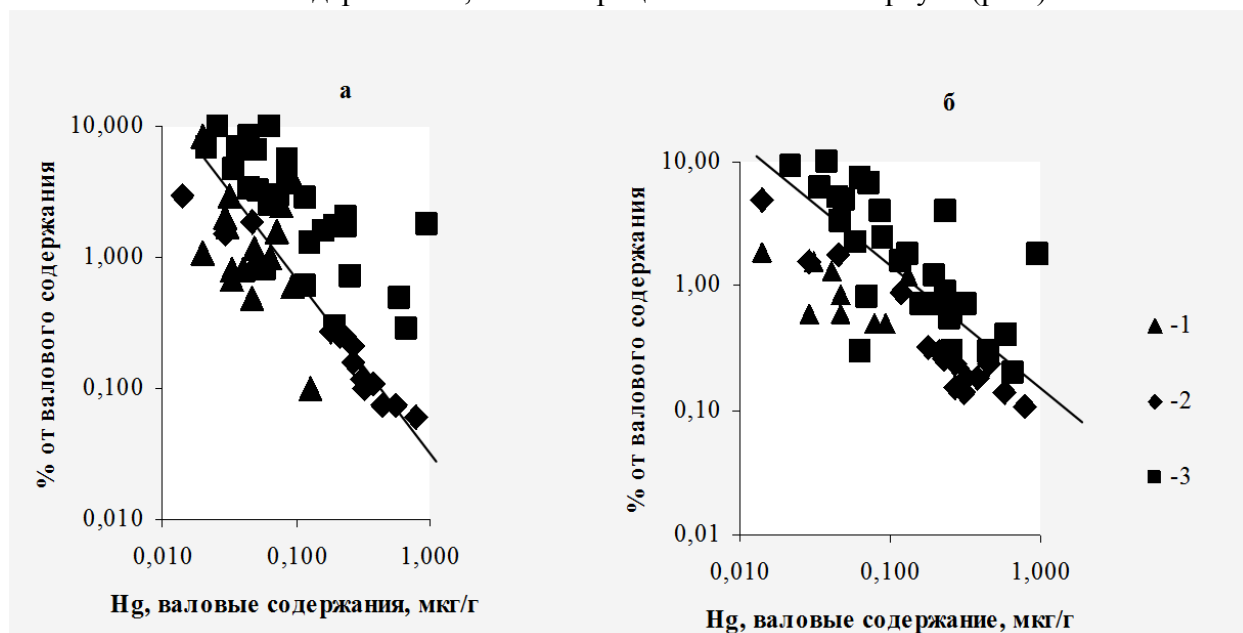
Институт геологии и минералогии СО РАН, 630090, Россия, г.Новосибирск,
пр. Ак. Коптюга, 3а, телефон (3832)333609, факс (3832)332792,
e-mail michurina@uiggm.nsc.ru

Большое значение для мониторинга и прогноза имеет выявление техногенного загрязнения территории ртутью в начальной его стадии.

Нами проведены определения общей ртути и ее подвижных форм в почвах фоновых районов, природных аномалий и природно-техногенных ландшафтов юга Западной Сибири. Определение растворимой ртути проводилось методом автономной экстракции по методике А.И. Обухова и И.О. Плехановой (1991). Для вытяжек готовились растворы: 1н HCl, ацетатно-аммонийный буфер (рН 4,8) и бидистиллированная вода. Соотношение веса почвы к раствору взято 1:10. Смесь встряхивалась до установления равновесия и фильтровалась. Определение ртути проводили атомно-абсорбционным методом «холодного пара» с использованием амальгамации на золотом сорбенте (спектрометр фирмы «Perkin Elmer» с ртутно-гидридной приставкой MHS-20.)

Водорастворимые формы извлекаются бидистиллированной водой; ионообменные формы, связанные с глинистыми минералами, оксидами и гидроксидами Al, Fe, Mn – ацетатно-аммонийным буфером; кислотнорастворимые (с разной миграционной способностью) переходят в солянокислую вытяжку.

Установлено, что в почвах урбанизированных территорий во всех трех вытяжках растворимость ртути более высокая, по сравнению с почвами природных ландшафтов : в водных растворах в 5,6-6,9 раз, в ацетатно-аммонийных – в 3,8-12,4 раз и наименее контрастны различия в солянокислых вытяжках – в 1,3-1,6 раз. Наиболее четко различия проявляются в водном и ацетатно-аммонийном экстрактах, как по абсолютным содержаниям, так и в процентах от валовой ртути (рис.).



Примечание: 1 - фоновые районы; 2 - районы природных аномалий; 3 - природно-техногенные ландшафты

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 09-05-01130, 10-05-00370 и 09-05-00137а.

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF SILVER IN WATER OF CASPIAN SEA

P.R. Mammadov

Baku State University

poladazer@gmail.com

Many spectrophotometric methods have been reported for the determination of silver. Among the very recent methods, in this paper the spectrophotometric determination of silver as nanoparticles has been reported. In the present investigations, a highly sensitive spectrophotometric method for the determination of silver, that is, a new route involving the reduction of silver(I) by glucose in the presence of gliserin media to produce a yellowish-brown product, is described. Interference studies involving various diverse species have been made. The results of applying the present method for the determination of silver in synthetic samples, compare favorably with the reported method.

The yellowish-brown silver nanoparticles solution with maximum absorption at 410 nm was formed when silver (I) ion was reduced by glucose. The yellowish-brown colours observed in solutions are symptomatic of the presence of silver nanoparticles in the solution. Strong absorption bands are observed to occur at ~ 400- 450 nm for silver nanoparticles in the solution. This characteristic resonance corresponds to excitation of surface plasmon vibrations in the silver nanoparticles and is responsible for the striking colours of the different samples. Beer's law is obeyed in the concentration range of 0.04 – 0.61 mg ml⁻¹ of silver, and the molar absorptivity is $3.62 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. The optical parameters, optimum reaction conditions and interference studies have been described.

The formation of the yellowish-brown silver nanoparticles solution was seen after heat solution to temperature range of 60 – 70 C. At temperatures above 70 C, the absorbance was stable. After 15 min, the absorbance of silver nanoparticles solution readings remained constant. However, a time of 30 min was sufficient to complete the analysis.

The precision of the proposed method was ascertained from the absorbance values of the actual determinations of five replicates of fixed amounts of the silver sample. The percentage relative standard deviation was calculated by the proposed method. To determine the accuracy of the proposed method, different amounts of samples containing silver were taken within the Beer's law limits and analyzed by recommended method. The proposed method has been applied to the determination of silver(I) in water of Caspian sea.

The proposed method for the determination of silver(I) is much simpler, selective and more sensitive than many other reported methods.

МОНИТОРИНГ АТМОСФЕРНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ХЛОРООРГАНИЧЕСКИМИ СОЕДИНЕНИЯМИ (ХОС) С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА ПАССИВНОГО ПРОБООТБОРА НА АЗИАТСКОЙ ТЕРРИТОРИИ РОССИИ

Е.А. Мамонтова, Е.Н. Тарасова, А.А. Мамонтов

ГУ РАН Института геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, 664033, Россия,
г. Иркутск, ул. Фаворского, 1А

Хлорорганические пестициды (ХОП, в т.ч. ДДТ, ГХЦГ, хлорданы), гексхлорбензол (ГХБ) и полихлорированные бифенилы (ПХБ) обладают схожими физико-химическими свойствами и способны длительно сохраняться в окружающей среде и переноситься на значительные расстояния, накапливаться по пищевой цепи и оказывать неблагоприятные эффекты на здоровье живых организмов вдалеке от их источников (Майстренко и др., 1996; АМАР, 1998; PCBs, 2001). Трансграничный транспорт и накопление высоких концентраций данных соединений в удаленных от их источников областях (например, в Арктике) остается одной из самых актуальных проблем современности, особенно в связи с изменениями климата (Barber et al., 2005; Wania et al., 1998, 2003, 2009). Изучение ХОС в атмосферном воздухе на территории России в основном проводится в Российской Арктике (Konoplev et al., 2009). Цель настоящего исследования: определить уровень загрязнения атмосферы и оценить трансграничный перенос ПХБ, ХОП и ГХБ и направление потоков ХОС в системе атмосферный воздух - почва на Азиатской территории России (АТР). Для выполнения поставленной задачи был использован метод пассивного пробоотбора атмосферного воздуха. Данный метод позволяет исследовать большие объемы воздуха и дает концентрации определяемого соединения за определенный период времени. Этот метод является менее затратным, чем активный пробоотбор. В качестве сорбирующей среды использованы диски из полиуретановой пены, которые были предварительно очищены СМС, затем ацетоном и дихлорметаном (экстракция в аппаратах Сокслетта). Диски устанавливались в сферических пробоотборниках, чтобы защитить их от значительного ветрового воздействия. Пробоотборники состоят из двух металлических полусфер, соединенных между собой металлической шпилькой, на которой устанавливается диск из полиуретановой пены так, чтобы он не касался стенок пробоотборника (Shoeib, Harner, 2002). В эксперименте получено, что через диск за сутки проходит около 3,5 м³ воздуха (Shoeib, Harner, 2002). Пробоотборники были установлены в некоторых населенных пунктах АТР – Иркутск, Красноярск, Якутск, Магадан, Анадырь, Хабаровск, Владивосток, Петропавловск-Камчатский и др., в их пригородах и в отдаленных районах в июне-августе 2008 и декабре 2008 – феврале 2009 гг. (Mamontova et al., 2011).

Концентрации ПХБ, ДДТ, ГХЦГ, хлорданов и ГХБ в атмосферном воздухе на АТР (Mamontova et al., 2011) соответствуют величинам, полученным в рамках глобального исследования атмосферного воздуха методом пассивного пробоотбора (GAPS-study) (Pozo et al., 2006). Распределение ХОС на АТР крайне неравномерно и может быть связано с влиянием в большей степени первичных (промышленных предприятий) и в меньшей степени – вторичных (например, почвы, накопившие высокие концентрации на предыдущее время) источников эмиссии. Распределение ХОС в системе воздух – почва в большинстве случаев говорит о преобладании процессов осаждения, а не возгонки. Наибольшие уровни ПХБ и ХОП характерны для промышленных городов с развитой химической промышленностью. Концентрации ХОС снижаются по мере удаления от источников их эмиссии.

Исследования выполнены при финансовой поддержке грантов РФФИ-ГФЕН № 07-05-92116, РФФИ №№ 10-05-00663, 07-05-00697, 10-05-93173-Монг_a.

СЕЗОННЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ В ПОЧВАХ ВОСТОЧНОЙ СИБИРИ С ТОЧКИ ЗРЕНИЯ ТРАНСГРАНИЧНОГО ПЕРЕНОСА

Е.А. Мамонтова, Е.Н. Тарасова, А.А. Мамонтов

ГУ РАН Института геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, 664033, Россия,
г. Иркутск, ул. Фаворского, 1А

Стойкие органические загрязнители (СОЗ) способны переноситься с атмосферными потоками на значительные расстояния от источников их образования или мест использования или хранения (Maskau, Wania, 1995; АМАР, 2004). Концентрации СОЗ в атмосферном воздухе зависят от различных факторов, включая температурный режим. В теплое время года происходит возгонка СОЗ с поверхности почвы (включая территории свалок и т.п.), а при отрицательных температурах - преобладают процессы осаждения (Maskau, Wania, 1995; АМАР, 2004). Климат на территории Восточной Сибири резко континентальный (с жарким летом и морозной зимой с частыми температурными инверсиями) (Атлас Иркутской области, 1962). Поэтому на данной территории изменения в перераспределении СОЗ в системе почва - атмосферный воздух вероятно хорошо выражены. Цель настоящего сообщения - представить первые данные исследования сезонной изменчивости СОЗ и элементного состава органического вещества (С, N, P) в поверхностном слое почв (0-5 см) в южном Прибайкалье. Для исследования сезонной изменчивости в почвах были выбраны две территории - в районе пос. Б. Голоустное (степные песчаные почвы) и пос. Б. Луг (лесные дерновые почвы). Пробы отбирались в районе пос. Б. Голоустное в II, VI, VII, VIII, IX, X и XI месяцы 2009, а в районе пос. Б. Луг в V, VII, IX, X, XI месяцы 2009 года. В почвах были определены 34 конгенера ПХБ, ГХБ, α - и γ -ГХЦГ, p,p' -ДДТ, p,p' -ДДД, p,p' -ДДЭ по методу, опубликованному ранее с использованием ГХ НР 5890 серия II с ДЭЗ (Mamontov et al., 2004). С, N, P определяли стандартными общепринятыми в исследовании почв практикой методиками.

Среднегодовое содержание СОЗ, С и P в степных почвах были ниже, чем в лесных. Концентрация же N, напротив, в песчаной почве была несколько выше, чем в лесной. Сезонные изменения СОЗ и элементного состава органического вещества у пос. Б. Луг более отчетливые, нежели в почве у пос. Б. Голоустное. Пониженные концентрации С в обоих случаях отмечены в сентябре-октябре и обусловлены, по-видимому, разбавлением осадками в летнее время. Наименьшие концентрации ПХБ в обоих типах почв найдены в июле-сентябре, ДДТ и его метаболитов - в лесных почвах - в июле-октябре, в степных - июле-октябре, ГХЦГ - в лесных - сентябре-ноябре, в степных - июле-августе. Наибольшие концентрации ПХБ в степных почвах обнаружены в феврале, июне, октябре, а в лесных - в мае и октябре-ноябре; ДДТ и его метаболитов и ГХЦГ - в степных - в феврале, в лесных - в мае и ноябре. Изменяется и соотношение индивидуальных соединений. Например, отношения α/γ -ГХЦГ, ДДТ/ДДЭ и ДДЭ/ДДД в лесных и степных почвах изменялись в пределах 2-5 и 1,5-2,7; 1,5-2,9 и 1-4,3; 1,8-4,8 и 2-4,3, соответственно, что говорит об изменениях как в механизмах метаболизма данных соединений, так и направления потоков в системе почва-атмосфера. Изменяется и соотношение гомологов ПХБ. Например, доля тетраХБ в июле-сентябре 17-22 % в степных и 10-15 % в лесных почвах, а в остальные месяцы 30-35 и 22-34 %, соответственно. И, наоборот, доля гексаХБ в июле-сентябре около 25 % в степных и 21-25 % в лесных почвах, а в остальное время 8,5-13 и 8,5-17 %, соответственно. Сильная достоверная связь найдена между распределением некоторых СОЗ и С в степных почвах и P в лесных. Таким образом, проведенные исследования показали сезонную изменчивость СОЗ и С, N, и P в почвах, которая может быть обусловлена: физико-химическими свойствами СОЗ, составом почвы, климатом - температурой и осадками (пониженные температуры, дожди, температурные инверсии) и антропогенными факторами (атмосферные источники).

Работа выполнена при поддержке РФФИ №№ 10-05-00663, 10-05-93173-Монг_а.

К ВОПРОСУ О ВЛИЯНИИ СЕЗОННЫХ ИЗМЕНЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ТОКСИКАНТОВ В ПОЧВАХ ВОСТОЧНОЙ СИБИРИ В ОЦЕНКЕ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЧВ

Е.А. Мамонтова, Е.Н. Тарасова, О.А. Пройдакова, И.Ю. Пархоменко
ГУ РАН Института геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, 664033, Россия,
г. Иркутск, ул. Фаворского, 1А

Токсиканты, поступающие с атмосферными выбросами наземных источников, осаждаются на поверхность почвы, где они накапливаются и затем могут вторично поступать в атмосферный воздух или проникать в глубжележащие слои. Цель настоящего сообщения – представить первые данные исследования сезонной изменчивости неорганических токсикантов в поверхностном слое почв (0-5 см) в южном Прибайкалье. Для исследования сезонной изменчивости в почвах были выбраны две территории – в районе пос. Б. Голоустное (степные песчаные почвы) и пос. Б. Луг (лесные дерновые почвы). Пробы отбирались каждый месяц или через месяц в весенне-летне-осенние сезоны и один раз при отрицательных температурах (ноябрь – лесные почвы и ноябрь, февраль – степные почвы). В почвах были определены валовые содержания Hg, Pb, Cd, Co, Ni, Cr, Cu, Zn, As (методом атомно-абсорбционной спектроскопии, ААС), а также формы нахождения Hg, Pb, Cd (собственно минеральная, физически связанная, хемосорбированная формы; методом ААС с термическим анализом). Элементный состав органического вещества (С, N, P) определялся стандартными общепринятыми в исследовании почв методиками (Руководство..., 2004).

В степных почвах концентрации Hg и Cd были ниже, Zn – практически одинаковыми, а Pb, Co, Ni, Cr, Cu и As – выше, чем в лесных почвах. Степень изменчивости содержания исследованных элементов в течение года различалась в степных и лесных почвах. Наибольшая величина отношения max/min концентраций в степных почвах отмечалась для As и Cd (1,87 и 1,4 раза), а в лесных Hg, Pb и Cu (2,3; 1,78 и 1,92 раза, соответственно). В степных почвах величина max/min для остальных элементов была незначительна и, вероятно, изменения их концентраций обусловлены ошибкой метода. В лесных почвах наименьшей сезонной изменчивости подвержены Cd, Co, Cr (max/min = 1,34-1,4). Изменения распределения Hg, Pb и Cd в течение года наиболее выражены в лесных почвах и изменяются следующим образом: максимальные концентрации отмечены в мае, затем к сентябрю снижаются на 35-55 %, а в ноябре после установления постоянного снегового покрова повышаются на 10-25 %. Обнаруживается достоверная ($p < 0,05$) сильная зависимость изменения содержания P и Hg ($r = 0,90$) (Тарасова и др., 2010), С и Cr ($r = 0,90$), N и Cu ($r = 0,91$) и Zn ($r = 0,93$).

При рассмотрении форм нахождения Hg, Pb и Cd было обнаружено: Hg в лесных почвах находится в собственно минеральной (Мин) форме; Pb в лесных почвах – в физически связанной (ФС), Мин (все сезоны) и хемосорбированной (ХС) (в мае-июле) формах; а в степных – в ФС, ХС (все сезоны), Мин (февраль, июль, ноябрь) формах. Cd в лесных почвах находится в ХС (все сезоны), Мин (все сезоны, кроме июля) и ФС (июль) формах; в степных – в ХС (кроме августа) и Мин (кроме июня) формах. Соотношение Мин и ХС форм нахождения Cd в лесных и степных почвах изменяется значительно в течение года, несмотря на то, что размах величин валового содержания Cd не велик.

Таким образом, проведенные исследования показывают, что сезонная изменчивость валовых содержаний элементов и форм их нахождения в почвах существует. Она может быть обусловлена: физико-химическими свойствами элементов, составом почвы (разница в содержании С и Р), климатом – температура и осадки (пониженные температуры, дожди, температурные инверсии) и антропогенными факторами (атмосферные источники). Необходимо продолжить проведения исследований с включением в программу работ определение органических форм нахождения элементов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ №№ 10-05-00663, 10-05-93173-Монг_а.

АВТОМАТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ МУЛЬТИСЕНСОРНОГО СКАНИРОВАНИЯ ПРИ ПОМОЩИ СПЕКТРОФОТОМЕТРА X-RITE EYE ONE PRO

Д. Ю. Марченко, С.И. Петров

ГОУ ВПО Российский государственный университет нефти и газа им. И.М. Губкина,
119991, ГСП-1, В-296, Москва, Ленинский проспект-65,
e-mail: dmitrismailr@mail.ru

Ранее мы впервые предложили использовать для детектирования оптических сигналов хромогенных тест-средств портативный полиграфический спектрофотометр с дифракционной решеткой EYE-ONE PRO [1] швейцарской фирмы Gretag Macbeth, в настоящее время выпускаемый американской фирмой X-RITE. В работе [2] нами были оценены возможности применения подхода для повышения экспрессности полуколичественного определения окрашенных соединений методом ТСХ в режиме ручного сканирования с применением свободно распространяемого пакета программ ARGYLL.

Для автоматизации сканирования химических сенсоров, в данной работе нами изучены возможности применения совместно с прибором программного обеспечения: Gretag Macbeth Measure Tool, X-Rite Color Port, Basiccolor, Binuscan Photoretouch Pro, Babelcolor Patch Tool.

В ручном полуавтоматическом режиме для измерения практически без грубых случайных ошибок с производительностью 5 изм. в сек., допустимо наличие не более 10 сенсоров, размером не менее 6x8 мм в ряду, разделенных контрастными разделителями шириной не менее 2мм.

В автоматическом режиме с приставкой EYE-ONE IO, при условии регулярного расположения измеряемых зон сенсоров на одинаковом расстоянии друг от друга, и размере окрашенных зон не менее 4x4 мм., наблюдается увеличение производительности до 400 измерений в мин. Улучшается повторяемость по сравнению с ручным полуавтоматическим режимом, отсутствуют грубые ошибки измерения оптических слоев толщиной до 10 мм.

Как показали наши исследования, совместимое со спектрофотометром EYE-ONE PRO программное обеспечение позволяет осуществлять сканирование линейных сборок оптических сенсоров в ручном полуавтоматическом режиме, а при использовании приставки EYE-ONE IO возможно автоматическое сканирование 2D-матричных сборок оптических сенсоров. Найденный подход использован для разработки мультисенсорных сборок химических оптических сенсоров и контроля их качества.

Литература

1. Островская В.М., Прокопенко О.А., Середа В.В., Марченко Д.Ю. Использование миниспектрофотометра Eye-One Pro для ускоренного определения веществ с помощью тестовых средств./Тез. Докл. На III Всероссийской конференции «Аналитика России 2009» Краснодар, 27 сентября – 3 октября 2009г., С.147
2. Марченко Д.Ю., Петров С.И. Расширение возможностей твердофазно-спектроскопического и цветометрического детектирования в тонких слоях сорбентов при помощи полиграфического спектрофотометра eye-one pro./Тез. Докл. На III Всероссийской конференции «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез» Краснодар, 26 сентября – 1 октября 2010г.

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ И ТЕСТ-МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Т.И. Маслакова¹, А.В. Колташева¹, И.Г. Первова¹, И.Н. Липунов¹, Т.Н. Дуброва²
¹ Уральский государственный лесотехнический университет, 620100, Екатеринбург,
Сибирский тракт, 37, *e-mail*: biospera@usfeu.ru
² Межведомственный центр аналитических исследований в области физики, химии и
биологии при Президиуме Российской академии наук
119333, Москва, ул. Вавилова, 44, корп. 2

В последние годы разрабатываются и исследуются новые оптические материалы, в состав которых вводят активирующие добавки, улучшающие их рабочие характеристики. В качестве люминесцирующих добавок применяются соединения редкоземельных металлов, небольшие отклонения содержания которых от заданных значений могут существенно изменить функциональные свойства материалов.

Обобщены результаты исследований спектрофотометрических методов определения микрограммовых количеств тербия, европия и иттербия с целью использования их для контроля содержания РЗЭ (III) в оптических материалах различного состава. Найденны оптимальные условия взаимодействия 1-(2-гидрокси-4(5)-нитрофенил)-бензазолформазанов с ионами РЗЭ(III).

Установлены интервалы концентраций, в которых соблюдается закон Бера, рассчитаны параметры градуировочных графиков. Нижний предел обнаружения тербия, европия и иттербия составляет 14,1; 13,6 и 15,5 нг/мл, соответственно.

Выбраны способы устранения мешающего влияния основных компонентов оптических материалов при определении микрограммовых содержаний РЗЭ.

Изученные 1-(2-гидрокси-4(5)-нитрофенил)бензазолформазаны были использованы для разработки экспресс-методик обнаружения и определения РЗЭ на основе матриц из хлопковых (лен, бязь, фланель, хлопок) и полиамидных волокон. Слабое удерживание ионов РЗЭ(III) на хлопковой матрице приводит к их вымыванию потоком анализируемого раствора, поэтому чувствительность определения ионов РЗЭ(III) на хлопковой матрице невысока. Установлено, что ионы РЗЭ(III) прочно удерживаются на поверхности полиамидного волокна. При контакте с растворами *o*-гидроксифенил-замещенных бензазолформазанов наблюдается стойкий аналитический эффект ($\Delta\lambda = 230$ нм) при содержании сорбированных ионов в растворе ≤ 0.01 – 0.03 мг/л. Степень удерживания составляет 90-95%.

Методики проверены способом “введено-найденно” на модельных растворах. Метрологические характеристики свидетельствуют об их правильности и отсутствии систематических погрешностей.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПИРИДИНА

Т.И. Маслакова

Уральский государственный лесотехнический университет, 620100, Екатеринбург,
Сибирский тракт, 37, e-mail: biospera@usfeu.ru

Среди различных классов органических веществ большую опасность представляют гетероциклические соединения, одним из представителей которого является пиридин. Кроме того, максимальные концентрации пиридина обнаружены на глубинах 1700-2200 м, которые характеризуются наибольшей нефтенасыщенностью разреза. Высокие содержания пиридина характеризуют и воды новых разведочных площадей северных районов с еще не доказанной нефтегазоносностью на глубинах ниже 3000 м. Поэтому разработка экспресс-контроля пиридина на уровне его предельно допустимых концентраций остается актуальной задачей.

В докладе обобщены результаты исследований спектрофотометрического определения содержания пиридина в водных объектах окружающей среды с помощью 1-(2-гидрокси-4(5)-нитрофенил)-3-этил(изопропил)-5-(1-бензилбензимидазол-2-ил)формаза-натов никеля. Данные высокоокрашенные ВКС (λ макс. \approx 510-515 нм) при взаимодействии с пиридином образует глубокоокрашенные аддукты, максимум поглощения которых лежит в области 680-720 нм. Состав аддукта в растворе установили двумя методами – методом изомолярных серий и методом молярных отношений. Оба метода привели к одному результату – соотношение ВКС: пиридин составило 1:2.

Установлены интервалы концентраций, в которых соблюдается закон Бера, рассчитаны параметры градуировочных графиков. Нижний предел обнаружения пиридина составляет 6.3 нг/мл.

Определению пиридина не мешает органические основания (анабазин, никотин и др.).

Методики проверены по способу “введено-найдено” на модельных растворах. Метрологические характеристики свидетельствуют об их правильности и отсутствии систематических погрешностей.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ КОНТАКТНОГО ОБНАРУЖИТЕЛЯ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ

В.Т. Мацаев, И.А. Буряков, О.Ю. Пыхтеев, Г.Г. Сороко

Основными аналитическими показателями контактного обнаружителя следовых количеств взрывчатых веществ являются: предел обнаружения массовой доли аналита; диапазон определяемого содержания аналита; время установления показаний (быстродействие).

В экспериментах использовали исходные растворы 2,4,6-тринитротолуолат (ТНТ), циклотриметилтринитрамина (гексоген) и пентаэритриттетранитрата (ТЭН) в ацетоне концентрацией 3.3×10^{-4} г/см³, ТУ 84-08628424-804-2004.

Для определения предела обнаружения по массе использовали носитель, имитирующий пальцы рук (одноразовая перчатка из инертного полимерного материала) на который наносили растворы, подготовленные из исходных.

Пределы обнаружения составили, г: ТНТ – 1×10^{-8} ; гексоген – 1×10^{-8} ; ТЭН – 9×10^{-9} .

Диапазон определяемого содержания ТНТ составил, г: 1×10^{-8} – 1×10^{-6} .

Время установления показаний составило:

10 секунд при температуре окружающего воздуха 10°C,

5 секунд при температуре окружающего воздуха 35°C.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ДВУХ БИФЕРМЕНТНЫХ СЕНСОРОВ НА ЕДИНОЙ ПОДЛОЖКЕ В ОПРЕДЕЛЕНИИ ГЕРБИЦИДОВ ТРИАЗИНОВОГО РЯДА

Э.П. Медянцева, Р.М. Варламова, Г. Р. Саханова, Г.К. Будников

Казанский (Приволжский) федеральный университет,
420008, г.Казань, ул.Кремлевская 18. Химический институт им. А.М.Бутлерова

Для решения задач совместного определения из одной пробы нескольких соединений или более надежного открытия отдельного соединения в сложной по составу смеси перспективно использование многоэлектродных биосенсоров (систем из нескольких биосенсоров) на основе разных иммобилизованных ферментов, соединенных на единой подложке.

Рассмотрена возможность использования системы из четырех амперометрических биосенсоров на основе двух иммобилизованных ферментов разных классов: цистеиндесульфгидразы (ЦДГ) и холинэстеразы (ХЭ) с использованием в качестве первичного преобразователя системы планарных платиновых (screen-printed) электродов, для определения некоторых пестицидов из одной пробы.

Основой холинэстеразных и цистеиндесульфгидразных биосенсоров служила система из четырех планарных рабочих электродов (платиносодержащая паста), на двух из которых иммобилизовали холинэстеразу из сыворотки крови лошади и на других двух - цистеиндесульфгидразу, полученную из гомогената проростков пшеницы. В ряде исследований использовали модифицированные нанотрубками рабочие поверхности электродов, что позволило изменить улучшить некоторые аналитические характеристики предлагаемых биосенсоров.

На примере действия гербицида триазинового ряда пропазина на иммобилизованные ХЭ и ЦДГ входящих в состав биочувствительной части биферментного амперометрического сенсора показано, что его присутствие оказывает ингибирующее действие в диапазоне концентраций от 1×10^{-6} до 5×10^{-10} моль/л для холинэстеразного и 1×10^{-6} до 1×10^{-10} моль/л для цистеиндесульфгидразного биосенсора. Это отражается в уменьшении величины аналитического сигнала в случае холинэстеразного биосенсора (токи окисления специфичного субстрата ХЭ - бутирилтиохолин хлорида при потенциале +0.55 В) и увеличении тока окисления цистеина при потенциале +0.7 В в случае цистеиндесульфгидразного биосенсора по сравнению с отсутствием в растворе гербицида. Нижняя граница определяемых содержаний c_n составляет в этих условиях 9×10^{-11} моль/л для ХЭ и 7×10^{-11} моль/л для ЦДГ биосенсоров.

Рабочие условия определения пропазина: фосфатный буфер с рН =7.6, концентрация субстрата (бутирилтиохолинхлорида и L-цистеина) 1×10^{-3} М.

Степень (процент) ингибирования при действии на фермент – субстратную систему бутирилтиохолин хлорид – ХЭ составил для пропазина от 50.0 ± 0.5 % до 70.0 ± 0.8 % , для системы цистеин – ЦДГ от 55.0 ± 0.6 % до 76.0 ± 0.8 % в изученной области концентраций. Погрешность определения не превышает 0.06 (s_p).

Использование гомогенатов растительных тканей как источника ферментов оказалось перспективным, поскольку позволяет получать недорогие, доступные и достаточно активные образцы иммобилизованной ЦДГ, поскольку фермент в этом случае меньше подвержен инактивации под действием изменения рН и температуры.

Использование предлагаемой системы биосенсоров в качестве регистрирующего устройства для определения как группы триазиновых гербицидов, так и отдельного соединения при иммуноэкстракции позволяет повысить надежность определения.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 08-03-00749а).

МОНИТОРИНГ ВОЗДУШНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ В РАЙОНЕ СВИНОВОДЧЕСКОГО КОМПЛЕКСА

А.Ф. Мейсурова, С.Д. Хижняк, П.М. Пахомов

ГОУ ВПО «Тверской государственной университет», 170100 г. Тверь, Желябова, 33;
e-mail: alexandrauraz@mail.ru

Развитие животноводства тесно связано с накоплением навозосодержащих отходов. В результате плохой утилизации, азотсодержащие отходы в виде навоза при контакте с водой и мочой, выделяют большое количество аммиака ($20-35 \text{ мг/м}^3$) и летучие органические вещества. В этой связи очевидна актуальность исследований по оценке уровня загрязнения атмосферы вблизи крупных животноводческих комплексов. Информативными являются данные Фурье-ИК спектрального анализа изменений в химическом составе эпифитных лишайников. Точная идентификация типов образуемых соединений в результате накопления лишайником поллютанта позволяет с успехом применять данный метод в мониторинге воздушного загрязнения. Цель работы – оценка состояния атмосферы в районе свиноводческого комплекса с помощью Фурье-ИК спектрального анализа эпифитных лишайников.

Для спектрального анализа выбраны образцы распространенного гемерофильного вида *Xanthoria parietina* (L.) Belt. Сбор материала проведен на территории ОАО племзавод «Заволжский» (пос. Заволжский Калининский р-н Тверской обл.) и его окрестностях в юго-восточном направлении с учетом розы ветров. При записи ИК спектров образцов использован стандартный метод. Регистрация спектров осуществлена на Фурье-ИК спектрометре «Equinox 55». Количественный спектральный анализ проведен с помощью программы OPUS-NT.

С помощью спектрального анализа лишайников, собранных в районе ОАО племзавод «Заволжский», удалось установить в воздухе наличие аэрозоля аммиака и азотной кислоты. В спектрах образцов *X. parietina*, собранных на территории завода обнаружены полосы при $1384 \text{ v}_s(-\text{O}-\text{NO}_2)$, $1401 \text{ см}^{-1} \delta(\text{N}-\text{H})$ и $1604 \text{ см}^{-1} \delta(\text{NH}_2^+)$. Появление этих полос свидетельствует о присутствии в слоевищах алкилнитратов ($\text{R}-\text{O}-\text{NO}_2$), органических аммонийных солей ($\text{R}-\text{COONH}_4$) и аминов ($\text{CH}_3-\text{N}<$). Алкилнитраты в лишайниках появляются в результате взаимодействия HNO_3 со свободными OH-группами основного компонента клеточных стенок – лишенина. Образование алкилнитратов сопровождается окислением OH-групп лишенина до $>\text{C}=\text{O}$ и $>\text{COOH}$. В результате взаимодействия NH_3 с $>\text{COOH}$ -группой, в лишайниках образуются аммонийные соли. Это один из путей детоксикации ядовитого NH_3 . Появление ядовитых аминов в слоевище может происходить путем декарбоксилирования аминокислот, а также в результате превращения поглощенного лишайником NH_3 в амины путем аммонолиза OH-групп лишенина или восстановительного аминирования $>\text{C}=\text{O}$ каталитическим гидрированием.

В ИК спектрах образцов, собранных в окрестностях ОАО племзавод «Заволжский», нет изменений при 1604 см^{-1} . В данных образцах также отмечено существенное снижение содержания алкилнитратов и аммонийных солей по мере удаления от источника загрязнения. Установлено, что источником повышенного содержания аммиака в воздухе являются, в первую очередь помещения откорма скота и навозохранилища. Чрезмерное загрязнение нитратами окрестных мест, по-видимому, является следствием нарушения технологии применения навоза (необходимо вносить перепревший навоз), передозировкой полей навозными стоками.

В дальнейшем целесообразно проведение мониторинговых исследований на других животноводческих комплексах области.

Работа выполнена при поддержке Гранта Президента РФ № 02.120.11.1385-МК от 28.06.2010

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРХЛОРАТ - И ПЕРРЕНАТ-ИОНОВ В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ С ПОМОЩЬЮ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ ИОНОСЕЛЕКТИВНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ И ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ НА ГРАНИЦЕ ЭЛЕКТРОЛИТ-ЭЛЕКТРОЛИТ

А.П. Мельников, Н.К. Зайцев, С.В. Шорин, В.В. Юрицын
РГУ нефти и газа им. И.М.Губкина, г. Москва, 11991, ГСП-1,
Ленинский проспект 65

Определение ионного состава с помощью потенциометрических ионоселективных электродов и вольтамперометрии на твердотельных электродах являются рутинными методами в экоаналитической химии, однако вольтамперометрия с помощью амперометрических ионоселективных электродов до сих пор находит ограниченное применение. В настоящей работе мы сообщаем о применении амперометрических ионоселективных электродов для определения перхлората в почве (для контроля загрязнения почвы при уничтожении твердотельных ракетных двигателей) и перренат –иона в сернокислотных растворах подземного выщелачивания.

Для реализации вольтамперометрии на границе электролит-электролит применяют системы растворителей типа вода-нитробензол или вода – о-фенилоктиловый эфир (менее опасный аналог нитробензола). При этом в воду добавляют соль с гидрофильными катионом и анионом, а в органическую фазу – соль с крайне гидрофобным как катионом, так и анионом. В этих условиях каждый из растворителей обладает высокой электропроводностью, а граница раздела фаз ведет себя как поляризуемый электрод. Появление в системе (например, в водной фазе) любого иона с промежуточной гидрофобностью в этих условиях может быть количественно зафиксировано по появлению дополнительных токовых пиков на соответствующих вольтамперограммах. Перхлорат- и перренат-ионы представляют собою полугидрофобные ионы и очень удобны для определения методом вольтамперометрии на границе раздела фаз электролит. С другой стороны, они крайне неудобны для определения методами классической вольтамперометрии. Для потенциометрических ионоселективных электродом в природных объектах могут существовать многочисленных мешающие ионы.

Урановые растворы подземного выщелачивания после нейтрализации и фотохимической обработки в течение 15 минут в присутствии перекиси водорода оказались удобным объектом для определения перрената. Цель пробоподготовки заключается не только в удалении органики и сульфидных компонентов. Но также и в переводе всех форм рения в перренат-ионы. Предел обнаружения перренат-иона методом инверсионной переменноточковой вольтамперометрии на амперометрическом ионоселективном электроде с помощью 4-электродного полярографа Экотест-ВА4 составил 0,01 мг/л.

Определение перхлорат-иона в почвенных вытяжках также оказывается возможным, если почвы не содержат больших количеств нитрат-ионов. Если концентрация нитрат-ионов превосходит концентрацию перхлорат-ионов не более, чем в 100 раз, вольтамперометрические пики перхлора-иона и нитрата эффективно разрешаются и предел обнаружения перхлорат-иона равен 0,01 мг/кг почвы.

ПЕРСПЕКТИВЫ МЕТОДА ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ СЛЕДОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПЕРХЛОРАТА АММОНИЯ В РАЗЛИЧНЫХ ОБЪЕКТАХ ПРОИЗВОДСТВЕННОЙ, ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И БИОСРЕДАХ

В.А. Минаев, В.В. Шлыгин, С.А. Бусев

Федеральное государственное учреждение «Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна»
123182, г. Москва, ул. Живописная, д. 46

В соответствии с договорами об ограничении стратегических наступательных вооружений предусмотрена ликвидация большого количества твердотопливных ракет. Кроме того, учитывая естественные процессы старения топлива, ежегодно дополнительно около 25000 тонн ракетных топлив признаются устаревшими и подлежат уничтожению.

В процессе утилизации твердотопливных ракет образуется широкий ряд различных веществ, одним из наиболее приоритетных представителей этого ряда с точки зрения токсиколого-гигиенической оценки является перхлорат аммония.

В соответствии с Федеральным законом «Об охране окружающей среды» предусмотрена система мер, направленная на предотвращение, выявление и пресечение нарушений законодательства в области охраны окружающей среды. Одним из важных аспектов этой системы является санитарно-гигиенический мониторинг, включающий в себя в первую очередь сбор информации о наличии контролируемого компонента (в нашем случае – перхлората аммония): в воздухе рабочей зоны; в смывах с кожных покровов, поверхностей строительных конструкций и средств индивидуальной защиты; в атмосферном воздухе санитарно-защитной и селитебной зон; в воде водных объектов санитарно-бытового, хозяйственно-питьевого, рыбохозяйственного назначения, а также в талой воде снегового покрова; в почве; в растениях (сочные ткани); в биологических жидкостях (кровь, молоко, моча и т.д.).

Из всех перечисленных объектов наиболее сложными с точки зрения проведения химического анализа, несомненно, являются почва, растения и биологические жидкости.

Специалисты ФГУ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России, руководствуясь опытом коллег из ФГУН НИЦ ТБП ФМБА России, разработали «Методику измерений массовой концентрации перхлората аммония в пробах почвы ионнохроматографическим методом» (МУК 4.1.051-10, утверждены 28.12.2010 г.). Данная методика позволяет достоверно определять массовую концентрацию перхлората аммония в почве на уровне 0,01 мг/кг (1/10 величины существующего гигиенического норматива) при показателях воспроизводимости и точности, не превышающих 11 и 26 % соответственно, что соответствует требованиям ГОСТ 17.4.3.03-85 «Охрана природы. Почвы. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ».

Результаты проведенных исследований показали, что метод ионной хроматографии обеспечивает чувствительность измерений массовых концентраций перхлората аммония в атмосферном воздухе населенных мест на уровне 1/8, воздуха рабочей зоны - 1/100, воды водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения – 1/500, рыбохозяйственного назначения – 1/11 существующих экологических и гигиенических нормативов.

В настоящее время ведутся работы по разработке методик измерений массовых концентраций изучаемого контаминанта в пробах растений и биологических жидкостей.

НОВЫЙ ПОДХОД К МОНИТОРИРОВАНИЮ СОСТОЯНИЯ И ГЛУБИНЫ ПОРАЖЕНИЯ РАБОТНИКОВ В РАБОЧИХ ЗОНАХ ПРЕДПРИЯТИЙ ПО ВЫДЫХАЕМОМУ ВОЗДУХУ

А.А. Мишина¹, Т.А. Кучменко¹, Д.Л. Чувашев², В.А. Бесько²

¹ГОУ ВПО «Воронежская государственная технологическая академия»,
Воронеж, проспект Революции, 19, 394036

²ГОУ ВПО «Воронежская государственная медицинская академия им. Н.Н.
Бурденко», Воронеж, ул. Студенческая, 10, 394036

Одной из важных экологических задач является мониторинг окружающих объектов, а также учет влияния внешних факторов на живые организмы. В частности на предприятиях крупной промышленности, таких как угольнодобывающая, силикатная, шинная, вредные выбросы загрязняют окружающую среду, но и отравляют человека, работников предприятия. В связи с этим актуально на ранних стадиях устанавливать начавшиеся паталогические изменения в организме. Предложен способ оценки состояния здоровья работников различных предприятий по выдыхаемому воздуху для экспрессного получения много информативных данных о состоянии, степени выраженности, тенденциях развития и лечения заболеваний в частности верхних дыхательных путей без сложного, дорогостоящего оборудования, стадии забора крови и других биоматериалов. Такой подход в диагностике бронхолегочных заболеваний позволяет определить воспаление легких, развивающуюся астму, обструктивные заболевания легочной ткани за одну процедуру обследования (не более 20 мин).

Диагностика проводится на основании выделения газов-маркеров, специфичных к определенным видам бронхолегочных патологий (этанол, уксусная кислота, ацетон, аммиак, углеводороды, аэрозоли, азотсодержащие соединения), и детектирования их высокочувствительными сенсорами на основе пьезокварцевых резонаторов. Преобразование сигналов сенсоров в электрический сигнал происходит с помощью микропроцессорной схемы считывания сигналов и передачи их в программу, с последующей обработкой по методу главного компонента и визуализацией и выводом на экран дисплея для принятия решения.

На первом этапе исследовали сорбцию индивидуальных газов-маркеров и их модельных смесей на уровне микроконцентраций методом пьезокварцевого микровзвешивания на пленках различной природы: стандартных хроматографических фазах различной полярности, универсальных, в том числе углеродных наноматериалах, а также специфично ориентированных к свойствам сорбатов.

Установлен накопительный характер сорбции паров азотсодержащих веществ на наиболее эффективных для них специфичных сорбентах. Пары ацетона и метилэтилкетона эффективно сорбируются на универсальных пленках сорбентов. Пары органических кислот быстро и эффективно сорбируются на полярных пленках. В качестве мешающих компонентов при исследовании сорбции модельных смесей использовали этилацетат и ароматические амины, которые могут присутствовать при сопутствующих заболеваниях эндокринной системы. Установлено, что ароматические амины практически не влияют на сорбцию газов-маркеров. Присутствие этилацетата усиливает сорбцию спиртов. Совместное присутствие аммиака и соединений с карбоксильной группой приводит к отрицательной сорбции на специфичных сорбентах (компенсационный механизм). Разработан алгоритм раздельного определения газов-маркеров в модельных смесях с использованием метода главного компонента.

Работа выполнена в рамках грантов ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России 2009-2013 гг.» з/к № П2264 от 13.11.09 и ФЦП «Инновации России», подпрограмма «СТАРТ-10», з/к 7641Р/10429 от 26.02.2010.

ПРЯМОЕ РЕНГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПЕНОПОЛИУРЕТАНОВЫХ СОРБЕНТОВ

О.В. Моногарова, К.В. Осолок

Государственный университет имени М.В. Ломоносова, химический факультет,
119991, Москва, Ленинские горы, дом 1, строение 3, ГСП-1, Московский

Одним из методов, широко используемых в последнее время при создании гибридных сорбционно-спектроскопических методик определения тяжёлых металлов в питьевых водах, является рентгенофлуоресцентный (РФ) метод. Во всех работах, посвященных РФ-определению ионов металлов в водах с использованием пенополиуретановых (ППУ) сорбентов, пристальное внимание уделено стадии сорбции, а РФ-окончание присутствует лишь номинально. Образец ППУ с сорбатом либо сжимают между двумя майларовыми плёнками, либо смешивают с клеем, прижимают к майларовой плёнке и измеряют интенсивность рентгеновской флуоресценции. По-видимому, малое число публикаций по этому направлению обусловлено скромными аналитическими характеристиками описанных методик. Действительно, нижняя граница определяемых содержаний, как правило, выше 10 мкг металла на сорбенте, а диапазон линейности градуировочной зависимости обычно не превышает одного порядка. Однако, принимая во внимание довольно высокое относительное содержание аналита на ППУ сорбенте, можно утверждать, что ресурс сорбционно-РФ подхода далеко не исчерпан.

Целью настоящей работы является совершенствование стадии измерения аналитического сигнала для улучшения метрологических характеристик гибридных сорбционно-РФ методик анализа вод с использованием ППУ сорбентов. Предложен комплексный подход к решению проблемы, ограничивающей возможность применения гибридных РФ-ППУ методик при неорганическом анализе вод. Данный подход сочетает несколько приемов: концентрирование определяемых элементов на ППУ сорбенте малой массы (~ 1 мг); измерение аналитического сигнала на образцах ППУ толщиной менее 1 мм; совершенствование кюветы для проведения РФ измерений указанных образцов; использование всего количества сорбата при формировании аналитического сигнала. Первые три приёма направлены на уменьшение интенсивности фонового сигнала в РФ спектре, обусловленного рассеянием тормозного излучения рентгеновской трубки на «лёгкой» матрице сорбента и на стенках кюветы. Последний приём позволяет увеличить интенсивность аналитической линии. Эффективность предложенного подхода апробирована при определении кобальта в воде после предварительного концентрирования в виде тиоцианатных комплексов. Нижняя граница определяемых содержаний составила 70 нг на ППУ сорбенте, а диапазон линейности градуировочной зависимости – 2 порядка. Верхняя граница лимитируется сорбционной емкостью ППУ.

В настоящей работе для приготовления градуировочных образцов был также использован способ «накапывания – выпаривания». Метрологические характеристики определения кобальта, проведённого с использованием градуировочных образцов, полученных при сорбционном концентрировании и в случае принудительного нанесения ионов металла на ППУ носитель, оказались сопоставимы. Это обстоятельство позволило выполнить экспериментальную оценку возможностей предложенного комплексного подхода к совершенствованию гибридных РФ-ППУ методик. Показано, что Mn, Co, Ni и Pb в питьевых водах можно определять после предварительного концентрирования металлов в статических условиях из 25 мл раствора.

АНАЛИЗ ВОДЫ РЕК ТВЕРИ НА СОДЕРЖАНИЕ НИТРИТ-ИОНОВ

Е.Г. Морозов, В.М. Никольский
Тверской Государственный Университет,
170100, Россия, Тверь, ул. Желябова, 33

Органы санэпиднадзора нашей страны допускают содержание нитрит-ионов в питьевой воде не более 3,3 мг/л, однако ПДК сбросов промышленных вод в канализацию по нитрит-ионам составляет 0,08 мг/л. В связи с этим перед нами была поставлена актуальная задача по мониторингу содержания нитрит-ионов в реках города Твери.

В своей работе по определению содержания нитрит-ионов в реках города Твери (Тьмака, Тверца и Волга) мы использовали методику, допущенную для целей государственного экологического контроля ПНД Ф 14.1:2.3-95 «Методика выполнения измерений массовой концентрации нитрит-ионов в природных и сточных водах фотометрическим методом с реактивом Грисса». В соответствии с указанной методикой нами был построен градуировочный график, по которому определяли содержание нитрит-ионов в пробах воды из рек города Твери.

Пробы воды в реках отбирались в трех различных местах. Забор первой пробы воды осуществлялся в том районе, где воздействие антропогенных факторов ещё минимальное (р. Тьмака – р-н Желтикова монастыря, р. Тверца – выше ТЭЦ-3 и р. Волга – р-н Мигалово), а забор третьей пробы воды осуществлялся или в устьях рек (р. Тьмака и р. Тверца) или на выходе из города Твери (р. Волга – р-н Химинститута). Вторая проба воды нами была взята из каждой исследуемой реки в месте расположения предприятий (р. Тьмака – р-н парка «Текстильщик», р. Тверца – место впадения в неё ручья от ТЭЦ-3, вторая точка забора пробы воды в р. Волга находится между местами впадения Тьмаки и Тверцы (р-н кинотеатра «Звезда»). Результаты анализа проб воды, взятых из трех рек г. Твери представлены в таблице.

Номер пробы	Место отбора	C(мг/л)±Δ
	р. Волга	
1.	в р-не Мигалово	0,070±0,01
2.	в р-не к/т «Звезда»	0,076±0,01
3.	в р-не Химинститута	0,078±0,01
	р. Тьмака	
1.	в р-не Желтиково	0,059±0,01
2.	в р-не «Текстильщик»	0,062±0,01
3.	в р-не г. «Волга»	0,063±0,01
	р. Тверца	
1.	До ТЭЦ-3	0,056±0,01
2.	Ручей от ТЭЦ-3	0,059±0,01
3.	После ТЭЦ-3	0,058±0,01

Эти результаты свидетельствуют о том, что наблюдается антропогенное воздействие на содержание нитрит-ионов в реках города Твери. Уровень загрязнения этих рек на сегодня составляет по р. Тьмака – 78,8%, по р. Тверца – 72,5%, и по р. Волга – 97,5%.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ НИТРИТА МЕТОДОМ ПРЯМОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ НА ЗОЛОТОМ МИКРОЭЛЕКТРОДНОМ АНСАМБЛЕ

М.Л. Москалева, Г.Н. Носкова, Н.А. Колтакова

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

Актуальность определения микроколичеств нитрит-ионов обусловлена высокой токсичностью и канцерогенностью их соединений (ПДК в воде=3,3 мг/л).

Методом прямой вольтамперометрии исследовано анодное окисление NO_2^- на золотом микроэлектродном ансамбле (Au-МЭА) с использованием в качестве фонов подкисленных до рН 2-4: фторида натрия, сульфата натрия, серной, хлорной, азотной, винной, лимонной и уксусной кислот. В присутствии нитрит-ионов на анодной вольтамперограмме при 0,7-0,8 В в режиме первой производной регистрируется вольтамперная кривая, ток пика или волны на которой зависит от концентрации NO_2^- в растворе, что позволяет использовать его в качестве аналитического сигнала. На ток пика оказывают влияние: природа и концентрация фонового электролита, скорость изменения потенциала. Фоновыми растворами, обеспечивающими более высокую чувствительность при анодной развертке потенциала от 0,3 до 1,0 В являются 0,002 М H_2SO_4 и 0,005М HClO_4 . Наилучшие по форме и величине аналитического сигнала вольтамперные кривые получены при скорости изменения потенциала 40-60мВ/с.

Индикаторный электрод – золотой микроэлектродный ансамбль (Au-МЭА) - готовили нанесением золота на углеродный композитный твердый электрод путем электролиза раствора золотохлористоводородной кислоты с концентрацией по золоту 1000 мг/дм³ в режиме заданного потенциала без перемешивания раствора. Время электролиза варьировали от 2 до 1000 с, потенциал – от минус 0,5 до 0,5 В. Обновление поверхности Au-МЭА проводили путем срезания тонкого слоя с торца электрода и нанесением золота на свежесрезанную поверхность.

Изучены характеристики Au-МЭА, полученных при различных временах электролиза раствора HAuCl_4 с концентрацией по золоту 1000 мг/л в течение 2 - 300 с при потенциале 0,0 В. Основными критериями выбора условий формирования Au-МЭА были: диапазон прямолинейного участка градуировочного графика, воспроизводимость тока пика нитрит-иона, отношение тока пика нитрит-иона к фоновому току (сигнал/помеха), а также время работы Au-МЭА без регенерации рабочей поверхности.

Установлено, что лучшими электродами для определения нитрит-ионов являются Au-МЭА, полученные путем электролиза золота при потенциале 0 В в течение 30-90 с. Образующиеся при этом золотые микроэлектроды имеют размер 400-1400 нм и неупорядоченно расположены на поверхности на расстоянии 500-12000 нм друг от друга. Такие ансамбли золотых микроэлектродов обеспечивают максимальный ток пика окисления нитрит-иона и наиболее широкий диапазон линейности градуировочного графика.

Наблюдается линейная зависимость тока пика от концентрации NO_2^- в растворе в диапазоне содержаний нитрит-ионов 0,005-2 мг/л. Определению не мешает присутствие кислорода, более чем 10000-кратный избыток SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , NO_3^- и 100-кратный избыток Cl^- , а также – соли Ca^{2+} , Mg^{2+} , Al^{3+} , Fe^{3+} и Fe^{2+} , что позволяет использовать данную методику для определения NO_2^- методом вольтамперометрии при анализе несоленых природных вод.

Проведено определение NO_2^- в водах различного происхождения.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В МИНЕРАЛЬНЫХ ПИТЬЕВЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ СОРБЦИОННЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ

Л.Н. Москвин, Н.М. Якимова

Санкт-Петербургский государственный университет, химический факультет. 198504
Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр. д.26.

Необходимость контроля содержания токсичных металлов в минеральных питьевых водах объясняется тем, что загрязнение окружающих водоемов промышленными стоками предприятий тяжелой и цветной металлургии, легкой и пищевой промышленности приводит к попаданию загрязнителей в пищевые продукты, в том числе и в напитки. Атомно-абсорбционный спектральный анализ с электротермической атомизацией (ААС с ЭТА) проб и коррекцией неселективного поглощения, основанного на Зеемановской поляризационной спектроскопии с высокочастотной модуляцией (ЗПСВМ) позволяет реализовать достаточно низкие пределы обнаружения. Однако прямые измерения концентрации токсичных тяжелых металлов в питьевых минеральных водах осложняются значительным влиянием матрицы, в состав которой входят минеральные соли щелочных и щелочноземельных металлов, что в свою очередь сказывается на величине аналитического сигнала.

Нами предлагается методика атомно-абсорбционного определения кадмия, свинца, никеля, меди и марганца в минеральных водах питьевого назначения с предварительным сорбционным концентрированием на хелатообразующем модифицированном кремнеземе с иминодиуксусными группами (Диасорб-ИДК-130). Выбраны условия предварительного концентрирования и отделения всех указанных ионов металлов от минеральной матрицы. Элюирование всех аналитов производилось раствором азотной кислоты с концентрацией 0,5 моль/л, обеспечивающая возможность непосредственного введения элюата в электротермический атомизатор. Измерения концентраций определяемых элементов проводили на атомно-абсорбционном спектрометре МГА-915 (ЗПСВМ).

Разработанная методика апробирована на реальных пробах минеральных вод.

КОНДЕНСАЦИОННО-ЭКСТРАКЦИОННЫЙ МЕТОД КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ТОКСИКАНТОВ ИЗ ВОЗДУХА ДЛЯ ИХ ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ

П.В. Мосягин¹, В.А. Крылов^{1,2}, А. В. Крылов¹

¹Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 603950, ГСП-20, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23

² Институт химии высокочистых веществ Российской академии наук 603950, ГСП-75, Нижний Новгород, ул. Тропинина, 49
e-mail: mospv@mail.ru

Для контроля содержания токсикантов в воздухе необходимо использовать наиболее чувствительные методы химического анализа. Основными проблемами определения токсикантов в воздухе являются: отбор проб, эффективное концентрирование примесей.

Для решения поставленных задач был разработан метод конденсационно-экстракционного криогенного извлечения веществ из воздуха. Принцип действия данного подхода состоит в использовании сконденсированной влаги в качестве естественного коллектора примесей из воздуха при его охлаждении. При этом происходит включение молекул примесей в кристаллическую структуру образовавшегося льда. Разработаны два варианта проведения криогенного концентрирования примесей из воздуха: динамический (проточный) и статический. Для извлечения токсикантов из талой воды использованы варианты микроэкстракции в отдельную каплю и микроэкстракции с диспергированием экстрагента. В качестве экстрагента использован четыреххлористый углерод высокой степени чистоты, в качестве диспергирующего агента – высокочистый этиловый спирт. Анализ экстракта проводился методом хромато-масс-спектрометрии.

Разработанный криогенный конденсационный метод позволил производить эффективное извлечение из воздуха таких токсикантов как бензол и его гомологи, галогенорганические соединения, полициклические ароматические углеводороды, полихлорированные бифенилы. Степень извлечения этих веществ из воздуха в воду составляла 75-100 %, степень извлечения воды 90-95 %. Интегральный коэффициент концентрирования примесей из воздуха в экстракт составил $(2.1-6.1) \cdot 10^4$, для объема пробы воздуха 100-120 л достигнуты пределы обнаружения $3 \cdot 10^{-5}$ - $7 \cdot 10^{-6}$ мкг/м³. Полученные значения не уступают лучшим мировым результатам. Применение разработанного метода позволяет отказаться от использования традиционных сорбентов, уменьшить время, необходимое для пробоотбора, сократить на три порядка количество дорогостоящего экстрагента и решить проблему его утилизации.

Разработанный метод был успешно применен при проведении анализа атмосферного воздуха г. Нижнего Новгорода и городов Нижегородской области.

КОММУТАЦИОННЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО СИГНАЛА

В.В. Мошкин¹, Л.А. Хустенко²

¹ООО «Сиб-СТРИМ», 634055, г.Томск, ул. Королева, 6-41.

²Томский политехнический университет, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30.

Широко применяемые в вольтамперометрии импульсные способы получения сигнала направлены, главным образом, на улучшение соотношения между фарадеевским током и током заряжения емкости двойного слоя рабочего электрода. Общим свойством всех импульсных методов является принципиальное наличие весьма существенной помехи в виде емкостного тока, вызванного импульсным изменением поляризующего напряжения. Для подавления емкостной помехи применяют временную селекцию, что в некоторых случаях приводит к потере фарадеевского сигнала и не обеспечивает достаточного подавления тока заряжения.

Предлагаемый способ формирования сигнала также относится к импульсным, однако, несмотря на импульсное воздействие на ячейку, помеха в виде емкостного тока не порождается, а возникающий импульсный ток содержит доминирующую информативную емкостную составляющую, пропорциональную концентрации определяемого иона и незначительную фарадеевскую часть. Амплитуда импульсного емкостного тока значительно превышает фарадеевский ток, что обеспечивает повышение чувствительности способа в десятки раз по сравнению с результатами, полученными в постоянноточковом режиме.

Реализация способа весьма проста и заключается в периодическом замыкании контура тока электрохимической ячейки на некотором коротком интервале времени (1–10 мс) и размыкании на достаточно длинном интервале, порядка 200–1000 мс. Поляризующее напряжение при этом поддерживается постоянным (хроноамперометрический режим), либо медленно меняющимся (вольтамперометрический режим). При замыкании заряжается емкость двойного слоя, ток заряжения протекает во внешней цепи электрохимической ячейки и может быть измерен как интегральное на периоде замыкания значение, пропорциональное концентрации определяемого элемента в широком диапазоне концентраций. На интервале размыкания электрохимическая реакция поддерживается за счет заряда, накопленного на емкости двойного слоя, которая разряжается через последовательные сопротивление переноса заряда и диффузионный импеданс. Длительное время размыкания обеспечивает глубокий разряд емкости и, следовательно, более высокий ток заряжения на интервале замыкания. Если определяемый ион в растворе отсутствует, значения сопротивления переноса заряда и диффузионного импеданса равны бесконечности, разряда емкости не происходит, следовательно ток заряда равен нулю.

В докладе предложены электрические схемы, моделирующие процессы на интервалах замыкания и размыкания, разработанные для случая стационарной диффузии на основе эквивалентной схемы Рэндлса. Представлены результаты численного решения уравнения, связывающего средний на интервале замыкания ток ячейки и поляризующее напряжение для различных значений влияющих факторов. Обсуждается возможность применения способа для определения некоторых параметров электрохимической реакции и ячейки. Показана эффективность применения способа в режимах хроноамперометрии и вольтамперометрии. Рассмотрены аналитические свойства способа при определении содержания Fe(III), Fe(II), Cr(III), Cr(VI), Mn, Ir, Pt с использованием твердых электродов.

ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗ ИЗОТОПОМЕРОВ ВОДЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ НЕСТАЦИОНАРНОЙ ТЕРАГЕРЦОВОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Ш.Ш. Набиев¹, В.Л. Вакс², Е.Г. Домрачева², Л.А. Палкина¹, С.И. Приползин²,
Е.А. Собакинская², М.Б. Черняева²

¹ Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
123182, г. Москва, пл. Курчатова, д.1, Россия

² Учреждение Российской академии наук Институт физики микроструктур РАН,
603950, г. Нижний Новгород, ул. Ульянова, д.46, Россия

В последнее время особое внимание стало уделяться исследованию молекулярных спектров тяжелой воды, которая является одним из основных компонентов жидких и газообразных выбросов большинства атомных станций и химических комбинатов по переработке и обогащению ядерного топлива [1]. Кроме того, наличие в атмосфере паров сверхтяжелой воды может свидетельствовать о производстве плутония. Поэтому мониторинг атмосферы на наличие паров тяжелой и сверхтяжелой воды является очень актуальным, т.к. позволяет судить не только о степени загрязнения окружающей среды, но и несанкционированной МАГАТЭ деятельности по производству ядерного оружия.

Имеющиеся на сегодняшний день методы изотопного анализа воды [2], либо продолжительны по времени, либо не обеспечивают необходимой точности измерения. Это в полной мере касается методов анализа содержания трития в воде [3], который обычно осуществляется только в стационарных специализированных лабораториях.

В данной работе приведены предварительные результаты исследования возможности разработки метода экспресс-анализа изотопного состава воды (H_2^{16}O , H_2^{17}O , H_2^{18}O , HD^{16}O , D_2^{16}O и др.) с использованием метода нестационарной спектроскопии терагерцового (ТГц) диапазона, в котором лежат достаточно интенсивные линии поглощения молекул водяного пара, а также соответствующие вращательные переходы и колебания молекулярных комплексов с участием молекул воды.

Для изучения ТГц спектров паров воды был использован спектрометр, работающий в режиме фазовой манипуляции, в состав которого входил синтезатор частоты на генераторе Ганна (97-117 ТГц) и умножитель частоты на квантовой полупроводниковой сверхрешетке (КПСР), позволяющий генерировать гармоники частоты синтезатора до 6,3 ТГц. В качестве приемной системы использовался гармонический смеситель на КПСР с регистрирующей частью на основе цифрового рекурсивного фильтра 1-го порядка. Спектральные характеристики гармоник позволяли обеспечить требования спектроскопии высокого разрешения.

Исследовались несколько образцов воды: 1 – $[\text{H}_2\text{O}]$ – обычная дистиллированная вода; 2 – $[\text{D}_2\text{O}]$ – тяжелая вода (~99,5%); 3 – $[\text{D}_2\text{O} (\sim 72\%)-\text{H}_2\text{O} (28\%)]$; 4 – $[\text{D}_2\text{O} (\sim 51\%)-\text{H}_2\text{O} (49\%)]$; 5 – $[\text{D}_2\text{O} (\sim 28\%)-\text{H}_2\text{O} (72\%)]$; 6 – обычная вода/тяжелая вода/сверхтяжелая вода $[\text{H}_2\text{O} (56\%)-\text{D}_2\text{O} (\sim 43\%)-\text{T}_2\text{O} (\leq 1\%)]$.

В результате исследований получены ТГц спектры ряда изотопно-замещенных молекул воды в диапазоне 0,4-1,0 ТГц. Показано, что использование нестационарной спектроскопии субТГц и ТГц диапазонов позволяет проводить экспресс-анализ изотопного состава атмосферной воды на уровне 10^{-4} - 10^{-5} % об. в реальном времени (10^{-6} с).

Литература

1. Г.Ю. Григорьев, Ш.Ш. Набиев, А.И. Надеждинский и др. // Атомная энергия. 2008. Т.105. №4. С.217-225.
2. Э.П. Магомедбеков, М.Б. Розенкевич, Н.Г. Жаворонкова. Физико-химические методы анализа изотопов и особо чистых веществ. М.: РХТУ. 2002. 189 с.
3. Tritium Handling and Safe Storage. DOE Handbook-1129-2008. Washington, D.C.: U.S. Department of Energy. 2008. 343 p.

МЕТОД ФЛЮИД-ЛОКАЦИИ АТМОСФЕРЫ В ЗАДАЧЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ СТРУКТУРЫ ПОЛЕЙ КОНЦЕНТРАЦИЙ АЭРОЗОЛЯ

Е.С. Наговицына, В.А. Поддубный

Институт промышленной экологии УрО РАН, 620219, г. Екатеринбург,
ул. Софьи Ковалевской, 20

Предложен метод флюид-локации атмосферы (ФЛА), являющийся вариантом метода статистики обратных траекторий (СОТ). Методы статистики обратных траекторий позволяют на основе результатов измерений в одной или нескольких точках мониторинга и набора траекторий движения воздушных частиц, описывающих динамику движения атмосферы, оценить пространственное распределение концентраций загрязняющего компонента, а так же идентифицировать местоположения возможных источников загрязнения.

Во всех методах СОТ анализируемая область разбивается неподвижной эйлеровой сеткой на множество фиксированных объемных ячеек пространства, в которых оцениваются средние значения концентрации загрязняющих веществ. Каждой траектории движения лагранжевой частицы сопоставляется значение концентрации, измеренной в точке мониторинга, через которую проходила эта частица. В отличие от традиционных методов СОТ, в которых согласование между пространственным средним полем концентрации примеси и распределением концентрации вдоль траекторий движения воздушных частиц производится на основе интуитивных статистических процедур сглаживания, в методе ФЛА такое согласование проводится на основе решения уравнений сохранения вещества, записанных в форме Эйлера и Лагранжа. Введение в расчетную схему уравнений сохранения позволяет развивать предложенную методику в направлении учета реальных физико-химических процессов, происходящих с примесью в атмосфере (сухое осаждение, химические реакции, турбулентная диффузия и т.д.).

В данной работе для численных расчётов были использованы результаты измерений характеристик атмосферного аэрозоля за 2004-2009 гг. полученные в двух пунктах наблюдения глобальной системы мониторинга AERONET: Средний Урал — Коуровская астрономическая обсерватория в окрестности г. Екатеринбурга; Западная Сибирь — Институт оптики атмосферы, г. Томск.

На основе моделирования методом ФЛА для двух независимых точек мониторинга были получены средние поля концентраций аэрозоля, которые качественно хорошо согласуются между собой. В результате численного моделирования выявлены группы зон повышенных концентраций атмосферного аэрозоля в области Урала и средней полосы России. На севере европейской части России число таких зон существенно меньше. Общая картина загрязнения атмосферы, полученная с помощью моделирования методом ФЛА, хорошо согласуется с известными данными о распределении источников выбросов загрязняющих веществ в атмосферу на территории России.

С целью верификации метода была решена задача восстановления поля аэрозольного загрязнения атмосферы в окрестности одной из точек мониторинга по данным измерений, выполненных в другой точке мониторинга. В результате было получено, что концентрация аэрозоля, рассчитанная по данным Томска, совпадает с медианным значением концентраций, непосредственно измеренных в Екатеринбурге.

Работа выполнена при финансовой поддержке научного проекта 09-С-2-1011 по Программе УрО РАН «Фундаментальные научные исследования, выполняемые совместно с организациями СО РАН и ДВО РАН».

СОДЕРЖАНИЕ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПОТОКАХ СТОЧНЫХ ВОДАХ НА ОЧИСТНЫХ СООРУЖЕНИЯХ ИСАКОГОРКИ

А.Ф. Надеин

Институт экологических проблем Севера УрО РАН, 163000, г. Архангельск, наб. Сев. Двины, 23.

Для определения эффективности использования биопрепарата нефтеокисляющих микроорганизмов при очистке сточных вод на очистных сооружениях пос. Исакогорка (г. Архангельск) проанализированы средние показатели содержания нефтепродуктов в стоках за периоды, указанные в таблице. Для достижения максимально высокой концентрации микроорганизмов биопрепарат вводился в определенные узлы технологической схемы: перед флотаторами; на водную поверхность иловых площадок и первичных отстойников; в активный ил, находящийся во вторичных отстойниках; в резервуары для аэробной обработки осадка сточных вод и избыточного активного ила. Установлены также нормы внесения исходного биопрепарата.

Таблица: Содержание нефтепродуктов в различных точках схемы очистных сооружений

Место отбора проб	Период отбора	Содержание нефтепродуктов (по методике ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000), мг/л
Перед флотаторами/после флотаторов	07-08.2007	35,8/21,0
Перед флотаторами*/после флотаторов	07-08.2008	28,7/11,2
На входе на сооружения биологической очистки/на выходе	07-09.2002-07-09.2004	3,40-5,45/0,20-0,31
На входе на сооружения биологической очистки*/на выходе	07-09.2005-07-09.2007	2,69-4,41/0,09-0,18
На входе на сооружения биологической очистки*/на выходе	07-09.2008	1,37/0,11
На входе на сооружения биологической очистки*/на выходе	07-09.2009	1,28/0,07
В водном слое на иловых площадках	07-09.2009	0,31-1,10

*При введении в сточные воды биопрепарата нефтеокисляющих микроорганизмов «Дестройл».

Приведенные показатели позволяют сделать следующие выводы: использование биопрепарата при флотации производственных сточных вод позволят повысить эффективность удаления нефтепродуктов с 41,3% до 61,0%; использование биопрепарата при биологической очистке смешанного потока производственных и хозяйственно-бытовых сточных вод позволяет повысить эффективность очистки по нефтепродуктам с 92,9-94,9% до 95,4-97,3%; двукратное введение биопрепарата при флотации и биологической очистке сточных вод позволяет понизить содержание нефтепродуктов в водах на входе на биологическую очистку до 1,28-1,37 мг/л, а на выходе – достигнуть предельно-допустимой концентрации при сбросе в поверхностный водоем – 0,1 мг/л; использование биопрепарата позволяет достигнуть концентрацию нефтепродуктов в водах на иловых площадках, подаваемых обратно на очистку в аэротенки, 0,31-1,10 мг/л.

Исходя из полученных результатов, сделан вывод о существенной эффективности использования биопрепаратов нефтеокисляющих микроорганизмов, как при флотационной очистке производственных стоков, так и биологической очистке смешанного потока производственных и хозяйственно-бытовых стоков. Разработки защищены 3 патентами РФ, результаты опубликованы в ряде статей в научно-технических журналах.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ВЕЩЕСТВ В ПРИРОДНОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ-ТАНДЕМНОЙ МАСС- СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

Л.В. Некрасова, Я.В. Русских, Е.Н. Чернова, З.А. Жаковская, В.А. Никифоров

Учреждение Российской Академии наук Санкт-Петербургский Научно-исследовательский Центр экологической безопасности РАН 197110, г. С.-Петербург, Корпусная ул. 18, Россия, e-mail: viktorovsky@inbox.ru

Среди антропогенных загрязняющих веществ, попадающих в окружающую среду со стоками сельскохозяйственных, промышленных и муниципальных вод, в последнее время привлекают внимание исследователей лекарственные вещества и их метаболиты.

Большинство лекарственных веществ обладают хорошей растворимостью в воде, что значительно затрудняет очистку сточных вод от данных соединений. Присутствие лекарственных соединений в водных объектах окружающей среды может оказывать негативное воздействие на экосистему и приводить к нарушению физиологических процессов и репродуктивной функции живых организмов, повышению уровня онкологических заболеваний, появлению антибиотико-устойчивых штаммов бактерий, возникновению потенциально опасных химических смесей (как катализаторов нежелательных процессов).

Поскольку лекарственные соединения присутствуют в природной воде в низких концентрациях (десятки нг/л), то для их идентификации и количественного определения требуются высокочувствительные и высокоселективные аналитические методы, такие как высокоэффективная жидкостная хроматография и масс-спектрометрия, в том числе тандемная масс-спектрометрия.

Настоящая работа связана с использованием метода жидкостной хроматографии- тандемной масс-спектрометрии высокого разрешения (прибор LTQ Orbitrap, "ThermoFinnigan", США) для определения в природной воде ряда лекарственных соединений, относящихся к различным фармацевтическим группам и наиболее распространенных на территории РФ. Среди них кофеин (стимулянт); ципрофлоксацин, тетрациклин и ампициллин (антибиотики); кетопрофен и диклофенак (противовоспалительные); ранитидин (блокатор H₂-гистаминовых рецепторов); триклозан (антибактериальный агент). Анализ проводился в режиме электрораспыления и регистрации положительных и отрицательных ионов. Идентификацию соединений проводили по точным массам протонированных молекулярных ионов. Для стандартных образцов данных соединений зарегистрированы тандемные масс-спектры. Для каждого исследуемого соединения было установлено время удерживания, а также минимальный предел обнаружения (5-10 нг/л). Эти данные послужили основой для дальнейшего определения указанных соединений в реальных пробах.

Для извлечения исследуемых соединений из природной воды разработан метод твердофазной экстракции и изучены условия, влияющие на выделение лекарственных веществ из водных сред. Проведен анализ реальных проб из водоемов Санкт-Петербурга, Ленинградской области и Республики Карелия. Обнаружены некоторые из исследуемых соединений в количествах, которые соотносятся с данными подобных зарубежных исследований (10-450 нг/л).

Разработанная методика характеризуется высокой чувствительностью и селективностью, при этом регистрация характеристичных масс-спектров и точное измерение масс ионов обеспечивает надежность идентификации определяемых соединений.

ЭЛЕКТРОФОРЕТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ В РАСТИТЕЛЬНОМ СЫРЬЕ И ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Л.К. Неудачина, Е.Л. Лебедева

ГОУ ВПО Уральский государственный университет им. А.М. Горького,
620000, Екатеринбург, пр. Ленина, д. 51

Урал занимает ведущее место в России по объемам производства меди. При добыче руды, выплавке металла и сбросе сточных вод, а также при использовании медьсодержащих сельскохозяйственных препаратов происходит загрязнение окружающей среды этим тяжёлым металлом.

Медь как микроэлемент играет важную роль в организме человека. Она участвует в процессах дыхания, кроветворения, обмена углеводов и минеральных веществ. Её недостаток и избыток приводят к различным тяжёлым заболеваниям, таким как анемия, гепатит и другие. Ионы меди (II) могут вызывать нежелательное окисление продуктов питания и помутнение напитков. Основным источником поступления меди в организм человека – продукты питания и напитки, её содержание в некоторых продуктах нормируется на уровне ПДК. Проблема разработки селективных, экспрессных, чувствительных и точных методик определения меди в объектах окружающей среды, природном сырье, напитках и продуктах питания очень актуальна. Эту проблему можно решить с использованием современного метода капиллярного электрофореза.

Разработана методика определения ионов меди (II) в растворах методом капиллярного зонного электрофореза после комплексообразования с ЭДТА. Электрофоретический анализ проводили на системе капиллярного электрофореза «Капель 105М» с параметрами капилляра: $d = 75$ мкм, $L_{\text{общ}} = 60$ см, $L_{\text{эфф}} = 50$ см. В качестве ведущего электролита использовали тетраборатный буферный раствор с рН 9,18. Условия анализа: $U = +20$ кВ, $t^\circ = 25$ °С, ввод пробы 150 мбар·с, прямое фотометрическое детектирование при 190 нм.

Данная методика была применена для определения содержания ионов меди (II) в природных, питьевых и речных водах без предварительного концентрирования пробы или отделения мешающих компонентов.

Показана возможность электрофоретического определения подвижных форм меди в почвах. Определено содержание ионов меди (II) в растворах удобрений, фунгицидов, а также в различных напитках: газированной воде, растворимом кофе, фруктовых соках, винах и пиве – с минимальной пробоподготовкой, включающей фильтрацию и центрифугирование.

На примере листового чая показано, что в зависимости от способа подготовки пробы к анализу возможно определение как общего содержания меди в объекте (после кислотного разложения с использованием микроволнового излучения), так и того её количества, которое непосредственно попадает в организм человека при употреблении напитка (после заваривания чая).

Установлено, что во всех исследованных пробах содержание меди не превышало установленных норм ПДК. Сравнение результатов электрофоретического и атомно-абсорбционного анализов показало отсутствие систематической погрешности предлагаемой методики.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009–2013 годы» (ГК № П278 от 23 июля 2009 г.).

ИДЕНТИФИКАЦИЯ 4-МЕТИЛЭТКАТИНОНА

В.П. Нехорошев, С.В. Нехорошев, И.Э. Нифантьев

ГОУ ВПО Сургутский государственный университет ХМАО-Югры
628412, Россия, Тюменская область, г. Сургут, пр. Ленина, 1

На территории Ханты-Мансийского автономного округа среди психоактивных веществ, которыми злоупотребляют некоторые молодые люди, идентифицировано новое вещество (RS)-2-(этиламино)-1-(4-метилфенил) пропан-1-он (4-МЕС) и разработана методика его судебно-экспертного исследования. Для надежной идентификации образца 4-МЕС, который использовался при разработке данной методики, проводилось его исследование методом ЯМР-спектроскопии. Дальнейший методический подход к анализу 4-МЕС заключается в проведении исследований методами тонкослойной (ТСХ) и газожидкостной хроматографии (ГЖХ), ИК-спектроскопии или хроматомасс-спектрометрии (ГХ-МС).

Анализ 4-МЕС методом (ТСХ) предлагается проводить на пластинах "Sorbfil ПТСХ-П-А-УФ" в система растворителей хлороформ-ацетон-этанол-25% раствор аммиака в соотношении 20:20:3:1. При этом хроматографическая зона 4-МЕС имеет значение $R_f=0,70$ (у амфетамина $R_f=0,56$) и проявляется при обработке 1,5%-ным раствором нингидрина в ацетоне с последующим нагреванием пластины до 70°C . Анализ 4-МЕС методом ГХ-МС предлагается проводить на хроматографе «Agilent Technologies 6850» с масс-селективным детектором «Agilent Technologies 5975C VL MSD» (колонка капиллярная "HP-5MS" 30 м; температура инж. 250°C ; термостат колонки нагревается от 100 до 280°C со скоростью $10^{\circ}\text{C}/\text{мин.}$; газ-носитель гелий - $1,0$ мл/мин, деление потока 1:40; ионизация электронным ударом с энергией 70 эВ; регистрация ионов в диапазоне $40-450$ m/z по полному ионному току; объем пробы 1 мкл). Полученный масс-спектр 4-МЕС представлен на рис.1. Установлено, что линейный хроматографический индекс удерживания (J) относительно алканов нормального строения для 4-МЕС составляет $J=1527$.

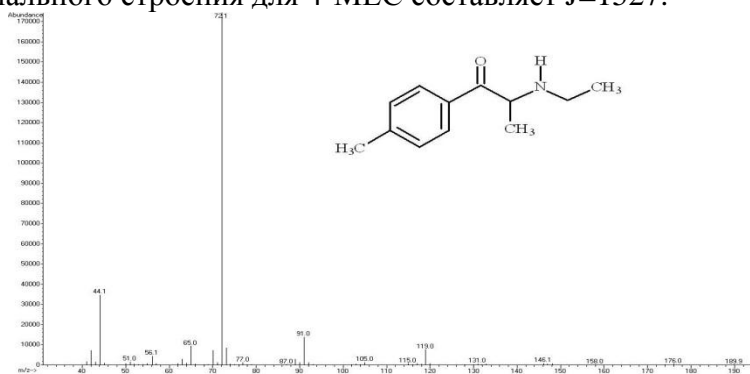


Рис. 1. Масс-спектр 4-метилэтакатинона (4-МЕС).

ИК-спектроскопический анализ 4-МЕС, в виде тонко измельченного порошка, предлагается проводить в следующих условиях: ИК-Фурье-спектрометр «Nicolet 380», приставка однократного НПВО «Smart Performer» с кристаллом ZnSe, детектор - DTGS KBr, количество сканирований - 36, разрешение - 4, диапазон - $4000-650$ cm^{-1} .

Обсуждаются результаты исследований 4-МЕС различными физико-химическими методами: ЯМР ^{13}C , ЯМР ^1H , ГХ-МС, ТСХ и ИКС. Установлена структура нового психоактивного вещества 4-МЕС позволяющая отнести его к списку запрещенных к распространению наркотических веществ.

ОЦЕНКА КОНСТАНТ РАВНОВЕСИЯ ДЛЯ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ С ГУМИНОВЫМИ КИСЛОТАМИ МЕТОДОМ ТУШЕНИЯ ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ

Л. В. Нечаев, О. Н. Чайковская, И. В. Соколова

Томский государственный университет, г. Томск, пр. Ленина, 36.

Гуминовые кислоты (ГК) – важнейшая составная часть гумусовых веществ – природные органические образования, широко распространённые в окружающей среде. ГК образуются в результате спонтанно протекающей полимеризации при разложении растительных остатков, и потому обладают нерегулярным строением. Гидрофобные участки макромолекул ГК обуславливают их связывание с неполярными органическими соединениями. Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) – токсичные вещества, выделяющиеся в окружающую среду, в основном, при сжигании ископаемого топлива. Гидрофобное связывание ГК с ПАУ может изменить физико-химические свойства ПАУ, а также их токсичность. В связи со сказанным выше целесообразно оценить константу равновесия для взаимодействия ГК и некоторых ПАУ, представляющих наибольшую опасность для окружающей среды.

В данной работе произведена оценка константы равновесия для взаимодействия нафталина, фенантрена и антрацена с ГК *Aldrich*. Были приготовлены насыщенные растворы нафталина, фенантрена и антрацена в воде. Рабочие растворы готовили смешением равных объёмов насыщенного раствора ПАУ и раствора ГК соответствующей концентрации. Концентрация ГК в полученных рабочих растворах изменялась от 10^{-6} г/л до 10^{-4} г/л. Были сняты спектры поглощения и флуоресценции рабочих растворов по стандартным методикам на спектрофлуориметре СМ2203 (фирма «Solar», Беларусь). Константы равновесия K_b для взаимодействия ГК и ПАУ были рассчитаны по уравнению Штерна-Фольмера. Значения констант приведены в таблице.

Таблица 1. Значения констант равновесия (K_b) для взаимодействия ПАУ и ГК в зависимости от концентрации ГК.

Концентрация ГК <i>Aldrich</i> , 10^6 г/л	K_b , 10^4 л/г		
	нафталин	фенантрен	антрацен
1	56	11,7	22,9
5	13,9	1,7	6,1
10	5,3	0,5	2,4
50	1,4	0,2	0,8
100	0,5	0,01	0,5

Полученные значения указывают на закономерное уменьшение связывания ГК и ПАУ с увеличением концентрации ГК, а также на увеличение взаимодействия ГК с ПАУ в ряду фенантрен-антрацен-нафталин.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009 – 2013 годы (госконтракт № П1128 в рамках реализации мероприятия 1.2.1) и гранта президента РФ на поддержку ведущей научной школы (№ НШ-4297.2010.2) на базе научно-образовательного центра Томского государственного университета «Квантовая химия, спектроскопия и фотоника наноматериалов».

ОЦЕНКА УРОВНЯ ЗАГРЯЗНЕНИЯ РТУТЬЮ ТЕХНОГЕННОНАРУШЕННОЙ ТЕРРИТОРИИ НАЦИОНАЛЬНОГО ПАРКА

А.Н. Низовцев, В.А. Безносиков, Б.М. Кондратенко, Г.А. Симонов, Д.Н. Габов
Учреждение Российской академии наук Институт биологии Коми НЦ УрО РАН,
Сыктывкар, 167000, ул. Коммунистическая, 28. e-mail: nan@ib.komisc.ru

Доклад посвящен использованию экспрессных и мобильных методов определения ртути.

Национальный парк «Югыд Ва» Республики Коми является одним из самых крупных особо охраняемых природных территорий России и Европы, включенной ЮНЕСКО в список Всемирного наследия, как пример территории с уникальными природными богатствами. Одной из причин присвоения этой территории высокого статуса послужила возрастающая угроза ее целостности со стороны горнодобывающей промышленности.

Район исследований – бассейн рек Кожим-Балбанью, пос. Сана-Вож находится на крайнем северо-востоке европейской части России, расположен в Интинском районе Республики Коми на территории Приполярного Урала и входит в границы национального парка «Югыд ва». В поселке Сана-Вож бассейна реки Кожим (крупный приток р. Печора) в течение десяти лет велась добыча россыпного золота способом амальгамирования. На территории поселка практически весь грунт насыпной.

Независимо от типа месторождения потери ртути при амальгамном методе могут составлять 1.3-2.0 кг металла на 1 кг добытого золота. Мониторинг проводился спустя 10 лет после прекращения добычи и переработки полезных ископаемых.

Цель работы – оценка степени загрязнения ртутью почв, грунтов и растений в районе амальгамационной концентрации золотоносной руды до металлического золота, а также форм присутствия определяемого элемента.

В естественных и техногенных ландшафтах независимо от типа почвы распределение ртути по профилю почв носит регрессивно-аккумулятивный характер, проявляющийся в накоплении металла в верхних горизонтах почв и резком понижении его содержания по профилю.

Отмечено превышение содержания ртути в образцах почв и почвогрунтов над ПДК (2100 мкг/кг) в отдельных пробах в 1.4-60 раз для почвы. Выявлена миграция ртути в сопредельные территории по катене. В прирусловой части поймы р. Балбанью, удаленной на 0.3-0.4 км от зоны техногенеза, в аллювиальных почвах обнаружено превышение массовой доли ртути в 1.4 раза над ПДК. Установлено, что большая часть металла присутствует в виде неорганических форм.

Проведено определение массовой концентрации общей ртути в растениях (*Angélica sylvestris*, *Epilobium angustifolium*, *Dechampsia cespitosa*), отобранных на фоновых и техногенных территориях. Максимальная степень накопления ртути отмечена в *Dechampsia cespitosa*. Ртуть неравномерно распределяется по органам растений: наибольшее количество содержится в корнях, затем в листьях и стеблях – $\omega(Hg)_{корни} \gg \omega(Hg)_{листья} > \omega(Hg)_{стебель}$. Содержание ртути в растениях превышает фоновые значения в 5-373 раза.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗАПИРЕНА В ПРИРОДНОЙ И СТОЧНОЙ ВОДАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Т.Б. Никешина

Федеральный центр охраны здоровья животных (ФГУ «ВНИИЗЖ»), лаборатория
химического анализа, 600901, Россия, г. Владимир, мкр. Юрьево,
e-mail: nikeshina@arriah.ru

Среди органических веществ, загрязняющих атмосферу, почвы и природные воды, особое место занимают полициклические ароматические углеводороды (ПАУ). Эти соединения относятся к супер-экотоксикантам 1-го класса опасности, поскольку многие из них, обладают мутагенными и канцерогенными свойствами и способны к накоплению в природных объектах.

Образование и поступление ПАУ в окружающую среду связано прежде всего с высокотемпературными природными процессами (лесные пожары, вулканическая деятельность) и антропогенными факторами (промышленные выбросы, сжигание топлива, образование выхлопных газов при работе транспортных двигателей и др.). В России индикатором наличия ПАУ принят бенз(а)пирен (БАП), проявляющий наибольшую канцерогенную активность.

Для определения особо опасных токсикантов необходимо применять наиболее чувствительные и селективные современные методы, так как содержание этих веществ в объектах окружающей среды часто находится на уровне следовых количеств.

С этой целью для подготовки и концентрирования исследуемых проб воды нами была предложена твердофазная экстракция на полимерном сорбенте Oasis HLB [poly(divinylbenzene-co-N-vinylpyrrolidone)] фирмы «Waters». Применение твердофазной экстракции (ТФЭ) позволяет обрабатывать пробы большого объема с использованием сравнительно малых количеств сорбента, что в свою очередь требует малого объема растворителей для последующей десорбции сконцентрированных соединений, снимает необходимость дополнительного выпаривания и существенно уменьшает риск загрязнения образца.

Активацию картриджа Oasis HLB проводили дихлорметаном, кондиционирование – метанолом, с последующей промывкой деионизованной водой. Анализируемый образец воды пропускали через подготовленный картридж со скоростью около 2 мл/мин. Далее картридж промывали деионизованной водой и осушали воздухом, нагнетаемым вакуумом, в течение 10 мин или продували картридж током азота в течение 1-2 мин. Адсорбированный бенз(а)пирен элюировали дихлорметаном.

Идентификацию и количественное определение Б(а)П осуществляли методом ВЭЖХ в режиме изократического элюирования с помощью флуориметрического детектора. Диапазон измерения составляет от 0,0005 до 0.1 мкг/л.

На основании проведенных исследований разработаны методические рекомендации по определению количественного содержания бенз(а)пирена в питьевой, минеральной, природной и сточной водах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРФЕНОЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В СТОЧНЫХ ВОДАХ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТЕХНОЛОГИЙ ПРОИЗВОДСТВА БЕЛЕННОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

И.А. Никитина, А.Ф. Троянская, Н.А. Рубцова

Институт экологических проблем Севера УрО РАН,
163000, г. Архангельск, наб. Северной Двины, 23, labecoarh@iepn.ru

Экологическая составляющая модернизации промышленного производства, направленная на предотвращение загрязнения окружающей среды токсичными химическими соединениями является важным фактором в повышении международной конкурентоспособности и снижении риска для здоровья населения. Технологическое нормирование является законодательной основой предотвращения загрязнений и предполагает контроль технологий для снижения опасных токсичных соединений до уровня международных технологических нормативов, основанных на принципе «наилучших существующих технологий» (Федеральный закон об охране окружающей среды от 10.01.2002 г).

При использовании хлора в процессе производства беленой целлюлозы во внутризаводских отбельных стоках образуется большое количество хлорорганических соединений, среди которых к приоритетным и нормируемым отнесены 12 высокозамещенных хлорированных фенолов, гваяколов и катехолов, отличающихся высокой липофильностью ($\log_{10} K_{ow}$ 3,6 - 5,05), острой и подострой токсичностью, устойчивостью к деградации (Троянская, Рубцова и др., 2006). Выведение хлора, внедрение других элементов «наилучших существующих технологий» обеспечивает предотвращение их образования. Контроль технологий предполагает измерение концентрации хлорфенольных соединений в отбельном стоке перед поступлением на очистные сооружения (Троянская, Рубцова и др., 2006 г).

В настоящей работе представлен достаточно простой метод определения ХФС в концентрированных внутризаводских стоках с помощью капиллярной газовой хроматографии (ГХ) с электронозахватным детектированием (ЭЗД).

Для извлечения целевых компонентов из сточных вод использовалась жидкость-жидкостная экстракция гексаном в кислой среде. После разделения фаз и рекстракции ХФС раствором K_2CO_3 выделенные соединения дериватизировали уксусным ангидридом в слабощелочной среде. Образовавшиеся ацетильные производные экстрагировали гексаном и анализировали методом ГХ-ЭЗД.

Хроматографическое разделение проводили на капиллярной колонке с силиконовой неподвижной фазой SE -30 (25 м×0,23 мм×0,51 мкм) в режиме программирования температуры, газ-носитель – азот. Температура испарителя и детектора 250⁰ С и 300⁰ С соответственно. Для идентификации хлорированных фенолов, гваяколов и катехолов использовали стандартные вещества производства «Helix Biotech» (Канада), ЗАО НПО «Экрос». Количественное определение проводили методом внутреннего стандарта, в качестве которого использовали 2,3,6-трихлорфенол.

Пределы обнаружения определяемых индивидуальных соединений от 0,04 до 0,30мкг/л. Оценка метрологических характеристик методики определения ХФС проведена методом «введено - найдено» на дистиллированной воде и реальных сточных водах. Данная методика характеризуется удовлетворительной прецизионностью, относительное стандартное отклонение имеет величину 0,03 - 0,09.

Методика используется на крупных целлюлозно-бумажных комбинатах Северо-Запада РФ для контроля технологий производства беленой целлюлозы и оценки их экологической эффективности в сравнении с современными международными технологическими нормативами.

ЖИДКОФАЗНАЯ МИКРОЭКСТРАКЦИЯ КАК ПЕРСПЕКТИВНЫЙ МЕТОД ПРОБОПОДГОТОВКИ

В.А. Никифоров¹, Е.М. Игумнова²

¹*НИЦЭБ РАН, 197110, Санкт–Петербург, ул. Корпусная 18*

²*University of Tromsø, Pharmacy department, N–9037 Tromsø, Norway*

Введение.

Первые работы, в которых описывалось применение жидкофазной микроэкстракции, появилась в середине 90х гг [1–3]. Тогда ее главное отличие от обыкновенной жидкостной экстракции заключалось в минимизации объема используемого органического растворителя до микролитров. Затем данный метод был усовершенствован: было предложено использовать мембраны [4], которые представляют собой полые трубки с пористыми стенками. В подготовленной к экстракции мембране поры заполнены органическим растворителем (мембранной жидкостью), а полость заполнена акцепторной фазой.

Различают двухфазную (мембранная жидкость и акцепторная фаза идентичны) и трехфазную (мембранная жидкость и акцепторная фаза различны) жидкостную микроэкстракцию.

Жидкостная микроэкстракция обладает рядом важных достоинств: использование органических растворителей ограничивается десятками микролитров, происходит концентрирование и очистка образца одновременно, данный вид экстракции подходит для работы с довольно сложными матрицами. Кроме этого, в случае трехфазной жидкостной микроэкстракции акцепторную фазу можно напрямую анализировать методом ВЭЖХ–МС.

Основные результаты.

Жидкостная микроэкстракция нашла широкое применение в анализе объектов окружающей среды. Особенно интенсивно этот метод пробоподготовки используется при определении органических загрязнителей: полиароматических углеводородов, пестицидов, гербицидов, полигалогенированных бифенилов, фенолов, ароматических аминов, различных устойчивых в условиях окружающей среды компонентов лекарственных препаратов.

В частности, в рамках Норвежско-Российского проекта NorthPOP был создан метод трёхфазной жидкостной микроэкстракции *n*–перфторалканкарбоновых кислот (C₈ - C₁₁) из водных образцов.

Метод применим для анализа проб природной воды и снега. Метод может быть применён для первичного анализа смесей, используемых для получения тефлоновых покрытий.

Обсуждение результатов.

Таким образом, благодаря возможности варьировать условия экстракции: вид мембраны, мембранную жидкость, акцепторную фазу, рН донорной фазы–рассматриваемый метод пробоподготовки можно адаптировать для анализа широкого круга химических соединений.

Литература

1. H. Lue, P.K. Dasgupta, *Anal.Chem.* 68 (1996) 1817
2. M.A. Jeannot, F.F. Cantwell, *Anal. Chem* 68 (1996) 2236
3. Y. He, H.K. Lee, *Anal. Chem* 69 (1997) 4634
4. S. Pedersen-Bjergaard, K.E. Rasmussen, *J. Chromatogr. A* 71 (1999) 2650

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО РАЗДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ ПРИРОДНЫХ ГАЗОВ В ЗОНЕ АКТИВНОГО ВОДО- И ГАЗООБМЕНА РАЗРЫВНЫХ НАРУШЕНИЙ ВОСТОЧНОГО ПОБЕРЕЖЬЯ ОЗЕРА БАЙКАЛ

Р.А. Нурждов¹, Л.Д. Раднаева^{1,2}, А.М. Плюснин³

¹ Байкальский институт природопользования СО РАН, г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 8

² ГОУ ВПО «Бурятский государственный университет», г. Улан-Удэ, ул. Смолина, 24а

³ Геологический институт СО РАН, г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6а

Байкал известен многочисленными выходами на поверхность природных газов и нефти. Химический состав газов, выделяющихся со дна, в значительной степени оказывает влияние на компонентный состав воды, что в свою очередь повлияет на биоту озера.

Нами был изучен химический состав природных газов 8 источников, которые расположены на восточном побережье озера Байкал. Отбор образцов для исследования проводили согласно методике отбора проб природного газа. Анализ газов проводили на газовом хроматографе Agilent 6890 с последовательно соединенными катарометром и пламенно-ионизационным детектором. Разделение газов осуществляли с использованием капиллярных колонок: первая – HP PLOT Q длиной 30 м, внутренним диаметром 0.53 мм, толщиной пленки 40 мкм (полистирол-дивинилбензол), вторая – HP PLOT MoleSieve длиной 30 м и внутренним диаметром 0.53 мм, толщиной пленки 50 мкм (5 Å цеолитовые молекулярные сита), газ-носитель – гелий (4.0 мл/мин); На первой колонке отделяли CO₂ от постоянных газов. Разделение постоянных газов проводили на второй колонке. Была найдена оптимальная методика определения газов в стандартных образцах поверочных газовых смесей и образцах природных газов. Качественный анализ основан на сравнении времен удерживания компонентов исследуемых образцов с компонентами поверочных газовых смесей. Количественное содержание определяли по площадям газохроматографических пиков с пересчётом на безвоздушную форму.

В исследованном природном газе, отобранном в местности Лемасово и Сухая, идентифицировано 5 компонентов. В образцах природного газа, отобранных в Северо-Байкальском районе, определено 4 компонента. Основными компонентами являются метан и азот. Содержание метана в образцах природного газа составляет 74.23 – 75.32 %. Содержание азота в образцах природного газа составляет 21.77 – 97.90 %. Исходя из процентного соотношения компонентов, газовые пробы, отобранные в местности Лемасово и Сухая, по химическому составу можно классифицировать как азотно-метановые, а пробы, отобранные в Северо-Байкальском районе – азотные и углекислый.

Между некоторыми компонентами природных газов, отобранных в местности Лемасово и источнике Сухая, наблюдаются устойчивые корреляционные связи. Самая сильная отрицательная связь наблюдается у метана с азотом. Это говорит о том, что азот генетически не связан с метаном. Происхождение азота в основном атмосферное, так как он сопровождается кислородом. Также сильная отрицательная связь наблюдается для метана с кислородом. Метан и кислород выступают в роли антагонистов, т.е. они не могут совместно присутствовать в больших концентрациях.

В корреляционных связях компонентов природных газов отобранных в Северо-Байкальском районе, наибольшую отрицательную связь имеет пара азот – кислород. Исходя из этого, можно сделать вывод, что у них различны пути происхождения. Кислород имеет явно воздушное происхождение. У азота напротив, основная его часть имеет глубинное происхождение, с долей примеси воздушного азота. Со всеми остальными компонентами азот слабо связан.

ПРЯМОЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ В ПРИРОДНЫХ СРЕДАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКИХ ТИГЕЛЬНЫХ АТОМИЗАТОРОВ

В.Н. Орешкин¹, Г.И. Цизин²

¹Институт фундаментальных проблем биологии РАН, г.Пущино;

²Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, химический факультет, г. Москва

Фоновые и повышенные содержания Ag, Bi, Cd, Pb и Tl определяли в твердых морских и речных взвесах (после мембранной ультрафильтрации воды), концентратах вод (после концентрирования элементов на ДЭТАТА-сорбенте) и порошках донных осадков прямым атомно-абсорбционным (АА) методом. Термообработку и атомизацию твердых проб проводили в графитовых электротермических атомизаторах "тигель-ячейка" и "тигель с разделенными зонами" с независимым нагревом зон испарения и атомизации и изотермичной аналитической зоной. При определении ультрамалых количеств элементов в образцах сложного состава часто необходимо применение специальных приемов для уменьшения влияния неселективных помех и матричных эффектов в аналитической зоне атомизатора. Эффективным приемом, используемым в аналитической практике, является фильтрация паров пробы через пористые графитовые диафрагмы или стенки атомизатора.

В атомизаторах "тигель-ячейка", "тигель с разделенными зонами" диафрагмой-фильтром (толщиной обычно $\leq 0,5$ мм) закрывали тигель с пробой, т.е. зону испарения. Однако на стадии термообработки и импульсного нагрева нередко происходила деформация диафрагмы, изменение ее фильтрующих свойств вследствие интенсивного выделения газообразных и аэрозольных продуктов разложения минеральных и органических компонентов проб (особенно при увеличении массы до 30 мг и более). Проведена экспериментальная проверка другого подхода: фильтрацию паров пробы предложено проводить не в замкнутой зоне испарения с нарастающей температурой, а в изотермичной зоне атомизации не полностью закрытой фильтром. Такой подход реализован в атомизаторе "тигель с разделенными зонами". Предложена усовершенствованная модель этого атомизатора с фильтрацией паров пробы через пористые стенки графитовой трубки, установленной в зоне атомизации. Внутренний объем этой трубки является просвечиваемой изотермичной аналитической зоной. В предложенной модели атомизатора возможен свободный выход продуктов разложения фаз пробы из зоны атомизации. Следовательно, можно увеличить не только массу пробы, но и температуру зоны испарения для повышения степени атомизации ее компонентов. Этот атомизатор применен также для экспрессного анализа образцов взвесей и донных осадков, содержащих органическое вещество, без предварительной термообработки - озоления.

Таким образом, улучшены метрологические характеристики определения элементов в образцах взвесей, концентратов вод, донных осадков. Относительные пределы обнаружения элементов в твердых образцах с применением новой модели атомизатора составили для Cd, Ag $(0,5-1) \cdot 10^{-6}\%$, для Pb, Tl, Bi $(0,5-3) \cdot 10^{-5}\%$. Относительное стандартное отклонение результатов определения обычно находится в пределах 0,1-0,3. Правильность контролировали, используя способ "введено-найдено", методики АА определения с растворением образцов и концентрированием элементов и стандартные образцы состава.

ПРЯМОЕ АТОМНО-ЭМИССИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ НА ПЕНОПОЛИУРЕТАНОВЫХ СОРБЕНТАХ

К.В. Осолок., О.В. Моногарова

Государственный университет имени М.В. Ломоносова, химический факультет,
119991, г. Москва, Ленинские горы, дом 1, строение 3, ГСП-1, Московский

Определение тяжёлых металлов в природных водах является одной из классических задач экологической аналитической химии. Для данной проблемы решающими свойствами метода являются чувствительность, возможность одновременного определения нескольких элементов, стоимость оборудования и анализа. Принимая во внимание все перечисленные выше факторы, можно заключить, что для аналитического мониторинга воды наиболее перспективны методы атомной спектроскопии. Для увеличения чувствительности определения и возможности применения более дешёвых методов необходимо проводить предварительное концентрирование металлов на твёрдых сорбентах. В настоящее время для этой цели широко используют пенополиуретановые (ППУ) сорбенты. Возможность проведения одновременного многоэлементного анализа методами атомной спектроскопии, прежде всего, атомно-эмиссионной (АЭ) спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП) позволяет использовать ППУ сорбенты для группового концентрирования металлов, что особенно важно для экологического мониторинга природных и сточных вод. Существует два основных подхода к спектроскопическому определению металлов в водах с предварительным концентрированием на ППУ сорбентах. Первый трёхстадийный способ включает (1) твердофазную экстракцию; (2) элюирование сорбата низкомолекулярным спиртом, кетоном или сильной кислотой; (3) определение металлов в элюате методом АЭ-спектроскопии с ИСП. Данный подход характеризуется отличной чувствительностью и селективностью, но высокой стоимостью анализа. Другой двухстадийный способ основан на твердофазной экстракции с последующим прямым определением металлов на сорбенте методом спектроскопии диффузного отражения света. Указанный подход характеризуется низкой стоимостью оборудования и анализа, достаточно высокой чувствительностью и низкой погрешностью. Однако фотометрическое окончание имеет такие ограничения, как низкая селективность и возможность определения только окрашенных соединений. Таким образом, для решения указанных проблем необходимо использовать не слишком дорогой метод многоэлементного анализа, чувствительность которого сопоставима с чувствительностью спектроскопии диффузного отражения света.

Цель настоящей работы – изучение принципиальной возможности прямого АЭ определения металлов на ППУ сорбентах в дуге переменного тока и исследование условий измерения аналитического сигнала для улучшения аналитических характеристик гибридных сорбционно-АЭ методик анализа вод. Одна из главных проблем прямого АЭ определения металлов на ППУ – интенсивное горение сорбента на воздухе в электрическом разряде. Для решения данной проблемы в настоящей работе предложено выжигать малое количество сорбента из узкого канала в графитовом электроде. Для повышения воспроизводимости результатов анализа предложено провести предварительное термическое озоление градуировочных образцов в закрытых каналах графитовых электродов с целью исключения возможности возгорания ППУ в дуговом электрическом разряде на воздухе. Диапазон линейности градуировочной зависимости при использовании предложенного подхода составил 2 порядка, а нижняя граница определяемых содержаний для Co, Ni и Pb достигла десятых долей мкг на ППУ сорбенте.

ЦИФРОВОЕ ФОТОДЕТЕКТИРОВАНИЕ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ МАРГАНЦА (II) ПОСЛЕ ЕГО ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ СОРБЕНТОМ

Э.Р. Оскотская¹, Н.Н. Басаргин², Е.Н. Грибанов¹, Е.В. Кузнецов¹
¹ФГБОУ ВПО «Орловский государственный университет», 302026,
г. Орел, ул. Комсомольская, 95

²Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии
РАН (ИГЕМ РАН), 109017, Москва, пер. Старомонетный, 35

В настоящее время остается актуальной разработка новых методов и приемов проведения химического анализа, позволяющих определять Mn(II) в объектах различной природы на уровне ниже ПДК, отличающихся высокой избирательностью и эффективностью, при возможно меньших затратах и простоте работы. Перспективным при решении поставленной проблемы представляется подход, основанный на сочетании предварительного концентрирования металлов полимерными комплексообразующими сорбентами (ПКС) и их последующего инструментального определения, основанного на использовании цветометрии.

В данной работе показана возможность применения цифрового фотоаппарата для детектирования аналитического сигнала при определении марганца (II) в природных и сточных водах. В качестве органического реагента на Mn(II) использовали 4-(2-пиридилазо)-резорцин (ПАР), что связано с высокой чувствительностью и интенсивной окраской, образующегося комплекса.

Найдены оптимальные настройки цифрового фотодетектирующего устройства при которых наблюдается максимальная чувствительность определения Mn(II) по реакции с ПАР. Согласно зависимости «интенсивность компоненты цвета – концентрация металла» (в системе RGB) наиболее подходящей по метрологическим характеристикам является градуировочная зависимость зеленой компоненты цвета. Диапазон концентраций марганца (II) (0.2-3.0 мкг/мл), при которых возможно цифровое детектирование аналитического сигнала, создает необходимость включения стадии предварительного концентрирования металла. В работе использован сорбент – полистирол-2-окси-1'-азо-1'-окси-2'-окси-3'-сульфо-5'-нитробензол, выбор которого обусловлен его хорошими аналитическими свойствами [1].

Определены оптимальные условия (рН_{опт.}, время, температура) сорбции Mn(II) полистирол-2-окси-1'-азо-1'-окси-2'-окси-3'-сульфо-5'-нитробензолом из водных растворов, при которых наблюдается количественное (R>95%) извлечение элемента. Изучено влияние на полноту сорбции Mn(II) макроэлементов, определены их допустимые количества. Найдены условия количественной десорбции марганца (II).

На основе полученных результатов разработана и апробирована новая комбинированная методика определения Mn(II) в природных и сточных водах, основанная на детектировании аналитического сигнала цветной реакции «Mn(II)-ПАР» цифровым фотоаппаратом и включающая стадию предварительного концентрирования металла полимерным сорбентом. Данная методика показывает хорошую воспроизводимость ($s_r = 0.09-0.16$), отличается простотой применения, не требует привлечения дорогостоящего оборудования, а благодаря своему инструментальному исполнению дает возможность использования в полевых условиях.

Литература

1. Басаргин Н.Н., Оскотская Э.Р., Грибанов Е.Н., Розовский Ю.Г. // Журнал неорганической химии. 2011. Т. 56. № 2. С. 348-352.

НАБОР ТЕСТ-СРЕДСТВ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ОЧИСТКИ КОЛЛЕКТОРНЫХ ВОД В МЕСТАХ БУРЕНИЯ ГАЗОВЫХ СКВАЖИН

В.М. Островская¹, Е.О. Полянская²

¹ Учреждение Российской академии наук Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова, 119991 Москва, Ленинский пр. 31

² Кубанский государственный университет, биологический факультет, 350040 Краснодар, Ставропольская ул., 149

Работа посвящена экспрессным и мобильным методам анализа, а именно разработке тест-средств и с их помощью тест-методов анализа коллекторных скважинных вод, содержащих мелкодисперсные трудноудаляемые примеси, образующиеся при бурении газовых скважин, из-за которых вода не пригодна для потребительских целей в соседних населенных пунктах и ее необходимо очищать. Фирма ООО «Синергетические технологии» (в системе «ГАЗПРОМА»), доставила нам самолетом в 2010 г. 15 л проб из коллектора 7 скважин водно-очистительной станции поселка Ягельный Тюменской области Ямало-Ненецкого округа. На основании анализа водной части и осадка проб мы установили, для каких аналитов целесообразно изготовить тест-средства.

Был разработан набор тест-средств для анализа водных растворов и суспензий: индикаторные полосы (ИП) 9,5x40 мм из реagentных индикаторных бумаг (РИБ) с ковалентно иммобилизованными реагентами; индикаторное устройство для концентрирования микроколичеств аналитов на ИП; двухзонные размером 6x10 мм и трехслойные полосы для проведения постадийных тест-реакций; неразмываемые универсальные кислотно-основные ИП; карманное прокачное устройство (КПУ) с фильтрами-полосками для обнаружения и оценки мелкодисперсного осадка. С помощью тест-средств этого набора проведен анализ указанных проб. Результаты анализа были сопоставлены с результатами анализа проб с помощью ряда стандартных методов (таблица).

Таблица: Анализ коллекторной скважинной воды

№	Определяемый компонент	Обозначение	Определено содержание аналита		Норматив по СанПиН**
			Тест-методом	По приборам	
1	рН		6	5,8	6,0-9,0
2	Жесткость общая	мг-экв/л	0,3	0,17	7,0
3	Хлориды	мг/л	<100	5,7	350
4	Сульфаты	мг/л	<100	24,3	500
5	Нитриты	мг/л	0,1	Не определено	3,3
6	Нитраты	мг/л	10	Не определено	45
7	Железо (общ)	мг/л	0,01 +0,3 осадок	3,1	0,3
8	Железо(II)	мг/л	0,2 осадок	Не определено	0,3
9	Марганец	мг/л	0,5 осадок	0,6	0,1
10	Сумма металлов*	мг/л	0,3 + 0,5 осадок	Не определено	
11	Силикаты по SO ₂	мг/л	25	14,1	20

*Медь, железо, свинец, марганец, кобальт, никель, кадмий; **2.1.4.1074-01

Кроме того полоски-фильтры из бумаги-основы для экспресс-тестов марки I (по ТУ 13-730800-721-85) с КПУ были применены для построения графических зависимостей – скорости фильтрования пробы через зону полоски диаметром 6 мм и оптической плотности при 430 нм этой зоны с осадком от количества мелкодисперсного осадка в пробе. Это дало возможность оценить эффективность предлагаемых для очистки воды фильтров UltraD, имеющих поры размером 0,1 мкм. Набор испытан в производственных условиях с положительными результатами.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ СУБСТАНЦИИ ЛЕКАРСТВЕННОГО ПРЕПАРАТА ШУНЛИТ

Л.И. Очертянова¹, А.С. Алиханян¹, А.С. Берлянд², О.Ю. Васильева², Л.Д. Большакова¹

¹ Учреждение Российской Академии Наук Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН,

² Московский государственный медико-стоматологический университет, г. Москва 119991, Ленинский проспект 31, ochert@igic.ras.ru

Шунлит представляет собой микс минерального сырья на основе шунгита. О шунгите и о воде настоянной на нем написано очень много публикаций. Более 20 лет для очистки питьевой и сточной воды успешно применяются сорбенты на основе природных шунгитов, месторождения которых находятся в Карелии и Казахстане, а также в Приполярном Урале (Ханты-Мансийском автономном округе, Югра). До настоящего времени шунгиты в качестве энтеросорбентов не использовались и поэтому разработка нового лекарственного препарата на основе природного шунгита является актуальной задачей. В результате совместных исследований нами разработаны способы и методики фармацевтического и физико-химического анализа для оценки качества нового биологически активного вещества шунлит. Сорбент шунлит был получен размолом шунгита разновидности 111 Зажогинского месторождения с помощью шаровой мельницы, предварительно подвергнут очистке от посторонних примесей.

Для исследования объекта шунлит были использованы следующие методы: рентгенофазовый анализ (РФА), лазерная масс-спектрометрия (МС), атомно-абсорбционная спектрофотометрия (ААС). Исследованы сорбционные свойства и биологическая активность шунлита. На основании приведенных исследований выявлен минеральный состав шунлита, состоящий из кварца, кианита, микроклина, графита и шамозита. Рентгенофазовый анализ шунлита проводили на порошковом дифрактометре ДРОН-2. Элементный анализ шунлита проводили методом лазерной масс-спектрометрии на приборе ЭМАЛ-2. В результате которого установлено, что основное содержание в шунлите составляет С, О и Si (10-40 масс.%), Al и K (1-10 масс.%). В состав шунлита в незначительном количестве входят Са, Fe, Ti (0,1-1 масс.%); Ва, Cl, P, S, Rb (0,01-1 масс.%); As, В, Се, Со, Cr, Cu, La, Mn, Nb, Ni, Sr, Y, Zn, Zr (0,001-0,01 масс.%), а содержание Cd, Hg, Pb находится ниже предела обнаружения (0,0001 масс.%). Определение содержания токсичных элементов в шунлите проводили атомно-абсорбционным методом на приборах ААС фирмы Перкин-Элмер (модель 303 в пламени ацетилен-воздух) и модели 2100 с электротермической атомизацией в графитовой печи HGA-700. Методом ААС было исследовано 5 серий образцов шунлита. Было установлено, что содержание токсичных элементов Cu, Zn, Pb, As в шунлите незначительно, а содержание Cd и Hg находится ниже предела обнаружения метода (0,0001%).

Сорбционные свойства шунлита изучали в статическом режиме. В качестве сорбатов были выбраны ионы токсических металлов: свинца, цинка, меди и ртути. В качестве органических сорбатов были использованы соединения, имитирующие различные факторы интоксикации: фенол, метиловый синий, цианокобаламин и бычий альбумин. Данные для изотерм сорбции получены при рН 2 и 6,5. Исследование биологической активности шунлита проводили с помощью следующих молекулярных тест-систем: супероксиддисмугазной (СОД), каталазной (КАТ), глутатионпероксидазной (ГП), глутатионредуктазной (ГР) и пируваткиназной (ПК). Эти тест-системы, содержащие ферменты антиоксидантной защиты, широко используют для выявления веществ, обладающих антиоксидантной, адаптогенной, противовирусной или противомикробной активностью. Данные исследования показали, что шунлит обладает выраженной антиоксидантной и бактерицидной активностью. (таблицы результатов и графики будут приведены в докладе).

ПРИНЦИП ФОРМИРОВАНИЯ БАЗ ДАННЫХ МОНИТОРИНГА ПРИ
ВЗАИМОДЕЙСТВИИ И ОБМЕНЕ ИНФОРМАЦИЕЙ В РАМКАХ
ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА ОБЪЕКТОВ
КОСМОДРОМА БАЙКОНУР, В ТОМ ЧИСЛЕ РАЙОНОВ ПАДЕНИЯ
(СТЕНДОВОЕ СООБЩЕНИЕ)

Л.А. Павлова

ФГУП «Центр эксплуатации объектов наземной космической инфраструктуры»,
г. Москва, ул. Щепкина д.42, стр. 1,2, ГСП-6, 107996

Экологический мониторинг проводится с целью получения объективных данных об объектах окружающей среды (ОС) с установленной периодичностью. Для оптимизации работы по сбору и анализу информации об экологическом состоянии объектов ОС на космодроме, включая районы падения отделяющихся частей ракет-носителей (ОЧ РН), формируются базы данных различных уровней.

Субъектами информационного обмена являются:

Пользователь информации – организация-участник информационного обмена, нуждающаяся в конкретной информации, необходимой для принятия решений и реализации возложенных на неё полномочий.

Поставщик (собственник) информации – организация-участник информационного обмена, располагающий необходимой информацией и предоставляющий её другим субъектам информационного обмена по установленным регламентам.

Взаимодействие субъектов информационного обмена обусловлено сферами их деятельности и перечнем данных, получаемых и передаваемых ими в процессе работ.

Для субъектов информационного обмена определены функции: сбор, обобщение и систематизация результатов (ФГУП «ЦЭНКИ»), контроль источников загрязнения (КЦ «Южный»), представление результатов экологического мониторинга природоохранным органам (Роскосмос), ведение базы данных по характеристике фонового состояния ОС (ДПП «Инфракос-Экос» РК и ИВЭП СО РАН РФ) др.

Основными принципами обмена информацией являются:

- применение участниками документооборота единых технологий, форматов, протоколов информационного взаимодействия и унифицированных программно-технических средств;
- правомерное использование программного обеспечения и сертифицированных программно-технических средств;
- обеспечение целостности передаваемой информации;
- минимизация издержек, прежде всего временных;
- обеспечение конфиденциальности передачи и получения информации.

Объектом информационного взаимодействия является экологическая информация, получаемая при осуществлении экологического мониторинга:

- результаты мониторинга и контроля ОС (характеристики источников загрязнений, характеристика объектов космодрома, опасных технологических процессов, графики проведения работ, план действий в аварийных ситуациях);
- материалы по процедурам оценки воздействия на ОС и процессу принятия решений; сведения о химических, физических и биологических факторах воздействия;
- нормативная документация (государственные и отраслевые стандарты, стандарты предприятий) в сфере охраны ОС, использования природных ресурсов и проведение природоохранных мероприятий;
- прогнозы изменения состояния ОС;
- информация о международном сотрудничестве в области экологии и природопользования.

Для обеспечения обмена информацией разрабатывается программное обеспечение, включающее формы на основе программ Access и ГИС, обмен осуществляется в рамках единого регламента.

ИЗВЛЕЧЕНИЕ ПЛУТОНИЯ В РАЗЛИЧНЫХ СОСТОЯНИЯХ ОКИСЛЕНИЯ ИЗ МОДЕЛЬНОЙ ГРУНТОВОЙ ВОДЫ МЕТОДОМ ТВЕРДОФАЗНОЙ ЭКСТРАКЦИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ *N*-БЕНЗОИЛФЕНИЛГИДРО-КСИЛАМИНА

С.А. Перевалов, Г.И. Малофеева, Е.В. Кузовкина, А.П. Новиков, Б.Я. Сливаков
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН,
г. Москва, ул. Косыгина д.19.

Радиоактивные отходы, как известно, содержат большой набор радионуклидов, среди которых наиболее опасными являются актиниды и, в частности, плутоний - долгоживущий техногенный радионуклид, который с точки зрения решения экологических задач представляет наибольший интерес, поскольку он может присутствовать в природных водах одновременно в четырех состояниях окисления - III, IV, V и VI. Низшие состояния окисления плутония более устойчивы в кислых растворах, а высшие состояния окисления стабилизируются в растворах с увеличением pH. Кроме того, Pu (IV) при pH 2 - 3 гидролизует и, в результате процессов оляции и оксоляции, образует полимерные макромолекулы.

При проведении радиомониторинга территорий загрязненных радиоактивными элементами, и том числе плутонием, ввиду сложного состава объектов окружающей среды и, зачастую низких концентраций определяемых элементов, необходимо предварительное избирательное концентрирование. Для этих целей используют различные методы. Значительное место среди них занимают сорбционные методы, а в последние годы эффективно используется твердофазная экстракция (ТФЭ).

В настоящем исследовании использовались патроны ДИАПАК С16 модифицированные БФГА для выделения плутония в различных состояниях окисления из модельной грунтовой воды с pH 7-9. Установлено, что степень извлечения Pu зависит от состояния окисления. Pu(IV) извлекается на 98-99% независимо от объема и соответственно скорости пропускания исследуемого раствора. Pu(V) – извлекается на 90-95% для растворов объемом 10мл (время контакта 10 мин) и на 75-80% для растворов объемом 100 мл (время контакта 100 мин). Pu(VI) извлекается на 45-50% из растворов объемом 100 мл. Плутоний из раствора, состоящего из эквимольных аликвот Pu в состояниях окисления IV, V, VI извлекается на 74% за 100 мин из 100 мл.

Кинетическая обменная емкость в процессе сорбции для растворов плутония во всех состояниях окисления изменяется незначительно, в тоже время коэффициенты распределения плутония изменяются в зависимости от состояния окисления. Коэффициенты распределения Pu(IV) достаточно велики и равны 2700-2000 г/мл, а затем по мере пропускания раствора уменьшаются. Коэффициенты распределения Pu(V) изменяются от 900 г/мл до 80 г/мл при пропускании первых 30 мл исследуемого раствора. Коэффициенты распределения Pu(VI) практически не меняются во всем диапазоне пропущенных объемов раствора и равны в среднем 17 г/мл.

В процессе сорбции пятивалентный плутоний восстанавливается на 80-90% до Pu(IV) при времени контакта фаз более 1 часа. Шестивалентный плутоний восстанавливается до Pu(V) на 34% и до Pu(IV) на 55%. В смешано-валентном растворе Pu(VI) восстанавливается до Pu(V) и Pu(IV).

Проведенные исследования показывают, что плутоний можно достаточно эффективно извлекать как из модельной грунтовой воды, так и из природных вод с использованием концентрирующих патронов ДИАПАК С16 модифицированных раствором *N*-бензоилфенилгидроксиламина.

ЭКОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ЯМР - ИССЛЕДОВАНИЙ ПРОДУКТОВ ПРЕВРАЩЕНИЯ ТАБАКА В ВОЗДУШНОЙ СРЕДЕ

А.С. Перегудов, А.Б. Урюпин, К.А. Кочетков

Учреждение Российской Академии наук Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, г. Москва, ул. Вавилова, 28

e-mail: abur@ineos.ac.ru

Вредное воздействие табака на человека и окружающую среду усугубляется протеканием гетерогенных реакций окисления на поверхности частиц табака и аэрозоля табачного дыма, происходящих, возможно, по механизмам, альтернативным известным, и образованием веществ, низкая концентрация которых ограничивает возможности их изучения доступными современными физико-химическими методами. Повышение чувствительности современных ЯМР-спектрометров (с рабочей частотой 600 и более МГц) и применение методов гомо- и гетероядерной корреляции химических сдвигов ^1H и ^{13}C (COSY и т.п.) позволяют проводить неразрушающий контроль процессов превращения компонентов курительных и некурительных табачных изделий и их последствий для экологии человека [1].

Нами проводилось исследование образцов основного алкалоида табака, (-)-никотина различного происхождения, и рацемата на его основе с использованием одномерного (1D) ^1H и ^{13}C ЯМР, в ряде случаев дополненного 2D-ЯМР (^1H , ^1H -COSY). ЯМР-спектры сняты на приборе Bruker с рабочей частотой 600 МГц в ДМСО- d_6 и CDCl_3 . Установлено, что в процессе рацемизации (-)-никотина под действием основных агентов по известной технологии может происходить параллельно и расщепление пирролидинового кольца.

Рост популярности минорных компонентов - ароматизаторов табака – повлек за собой законодательные ограничения на их применение и отклик аналитиков. Нами впервые выполнен экспресс-анализ ДМСО - экстрактов трубочных табаков (G.L. Pease Montgomery, Solani White Black, McVaren Plum Cake, Gamith and Hoggart Louisiana Flake, производства Дания), для отдушки которых мог быть применен кумарин (с 90-х годов запрещенный в странах ЕС). В качестве образца сравнения использовался «кумарин» (Китай), дополнительно регистрировали спектры ЯМР ^{13}C $\{^1\text{H}\}$ экстрактов. Во всех образцах не обнаружено внесенного дополнительно ароматизатора (вплоть до концентрации $> 0,01\%$).

В связи с введением с 2011г. в странах ЕС резкого разграничения «природных ароматизаторов» и просто «ароматизаторов», возрастает роль экспрессного ЯМР-анализа позволяющего в случае смесей изомеров быстро устанавливать происхождение препарата. Показано, что степень «натуральности» наиболее популярного ароматизатора - ментола отчетливо проявляется в 1D - ^1H и ^{13}C -спектрах его коммерческих образцов.

Установлено, что анализ состава смесей, включающих (или не включающих) табак для прокуривания в кальяне требует комбинирования методов ЯМР и ВЭЖХ-МС в связи с опасной для человека, но недостаточно высокой для экспресс-анализа концентрацией потенциально опасных компонентов дыма.

Литература

1. А.Б. Урюпин, А.С. Перегудов . *Тобассо Ревю*. 2009, 3, 18-23.

АНТРОПОГЕННАЯ МИГРАЦИЯ МЕТАЛЛОВ ГРУППЫ ПЛАТИНЫ В ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЕ

Д.Б. Петренко, Ю.М. Дедков

Московский государственный областной университет, г. Москва, ул. Радио д. 10а;
e-mail: DBPetrenko@yandex.ru

Увеличение потребления элементов группы платины (ЭГП) в производстве автомобильных каталитических нейтрализаторов выхлопных газов, противораковых препаратов, катализаторов в нефтехимической промышленности, и ряде других областей приводит к значительному усилению антропогенной миграции этих элементов. Повышенные содержания ЭГП обнаруживаются в природных водах, дорожной пыли и речных осадочных отложениях. В частности установлено [1-2], что концентрация платины в снеге отдаленных районов Гренландии и Альп возросла в период с 1975 до 1995 г более чем в 40 раз.

Известно, что многие соединения ЭГП обладают токсическим и канцерогенным действием в очень низких концентрациях, что делает весьма актуальным изучение механизмов миграции и биоаккумуляции этих металлов в окружающей среде.

Примерно половина мирового объема производства платины и палладия и более чем 90% мирового производства родия используются для изготовления каталитических автомобильных нейтрализаторов, необходимых для снижения выбросов угарного газа, оксидов азота и углеводородов двигателями автомобилей. В процессе эксплуатации нейтрализаторы подвергаются жестким изменениям температурных и окислительно-восстановительных условий, что приводит к его механическому разрушению и уносу частиц катализатора в окружающую среду потоком выхлопных газов. В докладе приводятся критический анализ литературных данных по объемам и кинетике выбросов ЭГП каталитическими нейтрализаторами различных типов, формах существования ЭГП в этих выбросах, указываются возможные пути трансформации ЭГП в биологически доступные формы и их рассеяния в условиях окружающей среды.

Авторами целого ряда работ отмечается, что влияние ЭГП на здоровье человека в тех формах и концентрациях, в которых они присутствуют в окружающей среде, вследствие антропогенной деятельности, достаточно плохо изучено, однако хорошо описаны токсических реакций у людей, непосредственно контактировавших с солями платины и палладия. Известно, что в основе механизма общетоксического действия ЭГП лежат процессы взаимодействия их посредством тиольных групп с белками, входящими в состав мембран и ферментами. Токсичность соединений платины определена для некоторых видов водных беспозвоночных. Установлено что биоаккумуляция антропогенных ЭГП мидиями и угрями снижается в ряду $Pd > Pt > Rh$ [3].

Таким образом, способность ЭГП накапливаться в окружающей среде и биологических тканях, в сочетании с высокой токсичностью ряда их соединений дают основания для беспокойства и требуют проведения дополнительных исследований поведения этих элементов в окружающей среде, которые в России на настоящий момент практически отсутствуют.

Литература.

1. Barbante C, Cozzi G, Capodaglio G. e.a. // *Anal. Chem.* 1999. V. 71. P. 4125-4133.
2. Barbante C., Veysseyre A., Ferrari C., Van de Velde K. e.a. // *Envir. on Sci. Technol.* 2001. V. 35. P. 835 –839.
3. Moldovan M., Palacios M.A., Gomez M.M. e.a. // *Sci. Total Environ.* 2002. V. 296.– P. 199-208.

СОВРЕМЕННЫЕ СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЕМ

В.Г. Петров, А.В. Трубачев, Е.А. Харалдина

Учреждение Российской академии наук Институт прикладной механики УрО РАН,
426067, Россия, г. Ижевск, ул. Т. Барамзиной, 34

В настоящий момент является актуальным создание новых, современных систем управления природопользованием в индустриальных центрах с использованием последних научно-технических достижений в области экоаналитики, информационных технологий и математического прогнозирования, что очевидно на примере Уральского региона. Регион является одним из наиболее развитых в индустриальном отношении регионом РФ, с большой долей предприятий машиностроительной, металлообрабатывающей, металлургической, горнодобывающей промышленности, предприятий оборонного комплекса. На территории региона также осуществляется нефтедобыча, по его территории проходят магистральные нефте- и газопроводы. В дальнейшем производственное значение Уральского региона будет возрастать с учетом новых экономических тенденций как региона, расположенного на границе Европы и Азии. Для учета всех негативных факторов в таком индустриальном регионе необходима оперативная обработка большого количества аналитической информации и разработка обоснованных кратковременных и долгосрочных прогнозов.

Сейчас практически отсутствуют технические подходы к реализации концепции устойчивого развития с учетом экологической составляющей, как на государственном, так и на региональных уровнях. Одним из таких подходов является совершенствование систем природопользования индустриальных центров и регионов с применением технических достижений, соответствующих современному мировому уровню развития науки и техники. К таким достижениям относятся современные высокочувствительные методы аналитического приборного контроля, использование которых возможно в режиме реального и близкого к реальному времени, а также использование информационных технологий, позволяющих оперативно получать, обрабатывать информацию и принимать управленческие решения в области природопользования через органы исполнительной власти – Министерство природных ресурсов, Ростехнадзор и др. При данном подходе решается задача создания единой системы мониторинга и контроля экологической ситуации в зонах промышленных загрязнений, образующихся вследствие деятельности предприятий в индустриальных центрах. Для этого создается единое информационное поле, объединяющее специализированные лаборатории ведомств, лаборатории входящие в состав промышленных предприятий, в которых накапливается информация о степени загрязнения среды в результате производственной деятельности. Информация оперативно поступает в исследовательский центр, где происходит ее обработка, и с использованием методов математического моделирования осуществляется прогноз развития ситуации. Обработанная информация и полученный прогноз передается в органы власти для принятия управленческих решений.

ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЕ И КИНЕТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ УСЛОВИЙ ОБРАЗОВАНИЯ ДИОКСИНОВ В ИНСИНЕРАТОРАХ

В.Г. Петров, М.А. Корепанов

Учреждение Российской Академии наук Институт прикладной механики Уральского
отделения РАН, 426067, г. Ижевск, ул. Т. Барамзиной, 34

С применением метода групповых составляющих рассчитаны термодинамические свойства полихлорированных дибензо-п-диоксинов, дибензофуранов (ПХДД/Ф), их Br-, S- аналогов и других диоксиноподобных ксенобиотиков. На основании имеющихся экспериментальных данных проведена оценка кинетических характеристик реакций образования ПХДД/Ф в зонах охлаждения установок по сжиганию диоксиногенных отходов (инсинераторов) и получены следующие результаты для энергии активации и предэкспоненциального множителя в уравнении Аррениуса для реакции 1-го порядка:

$$E_a = 26,37 - 33,70 \text{ кДж/моль},$$
$$k_o = (5,84 - 17,60) \cdot 10^{-5}, \text{ с}^{-1}.$$

Проведен анализ возможных реакций образования ПХДД/Ф в таких установках и сделаны следующие выводы для установок по сжиганию отходов:

1. Для снижения количества синтезированных ПХДД/Ф в зоне сгорания исходных веществ и материалов необходим избыток окислителя для исключения образования в отходящих газах недоокисленных продуктов сгорания, в частности СО и Н₂.

2. В зоне максимальных температур также важен избыток окислителя и необходимо выдерживание газовой смеси при $t > 1120 \text{ К}$ не менее 2 с.

Эти выводы соответствуют рекомендациям Европейского Союза для мусоросжигательных установок.

3. В зоне охлаждения отходящих газов вновь возможно образование ПХДД/Ф из недоокисленных продуктов сгорания при $T < 800 \text{ К}$. Наиболее вероятным температурным интервалом образования ПХДД/Ф в зоне охлаждения инсинераторов является интервал 500 – 800 К. Время пребывания отходящих газов при этих температурах должно составлять ~ 1 с, для соответствия выбросов установки ЕН на содержание ПХДД/Ф (ЕН – Европейский Норматив на содержание ПХДД/Ф, равный 0,1 нг I-ТЕQ / нм³ для установок по сжиганию). Такие условия возможно обеспечить, например, при быстром охлаждении отходящих газов во время очистки в скруббере.

В случае обезвреживания огневом методом диоксиногенных отходов проблемной является утилизация выделившейся тепловой энергии, т.к. использование котлов-утилизаторов при таких установках приводит к необходимости циркуляции отходящих газов, что увеличивает время их пребывания в критичном интервале температур и увеличивает риск синтеза ПХДД/Ф выше норм безопасности.

ОБ ОСОБЕННОСТЯХ ПОВЕДЕНИЯ ТЕХНОГЕННОГО МЫШЬЯКА В ПРИРОДНЫХ СРЕДАХ ПРИ РАБОТАХ ПО УНИЧТОЖЕНИЮ ЛЮИЗИТА

В.Г. Петров, О.С. Набокова, М.А. Шумилова

Учреждение Российской Академии наук Институт прикладной механики Уральского отделения РАН, 426067, г. Ижевск, ул. Т.Барамзиной, 34

Одна из проблем загрязнения техногенным мышьяком связана с нестабильностью его форм в окружающей среде. Наиболее токсичны и наиболее растворимы, как правило, соединения мышьяка (III), более безопасны соединения мышьяка (V). Однако в различных природных условиях формы мышьяка могут трансформироваться из более опасной в менее опасную и наоборот. Это следует учитывать при мониторинге загрязнения мышьяком и организации работ по обезвреживанию мышьяка, попавшего в результате различных инцидентов техногенного характера в такие природные объекты, как почва, вода, донные отложения водоемов. Например, попадание соединений мышьяка в окружающую среду может произойти при работах по уничтожению химического оружия. Зачастую, мышьяк оказывается вне промплощадок отдельных промышленных предприятий.

Региональным Центром Государственного экологического контроля и мониторинга по Удмуртской Республике проводился мониторинг загрязнения мышьяком и тяжелыми металлами (ТМ) различных природных объектов в ходе работ по уничтожению люизита в г.Камбарке Удмуртской Республики. Было установлено отличие в поведении мышьяка в природных объектах, в сравнении с загрязнителями тяжелыми металлами. ТМ – это, как правило, катионные формы (Zn^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{+} , Cu^{2+} , Cr^{3+} и т.д.), а мышьяк входит в состав анионных групп (AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-}). Этим объясняется разница в ионообменных, сорбционных процессах и иных процессах, которые происходят в почвах и илах. ТМ в почвах, илах связываются в комплексы с гуминовыми и фульвокислотами. Арсениты и арсенаты таких форм не образуют, поэтому значительно более подвижны, чем ТМ. Минерализация (образование нерастворимых соединений) мышьяка в природе происходит на окислительном и восстановительном геохимических барьерах. ТМ минерализуются в почвах и других природных объектах, в основном, в нейтральных и щелочных средах, а мышьяк в кислых и щелочных. При $pH = 6-7$, например, арсенит натрия или арсенат натрия, которые образуются в результате разложения люизита, представляют из себя хорошо растворимые соли. Растворяется в воде триоксид мышьяка, образующийся при термическом обезвреживании некоторых отходов процесса уничтожения люизита, при этом не происходит минерализации мышьяка, т.к. металлы в почве находятся уже в минерализованном состоянии и он не удерживается в почве за счет ионообменных процессов.

Следствием этого является бóльшая подвижность техногенного мышьяка в окружающей среде в отличие от ТМ, повышенная миграция As в почвах, природных водах и возможность попадания в подземные воды. Локализация загрязнения мышьяком происходит в определенных условиях, которые могут быть искусственно созданы. Указанная особенность выдвигает определенные требования к организации экоаналитического контроля загрязнения мышьяком. В частности, информативными по воздействию техногенного мышьяка на окружающую среду могут быть пробы, взятые в зимнее время (снега). Загрязнение по мышьяку снега локализуется, природные процессы, направленные на делокализацию загрязнения, не происходят.

ПАУ В СНЕЖНОМ ПОКРОВЕ АРКТИЧЕСКИХ ТЕРРИТОРИЙ (О. ШПИЦБЕРГЕН)

В.Н. Петрова, З.А. Жаковская, В.А. Никифоров

Учреждение Российской Академии наук Санкт-Петербургский Научно-исследовательский Центр экологической безопасности РАН 197110, г. С.-Петербург, Корпусная ул. 18, Россия varvara.petrova@inbox.ru

Объектом исследования являлся поверхностный снежный покров о. Шпицберген в районе норвежского поселения Лонгербин (Longyearbyen). В процессе работы анализировалось накопление и распределение количественного содержания 16 приоритетных ПАУ с целью определения доминирующего источника их поступления.

Экспедиционные работы в указанном районе проводились в апреле 2009 г в рамках совместной Российско-Норвежской экспедиции на о.Шпицберген (NorthPOP project: Emerging persistent organic pollutants in the high North and North-Western Russia, 185104/S50 in Norwegian Research Council). Пробы поверхностных слоев снега были отобраны на 7 характеристичных станциях.

Полученные данные свидетельствуют о том, что общее содержание полициклических ароматических углеводородов в исследованных пробах поверхностного снега варьируется в пределах от 2,0 мкг/л талой воды до 103 нг/л талой воды. Высокие суммарные концентрации ПАУ в снежном покрове о. Шпицберген связаны, по всей видимости, с традиционно высокими фоновыми значениями ПАУ, характерными для почвы и донных отложений указанной территории [1]. Определение количественных соотношений между компонентами системы позволило получить профили загрязнений поверхностных слоев снега полициклическими ароматическими углеводородами и определить характер доминирующего источника их поступления. В распределении Флуорантен/Флуорантен+Пирен (Фл/Фл+П) в исследуемых пробах наблюдается незначительный разброс значений – от 0,4 до 0,9. Исследуемый регион характеризуется довольно низкими концентрациями флуорантена и пирена, поэтому соотношение этих компонентов чувствительно даже к малым поступлениям продуктов горения органического материала. Значения показателей Антрацен/Антрацен+Фенантрен (Ан/Ан+Фен) указывает на смешанный источник происхождения полиаренов со смещением в сторону пирогенного. Полученные результаты в целом согласуются с данными работ по фоновому содержанию СОЗ на северных территориях [1, 2]. Однако следует обратить внимание на присутствие в пробах снега потенциально канцерогенных полихлорированных нафталинов, склонных по своей природе к накоплению в природных матрицах, но до сих пор не нормирующихся в российском и международном законодательствах.

Литература

1. Dahle S., Savinov V., Petrova V. et al. Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in Norwegian and Russian Arctic marine sediments: concentrations, geographical distribution and sources. *Norwegian Journal of Geology* 86, 41 – 50 (2006).
2. Halsall C. J., Barrie L. A., Fellin P. et al. Spatial and Temporal Variation of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in the Arctic Atmosphere. *Environ. Sci. Technol.* 31 (12), 3593–3599 (1997).

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ БИОСЕНСОР ДЛЯ ДЕТЕКЦИИ ДИХЛОРМЕТАНА

Ю.В. Плеханова, Ю.Е. Фирсова, Н.В. Доронина, А.Н. Решетиллов

Институт биохимии и физиологии микроорганизмов им. Г.К. Скрыбина РАН, 142290
Моск. обл., г. Пущино, проспект Науки, 5

Дихлорметан (ДХМ) - соединение, относящееся к классу галогенированных производных метана, является летучим токсичным соединением, широко используемое в промышленности в качестве растворителя и хладагента. Промышленное производство его достигает 300000 т/год, тогда как биогенное образование незначительно. ДХМ оказывает канцерогенное и мутагенное действие на живые организмы, а также с трудом разлагается абиотически, особенно в водных системах.

Поскольку в водных средах период полураспада ДХМ составляет до 700 лет, а в атмосфере 70 суток, он считается одним из основных загрязнителей воды и атмосферы. Поэтому проблема биodeградации этого опасного поллютанта весьма актуальна. Актуальной задачей остается также разработка высокочувствительных, экспрессных, селективных и простых по конструкции аналитических устройств для определения ДХМ в промышленных и городских стоках.

Целью работы являлось создание электрохимического биосенсора на основе микроорганизмов, утилизирующих дихлорметан, для определения этого соединения в сточных водах.

Для создания такого биосенсора были использованы аэробные метилотрофные бактерии *Methylobacterium dichloromethanicum* ДМ4. Этот штамм характеризуется высокой активностью в отношении ДХМ, устойчивостью к ультрафиолетовому излучению, перекиси водорода, колебаниям рН и температуры, высушиванию. Клетки этого штамма хорошо иммобилизуются на носителе (полиамидное волокно) и не утрачивают способности к деградации поллютанта при длительном культивировании в неселективных условиях, что связано с хромосомной локализацией соответствующих генов. Электрохимическую основу биосенсора составлял рН-чувствительный полевой транзистор. Принцип анализа был основан на электрохимической детекции ионов H^+ , появляющихся в результате утилизации ДХМ микроорганизмами. Количество образующихся протонов в среде зависит от количества внесенного ДХМ, что и составляет основу анализа. При формировании биорецептора суспензию клеток наносили на фрагмент хроматографической стекlobумаги площадью 9 мм² и подсушивали на воздухе в течение 10-20 минут. Измерения проводили в кювете объемом 2 мл при постоянном перемешивании. Регистрировали изменение уровня сигнала транзистора при внесении субстрата.

В ходе проведенных исследований был осуществлен: 1) скрининг штаммов микроорганизмов и выбран наиболее подходящий для создания биосенсора; 2) выбор оптимального носителя для иммобилизации клеток и концентрация клеток на носителе; 3) оптимизированы условия функционирования биосенсора (рН и молярность буфера); 4) изучены субстратная специфичность биосенсора.

В целом, была показана принципиальная возможность создания биосенсора для детекции дихлорметана на основе рН-чувствительного транзистора и клеток микроорганизмов, способных к биodeградации ДХМ.

МОНИТОРИНГ СТОЙКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ (СОЗ) В ПРОМЫСЛОВЫХ РЫБАХ БАРЕНЦЕВА МОРЯ

Н.Ф. Плотицына, Т.А. Зимовейскова

Полярный НИИ морского рыбного хозяйства и океанографии им. Н.М. Книповича
(ПИНРО), 183038, г. Мурманск, ул. Книповича, 6

Хлорорганические пестициды (ХОП) и полихлорбифенилы (ПХБ) относятся к стойким органическим загрязнителям (СОЗ) и являются наиболее распространенными продуктами, загрязняющими окружающую среду. Интенсивное применение в сельском хозяйстве и промышленности привело к тому, что огромное количество этих соединений включено в природную биоциркуляцию и этот процесс затрагивает практически всю биосферу. Водные организмы могут накапливать СОЗ в значительных количествах. В естественных условиях скорость их разложения крайне низка.

Проанализированы 168 проб мышц и 152 пробы печени промысловых рыб Баренцева моря - трески, пикши, камбалы-ерша, пятнистой зубатки и черного палтуса, собранных в рейсах научно-исследовательских судов ПИНРО в 2009-2010 гг.

Хлорорганические пестициды (α -, β -, γ -гексахлорциклопексан (ГХЦГ), гексахлорбензол (ГХБ), дихлордифенилтрихлорэтан (ДДТ) и его метаболиты) и полихлорбифенилы (конгенеры с номерами по номенклатуре IUPAC: 28, 31, 52, 99, 101, 105, 118, 138, 153, 156, 180, 187) определялись на хромато-масс-спектрометре GCMS-QP2010 Plus фирмы «Shimadzu» (Япония) с капиллярной кварцевой колонкой HP-5 MS длиной 30 метров.

Остаточные количества ГХЦГ в мышцах исследованных рыб варьировали в широком диапазоне от 0,36 до 17,4, ГХБ - от 0,75 до 25,9, ДДТ – от 0,65 до 12,9 нг/г сырой массы. Содержание ХОП в печени исследованных рыб было значительно выше, чем в мышцах, так как печень является депонирующим органом, где в первую очередь происходит накопление загрязняющих веществ. Кроме этого, печень рыб отличается более высоким содержанием жира по сравнению с мышцами, а все хлорированные углеводороды обладают липофильными свойствами, т.е. хорошо растворяются в жирах.

Увеличение в мышцах и печени рыб относительного содержания более стабильного изомера α -ГХЦГ по сравнению с γ -ГХЦГ (α -ГХЦГ/ γ -ГХЦГ >1) свидетельствовало о давнем поступлении ГХЦГ в окружающую среду. Содержание метаболита p,p'-ДДЕ в мышцах и печени рыб превышало содержание метаболита p,p'-ДДТ и указывало на длительный процесс трансформации ДДТ в более стойкие метаболиты, то есть о «старом» загрязнении окружающей среды.

Суммарное содержание ПХБ в мышцах исследованных рыб изменялось от 0,81 до 13,5 нг/г сырой массы, в печени – от 13,8 до 1100 нг/г сырой массы. Вследствие значительного количества жира содержание ПХБ в печени рыб во много раз превышало содержание в мышцах. Из индивидуальных ПХБ в мышцах и печени рыб преобладали конгенеры с номерами 118, 138 и 153, что указывает на техногенное загрязнение среды обитания рыб промышленными смесями ПХБ типа Aroclor (российские аналоги - совол и совтол).

Суммарное содержание ГХЦГ, ДДТ и ПХБ в мышцах и печени исследованных рыб Баренцева моря было значительно ниже нормативов, установленных санитарными правилами и нормами РФ для морских рыб и продуктов из них.

Полученные результаты хорошо согласуются с ранее опубликованными данными о содержании стойких органических загрязнителей (хлорированных углеводородов) в ихтиофауне северных морей.

ОЦЕНКА ИЗМЕНЕНИЙ КОНЦЕНТРАЦИЙ ИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ЗАГРЯЗНЕННЫХ ЭКОСИСТЕМАХ НА ОСНОВЕ ТЕОРИИ БУФЕРНОЙ ЕМКОСТИ

И.Г. Повар

Институт Химии АН Молдовы, ул.Академическая 3, МД 2028, г. Кишинев
Тел: +(373)22-739781, e-mail: ipovar@yahoo.ca

Хотя аналитические методы являются необходимым инструментом для исследования состава и количества ионов ТМ и идентификации возможных источников загрязнения, эти определения, без дополнительной информации, являются неадекватными инструментами для полной характеристики и предсказания потенциального биологического эффекта в загрязненных водных экосистемах. На основании только этой информации невозможно предсказать будущее изменение содержания ионов ТМ и их химических форм в загрязненных экосистемах в результате изменения условий окружающей среды (например, рН, Eh, катионов, органических веществ и других металло-комплексующих лигандов).

Для оценки риска загрязненных экосистем или естественного подавления загрязнителей необходимо обязательно знать как и до какой степени они распространятся либо их концентрации убавятся в будущем. Таким образом, задача контроля уровня ТМ в естественных системах может быть сформулирована следующим образом: как отвечает система при изменении параметров, управляющими $pM = -\log a_M$ (где a_M - активность иона металла)? Другими словами, какова величина буферной емкости pM системы? Любая буферная система имеет определенный потенциальный (буферный) запас, который управляет равновесием и поддерживает один из равновесных параметров (например, равновесные концентрации) постоянным. Недостаток информации о буферных свойствах экосистем по отношению к ионным загрязнителям можно объяснить отсутствием количественной теории, которая может предсказать их буферное поведение. При повышенных концентрациях, когда приток ионных загрязнителей превышает их буферную емкость, имеют место токсичные эффекты. Низкая буферная емкость экосистем, которые неспособны сохранять постоянный предел концентраций загрязнителей, может привести к бедственным экологическим последствиям.

Теория химических равновесий, механизм действия буферной емкости и оценка буферных свойств двухфазных систем были развиты нами в [1-6]. В этих работах выведены теоретические соотношения для основных буферных характеристик. Главной целью данной работы является количественная оценка способов перемещения и преобразования ионов тяжелых металлов (ТМ) в окружающей среде и их распространение в экосистемах при помощи разработанной теории буферной емкости (ТБЕ). Применение ТБЕ позволяет углубить знание и понимание процессов, которые управляют концентрациями компонентов, и сможет служить надежным математическим инструментом для оценки и предсказания долгосрочных эффектов в естественном подавлении ТМ в загрязненных экологических системах.

Литература

1. I. Povar, Russ. J. Inorg. Chem., 45, 1628 (2000).
2. I Povar, Russ. J. Inorg. Chem., 45, 1632 (2000).
3. I. Povar, Russ. J. Inorg. Chem., 41, 1167 (1996).
4. I. Fishtik and I. Povar, Can. J. Chem., 84, 1036-1044 (2006).
5. I. Povar and C. Luca, Rev. de Chimie, 54(4), 312, (2003).
6. И. Повар, В.Русу, Вода: Химия и Экология, 1, 44 (2011).

ОСОБЕННОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНОГО АНАЛИЗАТОРА РА-915М ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РТУТИ В РАЗЛИЧНЫХ СРЕДАХ

С.Е. Погарев^{1,2}, В.В. Рыжов^{1,2}, С.Е. Шолупов^{1,2}, Н.Р. Машьянов^{1,2}, А.Д. Шаико¹, П.В. Питиримов^{1,2}

Группа компаний «Люмэкс», Санкт-Петербург, пр. Обуховской обороны, 70, корп.2,
Hg@Lumex.ru

Санкт-Петербургский Государственный Университет, Санкт-Петербург,
Университетская наб. 7/9

Ртуть и ее соединения вследствие уникального сочетания физико-химических свойств этого элемента рассматриваются как глобальные загрязнители и характеризуются высокой токсичностью.

В 2010 году Группа компаний «Люмэкс» приступила к выпуску третьего поколения атомно-абсорбционных анализаторов ртути с зеемановской коррекцией неселективного поглощения.

Анализаторы первого поколения были предназначены для определения содержания ртути в воздухе. Использование многоходовой аналитической кюветы (с эффективной длиной 10 метров) позволило проводить измерения в режиме реального времени на уровне фоновых концентраций. Наличие встроенной тестовой кюветы с насыщенными парами ртути обусловило возможность быстрого и надежного контроля работоспособности анализатора. Ультранизкий предел обнаружения, портативность, простота и удобство в эксплуатации сделали анализатор чрезвычайно востребованным, несмотря на первоначально достаточно узкую сферу его применения.

С появлением второго поколения анализаторов (РА-915+), функциональность прибора и сфера его применения были существенно расширены путем использования приставок: РП-91 - для анализа жидких проб методом холодного пара, РП-91С - для анализа твердых проб методом пиролиза. Решение оказалось настолько удачным, что позволило решать аналитическую задачу на уровне специализированных лабораторных приборов для этих сред.

В анализаторе третьего поколения РА-915М реализованы наработки, которые явились результатом обобщения опыта эксплуатации РА915+ различных модификаций. Автоматизирован ввод-вывод контрольной кюветы, переключение оптических каналов. Встроенная аккумуляторная батарея высокой емкости (до 12 ч автономной работы), энергонезависимая память для хранения результатов измерений, датчики давления и температуры анализируемого воздуха позволяют проводить долгосрочный мониторинг содержания ртути на фоновом уровне (с автоматической коррекцией дрейфа базовой линии) с приведением результатов к стандартным условиям.

В анализаторе введен контроль неселективного поглощения, что позволяет эффективно использовать приставку ПИРО-915+ для анализа проб с большим содержанием органических веществ (продукты питания, нефть, биопробы и др.) методом пиролиза. Метод пиролиза уже введен в стандарт ASTM D 7622 (определение ртути в сырой нефти), готовится национальный стандарт РФ ГОСТ Р «Продукты пищевые, корма и сырье для их производства. Определение ртути атомно-абсорбционным методом после термической деструкции пробы».

В докладе будут представлены результаты долговременного мониторинга воздуха, а также приведены данные по особенностям применения метода пиролиза при анализе проб сложного состава, таких как донные отложения, сточные воды, продукты питания и нефти.

ПРИМЕНЕНИЕ «ЭЛЕКТРОННОГО НОСА» ДЛЯ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА ВОЗДУХА РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ ВМС

Д.А. Погребная, Р.У. Умарханов, Ю.В. Стребкова, Т.А. Кучменко, А.Е. Небольсин
ГОУ ВПО «Воронежская государственная технологическая академия»,
394036, Россия, г. Воронеж, пр-т Революции, 19

В химической технологии особое место занимают экологически опасные производства ВМС и изделий из них. В воздухе рабочей зоны (РЗ) цехов по производству ВМС содержится большое количество опасных веществ, в том числе легколетучих растворителей. Для контроля над состоянием воздуха рабочей зоны на разных этапах производства используют газоанализаторы, датчики, хроматографы, которые имеют ряд недостатков. Перспективно направление по разработке унифицированных способов и средств анализа на таких предприятиях, в том числе с использованием газовых сенсоров и их массивов.

На модельных смесях оптимизированы условия пробоотбора воздуха РЗ и детектирования легколетучих органических растворителей (бутанол, циклогексанон, хлороформ, ацетон, бензол), показана принципиальная возможность их определения без изменения массива пьезосенсоров на приборе «электронный нос».

Цель работы: разработка экспресс-способа для экологического мониторинга на предприятии по производству ВМС с применением анализатора газов «MAG-8» с методологией «электронный нос».

Способ апробирован на примере производства детских игрушек из ПВХ-пластизоля. В качестве объектов исследования выбраны: сырье (ПФХ-пластизол, краска для механического и ручного окрашивания, растворитель красок – циклогексанон), полуфабрикаты на разных стадиях производства и готовые изделия; пробы воздуха РЗ в производственных помещениях. Согласно технологической схеме, наибольшая интенсивность эмиссии опасных органических соединений происходит на стадиях приготовления ПВХ-пластизоля, ротационного формования, механической и ручной окраски. Состав исследуемых проб изучали на анализаторе газов «MAG-8» с массивом пьезосенсоров с пленочными покрытиями. В качестве модификаторов электродов пьезосенсоров выбраны: полифениловый эфир, дициклогексан-18-краун-6, полиэтиленгликоль сукцинат, апиезон L, углеродные нанотрубки (УНТ). Аналитическими сигналами «MAG-8» являются – кинетический «визуальный отпечаток» («В.О.»), «В.О.»-максимумов откликов массива сенсоров, хроночастотограммы сорбции паров летучих соединений, построенные с различной дискретностью, площадь «В.О.». Продолжительность детектирования 1 мин.

В результате исследований получены графические зависимости площади «В.О.» от концентрации паров циклогексанона в воздухе РЗ и в равновесной газовой фазе над игрушками; закономерности в изменении геометрии «В.О.» от интенсивности эмиссии мономеров из ПВХ-пластизоля. Установлено, что нанесение лакокрасочных покрытий, на основе циклогексанона, на поверхность игрушки сглаживает низкое качества сырья, не ухудшает показатели безопасности. Чем толще слой краски, тем меньше мономеров диффундирует из пластизоля. В пробах воздуха в цехах детектируются мономеры ПВХ-пластизоля, содержание которых в воздухе РЗ в цехе ротационного формования в 6 раз больше чем в воздухе лаборатории.

Предлагаемый способ может быть использован для оценки качества и безопасности процесса производства детских игрушек, других изделий, уровня загрязнения воздуха РЗ в производственных помещениях, характеризуется экспрессностью, мобильностью, не требует высокой квалификации оператора.

Работа выполнена в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» 2009-2011, г/к № П2264 от 13.11.2009.

СОРБЦИОННО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПИРОГАЛЛОЛОВОГО КРАСНОГО И ЕГО ПРОИЗВОДНЫХ, ИММОБИЛИЗОВАННЫХ В ЖЕЛАТИНОВУЮ МАТРИЦУ

Т.Б. Починок¹, П.В. Тарасова¹, М.А. Гостева¹, В.М. Островская²

¹Кубанский государственный университет, 350040, Краснодар, ул. Ставропольская, 149

² Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, 119991, ГСП-1, Москва, В-71, Ленинский просп., 31

В настоящее время интенсивно развиваются сорбционно-спектрофотометрические и тест-методы определения элементов с использованием реакций на твердом носителе. По сравнению с фотометрией в растворах эти методы за счет концентрирования реагентов в тонком слое носителя характеризуются большей чувствительностью и избирательностью.

В качестве среды для проведения аналитических реакций можно использовать желатиновый отвержденный гель, нанесенный на твердую подложку из прозрачного полимера. Подобные прозрачные твердые носители удобны как для визуального тестирования, так и для использования простейших инструментальных методов анализа.

Данная работа посвящена изучению возможности использования желатиновых пленок для сорбционно-спектрофотометрического определения свинца. В качестве органического реагента исследовали пирогаллоловый красный (ПГК) и его производные - бромпирогаллоловый красный (БПГК) и 3,9-ди(о-2,3-эпокси пропил)пирогаллоловый красный (ПГК-ЭЗ), образующие со свинцом комплексные соединения интенсивной синей окраски.

Исследована сорбция в желатиновый слой указанных реагентов. Установлено, что погружение в раствор аналита заранее модифицированных пленок имеет преимущества перед использованием чистых пленок. Введение функциональных групп Вг в молекулу ПГК увеличивает способность реагента к сорбции в желатиновую матрицу. Введение в молекулу ПГК эпоксипрольных групп приводит к заметному снижению сорбционной способности желатина. Среди трех изученных реагентов наибольшей способностью к сорбции в желатиновый слой и наибольшей чувствительностью к свинцу обладает БПГК.

Оптимизированы условия проведения реакции иммобилизованных БПГК пленок со свинцом. Оптимальная длина волны 610 нм. Установлено, что оптическая плотность пленок зависит от рН и максимальна в диапазоне от 3,5 – 4,0. Оптимальное время иммобилизации пленок в растворе БПГК и растворе свинца 50 минут. Показано увеличение чувствительности фотометрической реакции в тонком слое по сравнению с аналогичной реакцией, протекающей в растворе. Диапазон линейности оптической плотности пленок от концентрации свинца составляет от $5 \cdot 10^{-7}$ до $6 \cdot 10^{-4}$ М.

Исследована селективность аналитической реакции в желатиновой матрице. Показана возможность определения свинца в ряде объектов окружающей среды с использованием бромпирогаллолового красного.

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ КАЧЕСТВА ЗАБИРАЕМОЙ ВОДЫ НА СОСТАВ СТОЧНЫХ ВОД ЦБП ПО ПАРАМЕТРУ ХПК

А.С. Почтовалова¹, К.Г. Боголицын¹, Т.В. Соболева²

¹ - Северный (Арктический) Федеральный Университет, 163002, г. Архангельск, наб. Северной Двины, 17

² - ОАО «Архангельский ЦБК», 163901, г. Новодвинск, ул. Мельникова, д.1

Первичным воздействием на характеристики оборотных и сточных вод является качество забираемой из природного водоема свежей воды, поступающей на различные технологические нужды: промывку целлюлозы, приготовление технологических растворов и т.д. Природные особенности сказываются на составе и свойствах забираемой для технологических нужд речной воды и могут отражаться как на свойствах производимой продукции, так и на физико-химических свойствах сточных вод.

Проведенные исследования показали, что четкой взаимосвязи между значениями ХПК и расходом воды не прослеживается, что связано как с наложением на естественный фон антропогенной составляющей, так и с природой самого параметра, отвечающего за содержание в речной воде практически всех групп компонентов. Более четкая зависимость от сезонного изменения поверхностного стока прослеживается для показателей БПК_{полн} и особенно для взвешенных веществ.

Влияние климатического фактора может проявляться не только в сезонном колебании качества природных вод, но и в обеспечении более комфортных температурных условий для жизнедеятельности микроорганизмов, осуществляющих процесс биологической очистки, в осеннее – летний период. Действительно, при анализе динамических характеристик компонентного состава стоков отмечено изменение содержания практически всех определяемых веществ и групп компонентов в соответствии с основными периодами гидрологического цикла, и отражает изменение характеристик речной воды.

Максимальные концентрации как лигнинных, так и летучих веществ наблюдаются в мае-июне, что соответствует периоду схода снежного покрова и в октябре-ноябре (сезон дождей). Величина общей загрязненности сточных вод усреднителя, характеризуемая величиной ХПК, не имеет столь выраженной тенденции, т.к. на ее значение влияют характеристики хозяйственно-бытовых вод г. Новодвинска, подаваемых на биологическую очистку совместно со сточными водами предприятия, однако максимальные значения ХПК наблюдаются также в период вскрытия ледового покрова и начала половодья.

Для сточных вод, прошедших биологическую очистку, в летний период наблюдается понижение уровня загрязнений по лигнинным компонентам, формальдегиду, нефтепродуктам, нелетучим фенолам, неокисленным смоляным и жирным кислотам при одновременном относительном увеличении содержания окисленных кислот в качестве продукта окисления компонентов древесины. Данная тенденция подтверждается некоторым понижением ХПК в указанный период даже при повышении нагрузки на очистные сооружения, что может объясняться более благоприятными температурными условиями.

Полученный в ходе работ обширный экспериментальный материал позволяет отнести показатель ХПК, являющийся стандартным параметром экологического контроля, к числу наиболее репрезентативных, т.е., имеющих наибольшее количество тесных связей с содержанием специфических ингредиентов и отражающих все аспекты формирования состава и свойств как промышленных, так и природных жидких сред.

ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЛОВ, СВЯЗАННЫХ С ОРГАНИЧЕСКИМ ВЕЩЕСТВОМ ПОЧВ И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ

О.А. Пройдакова, И.Е. Васильева

Учреждение Российской академии наук Институт геохимии им. А.П. Виноградова
Сибирского отделения РАН, Иркутск, Фаворского, 1А, proyd@igc.irk.ru

Одним из важнейших компонентов почв и донных отложений, определяющих способность к миграции многих металлов, является органическое вещество (ОВ), которое в основном представлено плохо растворимыми гуминовыми (ГК) и хорошо растворимыми фульвокислотами (ФК). В комплексах с ФК металлы находятся в подвижной форме, мигрируют по ландшафтному профилю, поступают в грунтовые, поверхностные и почвенные воды, становятся доступными для питания растений. Элементы, входящие в состав ГК, прочно связаны с высокодисперсными минеральными компонентами и аккумулируются в твердой фазе.

Для определения форм нахождения химических элементов в почвах и донных отложениях применяется химический фазовый анализ, включающий последовательную экстракцию металлов из одной навески и их определение во фракциях каким-либо инструментальным методом. Выполненные исследования были направлены на совершенствование схемы последовательной экстракции для определения шести форм нахождения 15 элементов (Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, Rb, Sr и Zn) в полученных фракциях методами атомной абсорбции с различными способами атомизации и атомно-эмиссионной пламенной фотометрии.

Содержание и соотношение ГК и ФК в пробе не зависит от общего количества ОВ. Поэтому введение процедуры выделения и анализа ГК и ФК одновременно с выделением из пробы фракции ОВ (или вместо неё) даёт дополнительную информацию об элементах, связанных с органическим веществом почв и донных отложений. Обычно используемые для выделения ГК и ФК растворы щелочей (NaOH или KOH) не позволяют в дальнейшем определять эти металлы, а их высокие концентрации в экстрактах создают помехи при определении других элементов, что приводит к увеличению минимально определяемых содержаний из-за необходимости введения дополнительных процедур при выполнении измерений. Кроме того, нет единого мнения об оптимальной концентрации экстрагентов.

Оптимизация процедуры выделения элементов, связанных с ГК и ФК включала изучение возможности применения в качестве экстрагента раствора NH_4OH и определение необходимой для этого концентрации. Выделение ГК и ФК проводилось из проб почв и донных отложений с содержанием ОВ 5,0-20,0 мас. %. Для отделения подвижных форм элементов, не связанных с ГК и ФК, предварительно проводили экстракцию металлов из анализируемой пробы ацетатно-аммонийным буферным раствором с pH 4,8. Из высушенного осадка одним из щелочных экстрагентов (NaOH или NH_4OH) различной концентрации выделяли смесь ГК и ФК, которые в полученном растворе разделяли хлористоводородной кислотой при pH 2,0. Концентрации растворов экстрагентов меняли для NH_4OH от 0,5 до 20 об. %, для NaOH – в интервале 0,05-5,0 N. Для снижения влияния природы экстрагента при определении металлов измерения проводили по растворам стандартных образцов с добавлением такого же количества экстрагентов. При концентрации NaOH более 1,0 N возникают затруднения при определении Co, Ni и Zn. Практически одинаковая степень извлечения элементов, связанных с ГК и ФК получена при использовании в качестве экстрагентов растворов NH_4OH (15-20 об. %) и NaOH (0,5-1,0 N).

Преимуществом использования NH_4OH при проведении постадийной экстракции для выделения ГК и ФК является возможность определения натрия и повышение надёжности результатов определения широкого круга элементов, играющих важную роль в биогеохимических процессах.

ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ И ФОРМЫ НАХОЖДЕНИЯ МЕТАЛЛОВ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ УСТЬ-ВИХОРЕВСКОГО ЗАЛИВА УСТЬ-ИЛИМСКОГО ВОДОХРАНИЛИЩА

О.А. Пройдакова

Учреждение Российской академии наук Институт геохимии им. А.П. Виноградова
Сибирского отделения РАН, г. Иркутск, Фаворского 1А, proyd@igc.irk.ru

Состав и свойства донных отложений (ДО) являются отражением всей совокупности биологических, химических и физических процессов, происходящих в водоеме. Однако валовое содержание металлов не всегда даёт представления об их роли в жизнедеятельности гидробионтов. Гораздо более показательны результаты определения форм металлов, связанных с различными субстратами. К наиболее часто используемым методам определения форм нахождения металлов в ДО относятся методы последовательной экстракций.

Изучено пространственное распределение металлов и их форм нахождения в донных отложениях Усть-Вихоревского залива Усть-Илимского водохранилища. В Усть-Вихоревский залив впадает река Вихорева, в которую осуществлялись сбросы сточных вод нескольких промышленных предприятий.

Пробы ДО были отобраны в трех точках, расположенных в различных частях залива на глубине 0-170 см. Станции мониторинга ДО выбраны на участках дна, где обеспечены стабильные условия осадконакопления: слабый уклон дна, отсутствие влияния ветрового волнения и сильных постоянных циркуляционных течений. В отобранных пробах методами атомной абсорбции и атомно-эмиссионной пламенной фотометрией определяли: Ca, Mg, Fe, Mn, Cu, Zn, Sr, Cr, K, Na, Rb, Li.

При изучении элементного состава ДО было найдено, что в случае малых толщ ДО вертикальное распределение металлов примерно одинаково. В местах формирования устойчивых техногенных ДО в виде илов (до 170 см), наблюдаются значительные изменения концентраций металлов по глубине: сначала идет уменьшение концентрации металлов (до глубины 70-90 см), а затем с увеличением глубины она возрастает и на глубине 150-170 см может достигать значений, больших, чем на поверхности ДО. Кроме того, содержания определяемых металлов (кроме рубидия) в ДО Усть-Вихоревского залива значительно превышают фоновые значения.

Донные отложения состоят из множества твердых частиц, образующих скелет пористого тела и воды, заполняющей его поровое пространство – поровый раствор, который обеспечивает миграцию подвижных форм элементов между структурными фазами. Установлено, что концентрации металлов (особенно Ca, Mg, Fe, K, Na) в поровых растворах значимы и влияют на валовое содержание элемента в пробе и процентное распределение форм нахождения элементов по фракциям, поэтому в схему определения форм нахождения элементов в донных отложениях необходимо включить процедуру отделения и анализа порового раствора.

Методом последовательной экстракции было выделено 5 фракций: водорастворимая, легкообменная, связанная с органическим веществом, с оксидами и гидрооксидами железа и марганца и нерастворимый остаток. В местах формирования устойчивых техногенных донных отложений в виде илов найдены значительные накопления концентраций металлов, связанных с органической составляющей, а с удаленностью от места сброса отходов – связанных с оксидами и гидрооксидами железа и марганца. Можно предположить, что со временем деструкция высокомолекулярных соединений до растворимых в воде низкомолекулярных повлечет за собой увеличение содержания анализируемых металлов в воде залива (вторичное загрязнение водоема).

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА В ФОРМЕ ТРИБРОМПРОИЗВОДНОГО В ВОДНЫХ ОБЪЕКТАХ

Д.В. Пряжников, М.С. Карина, Е.С. Торопченова

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

Широкое использование фенолов в самых различных отраслях промышленности обуславливает чрезвычайную распространённость этих токсикантов в окружающей среде. Помимо собственно фенолов, в природных водах возможно образование их различных производных, зачастую имеющих ещё большую токсичность. В частности, хлорзамещённые фенолы являются предшественниками таких супертоксиантов, как диоксины. Актуальность контроля содержания фенолов в различных объектах требует разработки новых вариантов их определения.

Основным методом определения фенолов и их производных в объектах окружающей среды является газовая хроматография (ГХ). Повышение надёжности идентификации фенолов этим методом, а также повышение чувствительности определения, достигается предварительной химической модификацией (дериватизацией). В данной работе для этих целей использовали взаимодействие фенола с бромной водой с получением трибромфенола.

ГХ определение проводили на хроматографе GC-2010 (Shimadzu Corp., Japan) с электронно-захватным детектором и кварцевой капиллярной колонкой Rtx-1 (Restec Corporation, 30 м×0,25 мм×0,25 мкм).

На примере реакции модельных водных растворов фенола с бромной водой показана возможность полной конверсии фенола в трибромфенол в течение 2 мин (рН~3). Экстрагирование полученного трибромпроизводного изооктаном и последующее ГХ определение с использованием электронно-захватного детектора обеспечило возможность однозначной идентификации искомого хроматографического пика и предел обнаружения 0,2 мкг/л, что в 5 раз ниже ПДК фенола в питьевой воде, при воспроизводимости 5-7 % отн.

На основании оптимизированных условий получения бромпроизводных и хроматографического разделения разработана методика определения следовых количеств фенола в поверхностных водах и водных вытяжках из полимерных материалов. Полученные результаты использованы для оценки уровня токсичности полимерных изделий.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ СЕНСОР НА ОСНОВЕ НАНОЧАСТИЦ ВИСМУТА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ НИКЕЛЯ В ПРИРОДНЫХ И ПИЩЕВЫХ ОБЪЕКТАХ

Л.А. Пьянкова, Н.А. Малахова, С.Ю. Сараева, Н.Ю. Стожко, Х.З. Брайнина
Уральский государственный экономический университет, 620144 г.
Екатеринбург, ул. 8 Марта, 62

В последние годы в электроанализе в качестве модификаторов электрохимических сенсоров широко используются наночастицы металлов или их оксидов. Использование наноматериалов позволяет повысить чувствительность сенсора. Наночастицы висмута применяют в качестве модификатора электрохимических сенсоров для определения цинка, кадмия и свинца методом анодной вольтамперометрии. В литературе не встречаются работы, в которых сенсор на основе наночастиц висмута используется для вольтамперометрического определения никеля.

Мы предлагаем прототип электрохимического сенсора на основе наночастиц висмута для определения никеля методом адсорбционной катодной ИВ (АдКИВ). В качестве объектов анализа были выбраны стандартные образцы (СО) листьев оливы (Бельгия) и клубней картофеля (Россия). Подготовку пробы к анализу осуществляли методом кислотного озоления с последующей обработкой пероксидом водорода.

Изучены и оптимизированы следующие параметры изготовления сенсора и проведения анализа: количество частиц висмута на электроде, природа используемых наночастиц, концентрация органического реагента - диметилглиоксима, потенциал и время электрохимического концентрирования, а также скорость сканирования потенциала.

Для применения разработанного сенсора в анализе природных и пищевых объектов нами было изучено мешающее влияние ряда катионов. Было установлено, что 100 кратный избыток Cd, Cu, Fe(III), Zn, 10 кратный избыток Pb и Co в соотношении 1:1 не оказывают влияния на результаты анализа, что позволило применить данный сенсор для анализа СО.

Таблица: Определение никеля в стандартных образцах методом АдКИВ с использованием разрабатываемого сенсора ($n = 5$, $P = 0,95$)

СО	C(Ni) в СО, мкг/л	Найдено, С, мкг/л	S _r , %
Листья оливы	20,0	20,2±0,5	1,9
Клубни картофеля	6,5	6,5±0,1	2,3

Результаты проведенных исследований СО показывают возможность использования разрабатываемого сенсора для вольтамперометрического определения никеля. В продолжение работы планируется проведение испытаний сенсора на реальных объектах.

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИЗШИХ СПИРТОВ ВО ВЛАЖНОМ ВОЗДУХЕ С СОРБЦИОННЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ

О.В. Родинков, Г.А. Журавлева

Санкт-Петербургский государственный университет, химический факультет,
198504, г. Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр. 26.

Определение органических веществ в атмосферном воздухе на уровне предельно допустимых концентраций, как правило, проводят с помощью метода газовой хроматографии с адсорбционным концентрированием аналитов на стадии пробоотбора и последующей термодесорбцией в поток газа-носителя. В этом случае основные трудности возникают при определении низкомолекулярных полярных органических веществ, прежде всего метанола, слабо удерживающихся известными сорбентами из влажного воздуха.

Новые возможности для сорбционного концентрирования полярных органических веществ из воздуха открыли недавно предложенные для этой цели непористые соли переходных металлов, которые обладают очень высоким адсорбционным сродством к этим веществам и практически не удерживают неполярные и слабо полярные органические соединения [1]. Однако в этом случае, также как и при использовании традиционных углеродных сорбентов, таких как активные угли, параметры удерживания низших спиртов резко снижаются при увеличении концентрации водяного пара в анализируемом воздухе. При этом, как показали проведенные нами исследования, особенно сильно негативное влияние влажности воздуха проявляется для наиболее низкомолекулярных веществ, прежде всего, метанола.

С целью устранения указанного недостатка и возможности осуществления концентрирования низших спиртов из воздуха с ненормируемым влажностью нами проведен поиск и экспериментальная проверка сорбционно-активных способных к селективному поглощению водяного пара без удерживания определяемых низших спиртов. Установлено, что вопреки общепринятому мнению, цеолиты (молекулярные сита) 3А (КА) и 4А (NaA) не обеспечивают разделения паров воды и низших спиртов. И те, и другие вещества удерживаются на указанных сорбентах. Более перспективным для решения данной проблемы представляется поиск неорганических солей, способных, с одной стороны, к быстрому образованию при комнатной температуре кристаллогидратов, а, с другой стороны, обладающих низкой растворимостью в спиртах. Среди исследованных нескольких десятков неорганических солей, указанным требованиям отвечают некоторые довольно распространенные соли калия, в частности, KF.

На основании проведенных исследований предложена схема сорбционного концентрирования, включающая пропускание потока анализируемого воздуха через две последовательно соединенные колонки, первая из которых заполнена KF и селективно удерживает водяной пар, а вторая содержит активный уголь, или сорбентом на основе хлорида кобальта (II), которые обратимо удерживают низшие спирты. Применение колонки с осушителем на основе KF приблизительно в 1,5 – 2 раза увеличивает объемы до проскока определяемых спиртов и, что особенно важно, улучшает условия термодесорбции и газохроматографического определения аналитов, устраняя мешающее влияние водяного пара и возможность его конденсации на стадии десорбции.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант 09-03-00124а)

Литература

1. Родинков О.В., Бугайченко А.С., Москвин Л.Н. // Зав. лаб. 2009. № 8. С. 11 – 17.

УЧЕБНО-ЛАБОРАТОРНЫЙ КОМПЛЕКС «ЭКОЛОГИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ»

*С.В. Романенко, Е.В. Ларионова, Н.С. Шеховцова, А.Н. Вторушина,
Д.М. Карачаков В.В Морозова*

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

Необходимость совершенствования учебно-лабораторной базы при проведении лабораторных работ по химии и экологии в настоящий момент не вызывает сомнений. Анализ оборудования и реальной практики проведения лабораторных работ в вузах РФ показал, что отдельные лабораторные работы проводятся с использованием различных приборов, самостоятельно объединенных в лабораторные установки, что снижает качество обучения. Актуальной задачей является разработка универсальных лабораторных комплексов, обеспечивающих широкий спектр выполнения работ. Немаловажным является стоимость подобного комплекса и возможность компьютеризированного контроля процесса и обработки результатов с формированием отчета по лабораторной работе. Цель данной работы разработка универсального учебно-лабораторного комплекса (УЛК) для проведения работ по инженерной экологии и экологическому мониторингу.

В данной работе обсуждается концепция УЛК «Экологический мониторинг», программное обеспечение и методическое оснащение данного комплекса. УЛК «Экологический мониторинг» объединяет несколько лабораторных модулей, предназначенных для моделирования и автоматического измерения термических, электрохимических, электрических и оптических свойств различных объектов.

В состав комплекса входят: универсальный контроллер, фотоколориметр, термостат, модуль для электрохимических измерений, а также общелабораторный модуль. Работой каждого модуля можно управлять посредством компьютера, либо автономно с помощью контроллера. Для управления модулями с помощью компьютера разработано универсальное программное обеспечение. Данное программное обеспечение позволяет управлять работой модуля (задавать и контролировать параметры процесса), а также проводить обработку полученных зависимостей, формировать отчеты по лабораторной работе.

Модуль «Фотоколориметр» предназначен для измерения светопоглощения окрашенных растворов в полихроматическом пучке света в видимой области спектра (400–660 нм). Апробировано 25 лабораторных работ по фотометрическому и нефелометрическому определению загрязнителей объектов окружающей среды в почве и воде.

Модуль для электрохимических измерений предназначен для проведения лабораторных работ с использованием методов кондуктометрии, потенциометрии, кулонометрии и амперометрии. Апробировано 18 лабораторных работ по потенциометрическому, амперометрическому и кулонометрическому определению загрязнителей объектов окружающей среды в почве и воде.

УЛК «Экологический мониторинг» может быть рекомендован для проведения лабораторных работ по инженерной экологии и экологическому мониторингу в высших учреждениях, а также для выполнения научно-исследовательских и выпускных квалификационных работ студентов.

ИССЛЕДОВАНИЕ АДДИТИВНОСТИ ИНВЕРСИОННО-ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО СИГНАЛА ИОДА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ В БАД И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

С.В. Романенко, Я.Г. Заика

Томский политехнический университет, г. Томск, пр. Ленина, 30, yanga@tpu.ru

В настоящее время хеометрические методы используются в различных областях науки и техники. С развитием вычислительной техники в аналитической химии широко используется автоматизированное оборудование и в связи с этим очень быстро и плодотворно развивается хеометрические подходы, которые предлагают аналитикам не только новые методы обработки данных, но и новые подходы к постановке экспериментов. Чрезвычайно актуальным является поиск и развитие новых общих хеометрических средств и методов обработки аналитической информации и поиск критериев надежности и правильности применения отдельных методик и способов обработки аналитической информации на различных этапах.

Метод добавок один из наиболее распространенных способов определения концентрации веществ в аналитической химии. Основным его преимуществом является возможность избежать влияния матрицы пробы. Особенно это важно для таких методов анализа как вольтамперометрия и атомно-абсорбционная спектроскопия. Одним из важных условий для правильного использования метода добавок является аддитивность сигнала, т. е. аналитический сигнал (чаще всего это высота пика) должен пропорционально зависеть от концентрации анализируемого вещества в растворе.

Существуют разные приемы для проверки надежности определения концентрации вещества методом добавок. При разработке методики анализа используют статистические приемы, которые требуют большого числа экспериментальных измерений с последующей статистической обработкой опытных данных. Метод множественных добавок позволяет в некоторой мере оценить аддитивность сигнала непосредственно при проведении анализа, но он требует высокой воспроизводимости измерений. Проверка правильности методики с использованием стандартных образцов не гарантирует наличие аддитивности сигнала при проведении анализа реальных объектов вследствие матричных эффектов.

Целью данной работы является разработка нестатистического критерия аддитивности аналитического сигнала, который позволит оценить надежность применения метода добавок.

Причиной нарушения аддитивности высоты сигнала, чаще всего является изменение его формы при изменении концентрации вещества во время анализа. Таким образом, изменение параметров формы сигнала могут использоваться как критерий его аддитивности.

Получена серия аналитических сигналов иода в зависимости от его концентрации в растворе методом инверсионной вольтамперометрии с серебряным электродом, модифицированным ртутью, чтобы оценить зависимость формы аналитического сигнала при изменении его концентрации. Для этого найдены погрешности определения концентрации иода методом добавок и построены зависимости свойств формы от погрешности. По полученным зависимостям оценены пределы вариации формы, где погрешность определения концентрации не превышает допустимого значения.

ОЦЕНКА СОСТОЯНИЯ ПОЧВ РЕСПУБЛИКИ ТАТАРСТАН В ПРИРОДНЫХ УСЛОВИЯХ И ПОД ВЛИЯНИЕМ ТЕХНОГЕННЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ МЕТОДАМИ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Т.А. Романова, М.Ш. Дрешер, Т.З. Лыгина

Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт геологии нерудных полезных ископаемых», 420096, г. Казань, ул. Зинина 4, e-mail:atsic@geolnerud.net, rta1@mail.ru

Критерием степени опасности загрязнения почв, грунтов служат как валовые концентрации токсичных компонентов, таких как тяжелые металлы, так и их подвижные формы, легко усваиваемые растениями. При техногенном загрязнении почвогрунтов требуется определять не столько условно доступное количество ТМ растениям, но и возможное усиление потока ТМ из почвы в растения и подземные воды в экстремальных условиях.

Необходимость обеспечения экологических работ надежными экспрессными методиками анализа и отсутствие единого подхода к выбору растворителя для извлечения ТМ из почв и грунтов обуславливает актуальность работы. Целью работы являлось разработка методик, позволяющих оценить содержания металлов в валовой и подвижной формах в почвах. Путем прямого и постадийного извлечения тяжелых металлов из почвогрунтов изучены жидкая и твердая фазы методами спектрометрии с ИСП. Объектами исследования служили почвы и грунты. Изучаемыми тяжелыми металлами являлись типоморфные металлы (1-3 класса опасности): Cd, Zn, Pb, Co, Cu, Cr, Ni, Mn, Fe, Mo. Работа была выполнена на атомно-эмиссионном спектрометре Optima-2000DV, масс-спектрометре ELAN-9000 с ИСП. Подвижные формы извлекали различными растворами кислот. Валовое разложение проб осуществляли в открытых системах путем кислотной обработки (HF, HNO₃, HClO₄). Пробы анализировались не менее n=4. Оценку однородностей дисперсий проводили по критерию Кохрена, для каждого интервала подсчитаны неопределенности. Правильность результатов определения ТМ проводили с использованием ГСО элементного состава почв. Суммарное СКО во всех случаях не превышает 30%, что удовлетворяет требованиям, предъявляемым к методам определения загрязняющих веществ в почве и обеспечивает решение большинства эколого-геохимических задач. Методика утверждена в ранге стандарта предприятия.

Методические приемы были опробованы на образцах почвогрунтов Республики Татарстан. Данные по средним содержаниям химических элементов в валовой и подвижной формах в почвах были сгруппированы по районам РТ. Полученные данные сравнивали с фоновыми содержаниями тяжелых металлов в различных типах почв, характерных для территории Татарстана. Экспериментальным путем было установлено, что в каждом из изучаемых районов содержания токсичных элементов в почвах варьируется в зависимости и от их типа.

Исходя из анализа полученных данных, на территории Татарстана были отмечены некоторые участки с повышенными содержаниями по сравнению с величинами ПДК подвижных форм никеля, марганца и ванадия, цинка и кадмия.

Особый интерес представляют ассоциации рудных элементов (Fe, V, Co, Mo), повышенное содержание которых наблюдается вблизи нефтегазовых месторождений в пределах, например, Ромашкинского месторождения, Азнакаевского, Альметьевского, Бавлинского, Бугульминского, Заинского, Лениногорского, Мензелинского, Муслюмовского, Новошешминского, Сармановского районов.

МЕТОДЫ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ В ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ ОЦЕНКЕ КАЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ И ПОДЗЕМНЫХ ВОД РЕСПУБЛИКИ ТАТАРСТАН

Т.А. Романова, М.Ш. Дрешер, Ю.А. Гаврилова

Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт геологии нерудных полезных ископаемых», 420096, г. Казань, ул. Зинина 4, *e-mail:atsic@geolnerud.net*, RTA1@mail.ru

В настоящее время остро стоит задача обеспечения населения и техногенных систем качественной водой. В связи с тем, что поверхностные источники водоснабжения являются преимущественно загрязненными, в последнее время все больше уделяется внимание подземным водам. С точки зрения экологической обстановки территория Татарстана представляет особый интерес. Татарстан является крупнейшим центром нефтеперерабатывающей, нефтедобывающей, нефтехимической, машиностроительной и легкой промышленности. Известно, что химическое загрязнение окружающей среды несет в себе опасность для человека. В связи с этим возникает необходимость эко-аналитического контроля качества природных вод.

Объектами исследования служили природные поверхностные и подземные источники вод, расположенные на территории Республики Татарстан. Изучена динамика их анионного и катионного состава. Наблюдения за источниками вод проводили в течение продолжительного времени (15 лет) в аналитическом центре ФГУП «ЦНИИГеолнеруд».

Катионный макро компонентный состав вод исследовали методом атомно-эмиссионной спектроскопии с возбуждением в индуктивно-связанной плазме (ИСП) и микроэлементный состав вод определяли методом масс-спектрометрии с ИСП. Анионный состав вод определяли комплексом методов гравиметрии, спектрофотометрии, титриметрии.

В результате обследования природных, поверхностных и подземных вод в различных административных районах Республики Татарстан в динамике были установлены средние содержания микроэлементов в водах, данные были систематизированы и сгруппированы по районам, в которых наблюдались повышенные содержания токсичных элементов.

В районах интенсивной разработки нефтяных залежей наблюдается повышенное содержание хлорид-ионов, которое вероятно связано с многочисленными утечками соленых вод из поврежденных участков трубопроводов. Так на юго-востоке Татарстана наблюдаются высокие показатели хлорид-ионов и жесткости, на отдельных участках содержание хлорид-ионов превышает в несколько раз величины ПДК.

В восточных районах Татарстана (г. Альметьевск, Бугульма, Бавлы, Менделеевск и т.д.) установлены превышения величин ПДК по содержанию бромидов и бария в подземных и поверхностных водах. Пресные подземные воды хорошего качества отмечены на месторождении «Лесной Зай». В районах Нижнекамского и Куйбышевского водохранилища (н.п. Булгар, Тетюши, Камское Устье, Чистополь, Набережные Челны и т.д.) питьевая вода не соответствует нормативам качества вод по содержаниям железа, марганца, жесткости и перманганатной окисляемости. Отслежена динамика изменения качества природных поверхностных и питьевых вод во времени и в зависимости от сезона года.

ПРИМЕНЕНИЕ АНИЗОТРОПНЫХ СВОЙСТВ АКВАЗОЛЕЙ СЕРЕБРА ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ СЕЛЕКТИВНОСТИ ЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В РАСТВОРАХ

Г.И. Романовская, М.В. Королева, А.Ю. Оленин, А.С. Коротков, Б.К. Зуев
Институт Геохимии и Аналитической химии им. В.И.Вернадского РАН,
119991, Россия, ГСП-1, Москва, ул. Косыгина, д.19.

Показана возможность использования аквазолей серебра, стабилизированных некоторыми ионными поверхностно-активными веществами (ПАВ) (бромид цетилтриметиламмония, додецилсульфат натрия и их смеси) для концентрирования ряда полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) из разбавленных растворов с последующим люминесцентным определением либо суммарного содержания ПАУ, либо индивидуальных ПАУ в смеси.

Установлено, что определение суммарного содержания ПАУ следует проводить по интенсивности сенсibilизированной флуоресценции наночастиц серебра, обладающих низкой плотностью привитых к ним молекул ПАВ. Это реализуется при концентрациях ПАВ \sim на порядок меньше критической концентрации мицеллообразования (ККМ). Концентрирование ПАУ вблизи сферической поверхности наночастиц серебра, покрытых монослоем ПАВ, создает условия для безызлучательной передачи энергии электронного возбуждения молекул ПАУ на наночастицы серебра и возникновения сенсibilизированной флуоресценции с $\lambda_{\text{макс.}} = 490$ нм. Установлено, что появление сенсibilизированной флуоресценции наночастиц серебра при этих условиях наблюдается для всех ПАУ и поэтому данные наночастицы серебра можно считать групповым реагентом на ПАУ.

Селективное определение методом синхронной спектрофлуориметрии индивидуальных ПАУ при концентрировании их смесей возможно при использовании наночастиц серебра, обладающих большой плотностью привитых к ним молекул ПАВ. Такие наночастицы образуются при концентрациях ПАВ, существенно (\sim на два порядка) превышающих значения ККМ. В этом случае происходит упорядочивание сферических мицелл в новые упакованные анизометрические структуры, в углеводородных частях которых локализуются мономерные молекулы ПАУ. Доказательством может служить, например, значение индекса полярности пирена, характерное для неполярных сред. Безызлучательного переноса энергии электронного возбуждения молекул ПАУ на наночастицы серебра в этом случае не происходит. Наилучший эффект наблюдается при модификации поверхности наночастиц серебра смесью катионного бромида цетилтриметиламмония и анионного додецилсульфата натрия. Для доказательства анизотропных свойств полученных новых упакованных структур наночастиц серебра использовали пирен в качестве оптического зонда, обладающего в поляризационном спектре флуоресценции сериями полос с двумя взаимноперпендикулярными электронными переходами.

ОРГАНИЧЕСКИ СВЯЗАННЫЙ ХЛОР В ДОННЫХ ОСАДКАХ МАЛЫХ ОЗЕР ТАЕЖНОЙ ЗОНЫ ЕВРОПЕЙСКОГО СЕВЕРА

Н.А. Рубцова, А.Ф. Троянская, Е.А. Вахрамеева
Институт экологических проблем Севера УрО РАН,
163000, г.Архангельск, наб.Северной Двины,23, labecoarh@iepp.ru

Количественное содержание хлорорганических соединений (ХОС) в компонентах окружающей среды оценивается суммарным параметром ЭОХ (экстрагируемый органически связанный хлор). ЭОХ включает в себя липофильные, биоаккумулируемые, способные к накоплению ХОС и используется в развитых странах для мониторинга донных осадков и оценки экологического состояния окружающей среды, особенно экосистем, находящихся под воздействием лесопромышленного комплекса [1]. Большой интерес представляет ЭОХ как индикатор присутствия высоколипофильных ХОС и в природных средах, где широкий спектр хлорорганических соединений образуется в результате естественных энзиматических и термических процессов.

По результатам ранее выполненных нами исследований в речных и озерных осадках бассейнов рек Северной Двины и Онеги уровень ЭОХ варьировал от 0,1 до 1,5 мкгСl/г, с наибольшими значениями от 1,8 до 9,9 мкг/г на участках, формирование которых обусловлено влиянием специфических точечных и линейных источников, особенностями гидрологических режимов водотоков и степенью урбанизированности территорий [2].

В данной работе представлены результаты определения ЭОХ в малых озерах, расположенных на территориях Кенозерского национального парка (КНП) и геобиосферного стационара «Ротковец» (ГБС «Ротковец») на юго-западе Архангельской области на удалении от специфических антропогенных источников. Донные осадки в количестве 39 проб отобраны в 2009 году.

Для извлечения ХОС из проб донных осадков использовали жидкостную проточную экстракцию горячей смесью гексан:ацетон. Количественное определение ЭОХ проводили методом микрокулонометрического титрования с использованием АОХ-анализатора в соответствии со стандартом DIN 38414 ч.17.

Донные осадки исследованных озер характеризовались высоким содержанием органического углерода – от 7,0 до 20,7 %. Концентрации ЭОХ в пробах донных осадков малопроточных озер Масельгское, Пежихерье и Вильно (КНП) варьировали в диапазоне от 0,9 до 5,5 мкг Сl/г в.с. осадка. Более высокий уровень ЭОХ (от 7,7 до 12,3 мкг Сl/г) выявлен в осадках практически бессточного озера Саргозеро. Осадки озер Святое, Узловское, Белое и Назаровское (ГБС «Ротковец»), отличающихся от озер КНП более сильным водообменом и антропогенной нагрузкой, практически идентичны по уровню ЭОХ (от 0,7 до 4,8 мкг Сl/г). По результатам наблюдений с 2002 года концентрации ЭОХ в осадках озер практически не изменялись.

Мозаичность распределения ЭОХ в осадках озер, отсутствие корреляции между содержанием $C_{орг}$ и ЭОХ предполагает разнородность состава ЭОХ, формирующегося под влиянием атмосферного переноса и биогенных процессов и отличающихся по сорбционной способности и устойчивости к деградации в природных условиях. Относительно высокие уровни ЭОХ в осадках исследованных озер предполагают доминирующий вклад естественного энзиматического продуцирования ХОС как в почвах на водосборных площадях, так и в водной среде.

Литература

1. Poyokio R et al. EOX concentrations in the sediments in the part of the Bothnian Bay affected from the pulp and paper mills at Kemi, Northern Finland // Environ. Monit., 2008. Assess 139: P.183-194.
2. Рубцова Н.А., Троянская А.Ф., Вахрамеева Е.А. Влияние промышленно-урбанизированных территорий на загрязнение хлорорганическими соединениями донных осадков бассейнов северных рек // Геологические опасности: Матер. XV Всеросс. конф. с межд. участием, 14-17 сентября 2009 г., Архангельск: ИЭПС УрО РАН. С.385-388.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИАНОТОКСИНОВ В ОБРАЗЦАХ ПРИРОДНОЙ ВОДЫ ВОДОЕМОВ СЕВЕРО-ЗАПАДА РФ

*Я.В. Русских, Е.Н. Чернова, Л.В. Некрасова, Е.Ю. Воякина,
В.А. Никифоров, З.А. Жаковская*

Учреждение Российской Академии наук Санкт-Петербургский Научно-исследовательский Центр экологической безопасности РАН, 197110, Россия, г. С.-Петербург, Корпусная ул. 18, yanarussk@gmail.com

Вследствие возрастающей эвтрофикации проблема «цветения» водоемов стала актуальной для Северо-Запада России. Токсины, синтезируемые цианобактериями в период массового цветения воды, представляют серьезную опасность для человека и животных даже в случае использования водоемов только в рекреационных целях. В этой ситуации вопрос надежного контроля уровней содержания цианотоксинов в воде стоит весьма остро.

В водоемах Северо-Западного региона преобладают цианобактерии, образующие два типа токсинов: нейротоксины (анатоксин-а) и гепатотоксины (микроцистины). В настоящей работе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии - тандемной масс-спектрометрии высокого разрешения проведен анализ проб воды, отобранных из озера Сестрорецкий Разлив, Суздальского, Щучьего и Безымянного озер, и акватории Финского залива в летний период 2008-2010г.г. Пробы воды отбирали с поверхности для общего подтверждения присутствия в них цианотоксинов (результат скрининга) и определения соответствующих индивидуальных соединений. Анализы проведены с помощью хромато-масс-спектрометра LTQ Orbitrap (Finnigan) в режиме электрораспыления и регистрации положительных ионов. Хроматографическая колонка с обращенной фазой - Thermo Hypersil Gold 100x3 mm, 3 μ m, градиентный режим хроматографирования. Определяемые соединения выделены из проб воды методом твердофазной экстракции (SPE).

По массам протонированных молекул, тандемным спектрам и с использованием стандартных образцов обнаружены и идентифицированы основные цианотоксины - анатоксин-а и микроцистины-RR и -LR. Методом стандартных добавок оценено содержание аналитов в пробах, которое не превысило безопасного уровня содержания, принятых ВОЗ (6 мкг/л для анатоксина-а и 1,0 мкг/л для микроцистина-LR).

В 2008г. максимальная концентрация цианотоксинов была отмечена в оз. Сестрорецкий Разлив в августе в период наибольшей вегетации водорослей. В 2009г. присутствие цианотоксинов (микроцистина-RR) было зарегистрировано только в одной пробе, отобранной в Финском заливе в конце августа. В 2010г. в большинстве проб воды было зафиксировано присутствие цианотоксинов – анатоксина-а в концентрации до 600нг/л и микроцистинов в концентрациях до 80 нг/л. Максимальная концентрация микроцистина -LR установлена в пробах воды Суздальского озера.

Кроме того, были проанализированы образцы лиофилизатов сине-зеленых водорослей, в которых по точным массам ионов и с использованием информации, извлекаемой из химических баз данных, также обнаружен ряд цианотоксинов. Полученные результаты демонстрируют возможность избирательного и надежного определения цианотоксинов в пробах природной воды и эффективность применяемого метода аналитического контроля для выбранных водных объектов.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОДУКТОВ ПРЕВРАЩЕНИЯ ЛЮИЗИТА В ВОДЕ И БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ

Е.И. Савельева, О.И. Орлова, Н.В. Криворотова, Г.В. Каракашев, Н.Л. Корягина
НИИ гигиены, профпатологии и экологии человека,
188663, Ленинградская область, Всеволожский район, пос.Кузьмоловский

Несмотря на то, что люизит никогда не использовался в боевых действиях, некоторые страны все еще обладают значительными запасами этого вещества, в том числе и неучтенными. Сведения о реакциях превращения люизита в различных средах противоречивы и в значительной мере опираются на научные данные, полученные с применением устаревших на сегодняшний день методов. Учитывая простоту производства и мгновенность действия люизита, обеспечение готовности специализированных химико-аналитических лабораторий к установлению факта его воздействия на объекты окружающей среды является важной государственной задачей, а разработка методов определения продуктов превращения люизита в различных средах с использованием современной инструментальной техники остается актуальной проблемой.

Аналитические процедуры определения люизита главным образом сводятся к непрямым измерениям, основанным на его разложении либо дериватизации. Газохроматографические методики определения люизита, а также основных продуктов его превращения – оксида люизита, его гидролитической формы - 2-хлорвиниларсонистой кислоты, а равно как и продукта ее окисления – 2-хлорвиниларсоновой кислоты, основаны на дериватизации тиолами. Наибольшей чувствительности газохроматографического анализа удастся достигнуть при использовании в качестве дериватирующего агента 1,2 – пропандитиола с последующим извлечением из равновесного пара летучего производного методом твердофазной микроэкстракции. Экспериментально установлено, что восстановительного потенциала 1,2 – пропандитиола достаточно для восстановления AsV до AsIII, поэтому состояние баланса окисленной и восстановленной форм в анализируемой пробе остается неизвестным. Поскольку соединения AsV и AsIII обладают разной токсичностью, их раздельное определение при совместном присутствии в пробе является актуальной задачей, которая при использовании метода жидкостной хроматографии в сочетании с тандемной масс-спектрометрии может быть решена в рамках одного аналитического определения, практически без предварительной подготовки пробы. При этом решается задача точной структурной идентификации определяемых соединений. В докладе будут представлены характеристики данной аналитической процедуры и результаты ее применения в токсико-кинетических исследованиях. Результаты раздельного определение окисленной и восстановленной форм метаболитов люизита в моче лабораторных животных послужили основанием для нового взгляда на существование этого высокотоксичного соединения в цикле абсорбция – распределение – метаболизм – экскреция.

ДИНАМИЧЕСКОЕ ФРАКЦИОНИРОВАНИЕ ФОРМ СЕЛЕНА В ПОЧВАХ

Е.Ю. Савонина, П.С. Федотов

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского РАН, 119991
Москва, ул Косыгина, д. 19, savoninae@mail.ru

Селен относится к элементам, являющимся жизненно важными для живых организмов, но в то же время проявляющим токсичность при весьма низких концентрациях. В почве селен присутствует в различных формах. В зависимости от условий в почвенной экосистеме, селен может существовать в виде селенатов и селенитов, элементарном состоянии или, в виде селенидов металлов. Кроме того Se образует различные органические соединения (в частности, комплексы с гуматами и фульватами). Одновременное наличие различных форм элемента затрудняет оценку опасности загрязнения почв селеном. Более того, преобладание тех или иных форм обуславливает подвижность и биодоступность Se. Селенаты, например, прекрасно растворимы в воде и, следовательно, доступны для растений, в то время как селениты адсорбируются на почвенных частицах и обладают слабой подвижностью. Элементарный селен и селениды металлов нерастворимы в восстановительных условиях, а их окисление в почве является достаточно медленным процессом. Поведение органических соединений селена в почвах на сегодняшний момент недостаточно изучено и зависит от типа почв и природы самих соединений.

Таким образом, для оценки опасности загрязнения почв селеном необходима информация о наличии тех или иных форм нахождения элемента. Извлечение различных по физико-химической подвижности и биологической доступности форм элементов проводят при помощи водных растворов выщелачивающих реагентов по методикам последовательного экстрагирования. При выщелачивании в статическом режиме оценка подвижности форм элементов может быть некорректной. Проточное (динамическое) экстрагирование позволяет минимизировать проблемы вторичной адсорбции и перекрывания выделяемых фракций.

Наиболее часто встречающиеся системы проточного экстрагирования основаны на применении микроколонок (или микрокартриджей). Вращающиеся спиральные колонки (ВСК) также позволяют реализовать экстрагирование форм элементов в динамическом режиме. Ранее показаны преимущества ВСК для динамического фракционирования форм тяжелых металлов (Cu, Zn, Pb, Cd, Hg) и мышьяка в почвах, илах и донных отложениях.

В настоящей работе впервые проведено динамическое фракционирование форм селена в образцах почв. Для сравнения эффективности применения различных систем проточного фракционирования различные формы селена извлекали с использованием ВСК и микроколонок. Использовали последовательность экстрагентов, разработанную ранее для фракционирования форм селена. Извлекали водорастворимую, адсорбированную, органически связанные формы элемента и элементарный селен при помощи дистиллированной воды, 0.1 М фосфатного буфера (рН 7), 5% раствора гидроксида тетраметиламмония и 1 М раствора сульфата натрия, соответственно. Показано, что основная часть селена (около 35-60% от общего содержания) содержится в виде селенитов, нерастворимых в воде, и органически связанной форме. До 20% селена присутствует в исследованных образцах в адсорбированной форме, водорастворимых форм селена не обнаружено. Данные о распределении селена по формам нахождения в почве, полученные с использованием ВСК и микроколонок, сопоставимы, что свидетельствует о возможности гармонизации различных систем проточного экстрагирования.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект № 07-03-00539).

ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ГРУПП БИОЛОГИЧЕСКИХ И УГЛЕРОДСОДЕРЖАЩИХ СОРБЕНТОВ

А.К. Сагидуллин, Л.А. Шелудякова, Б.С. Смоляков, Л.М. Левченко

Институт неорганической химии СО РАН им. А.В. Николаева, 630090, Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева 3, lshel@niic.nsc.ru

Проблема загрязнения природных вод токсичными металлами (ТМ) остается актуальной как в России, так и во многих регионах мира. Для извлечения ТМ из загрязненных вод широко используют сорбционные технологии. С учетом ряда требований (эффективность сорбции ТМ из растворов низкой концентрации, доступность, возможность циклического использования) биосорбенты на основе различных биоматериалов привлекают особое внимание. Сорбционные свойства биосорбентов зависят от состава поверхностных функциональных групп (ПФГ). Данная работа посвящена применению методов потенциометрического титрования и ИК-спектроскопии для комплексной характеристики ПФГ двух объектов: корней водного гиацинта (*Eichhornia crassipes*) и промышленного сорбента НУМС (нанопористый углеродный модифицированный сорбент) в отношении сорбции Cu^{2+} из водных растворов. Эффективность сорбции Cu^{2+} оценивали с использованием метода инверсионной вольтамперометрии (анализатор ИВА-3), ИК-спектры получены на Фурье-спектрометре Scimitar FTS 2000, потенциометрическое титрование выполняли с применением иономера «Мультитест» ИПЛ 113.

Эффективность сорбции Cu^{2+} обоими сорбентами зависит от рН раствора. Такая зависимость характерна для многих сорбентов в отношении ряда ТМ, в связи с чем возникает задача выявления ПФГ, ответственных за связывание протонов и ТМ. Методом ИК-спектроскопии в области $4000\text{-}400\text{ см}^{-1}$ были исследованы следующие образцы: исходные (сухие), депротонированные (вымоченные в NaOH), протонированные (вымоченные в HCl) и сорбировавшие Cu^{2+} . Сравнение спектров исходных образцов выявило наличие различных ПФГ (карбоксильных R-COON, гидроксильных R-SOH, лактонных R=O и других) при разном их соотношении на поверхности обоих сорбентов. При сопоставлении спектров протонированных, депротонированных сорбентов и образцов, сорбировавших Cu^{2+} выявлены основные ПФГ, которые принимали участие в реакциях обмена ионов H^+ и Cu^{2+} . Использование метода кислотно-основного потенциометрического титрования позволило определить концентрации данных ПФГ и константы их протонирования.

Полученные данные позволяют объяснить как отличия в сорбционной способности исследованных сорбентов, так и ее зависимость от рН раствора. По результатам работы можно заключить о перспективности использования биосорбента на основе корней водного гиацинта для очистки загрязненных вод.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ СОРБЦИИ ПРОИЗВОДНЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ ГЕТЕРОЦИКЛОВ НА ХИМИЧЕСКИ МОДИФИЦИРОВАННЫХ КРЕМНЕЗЕМАХ В УСЛОВИЯХ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Б.Р. Сайфутдинов, А.А. Пимерзин

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Самарский государственный технический университет»,
443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

Ароматические гетероциклы нашли широкое применение в современной фармацевтике, электронике, материаловедении, нелинейной оптике и других областях. Поэтому актуальной представляется задача полупрепаративного выделения и анализа сложных смесей впервые синтезированных ароматических гетероциклов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). В настоящее время среди сорбентов для ВЭЖХ вследствие высокой эффективности и селективности разделения получили распространение химически модифицированные кремнеземы. В связи с этим целью настоящей работы явилось изучение закономерностей сорбции производных ароматических гетероциклов на химически модифицированных кремнеземах в условиях ВЭЖХ.

ВЭЖХ-эксперимент выполняли на жидкостном хроматографе “Prominence” фирмы “Shimadzu”, укомплектованном двухплунжерным насосом, дегазатором элюента, воздушным термостатом колонок, а также УФ/Вид- и рефрактометрическим детекторами. Объектами исследования были пяти- и шестичленные ароматические гетероциклы: арил-, гетарил- и циклогексилзамещенные 5-тетразолы, 1,3,4-оксадиазолы и 1,2,4,5-тетразины, строение и чистота которых подтверждена данными ИК-, ЯМР-спектроскопии и хромато-масс-спектрометрии. В качестве сорбентов использовали коммерческие кремнеземы (“Supelco”, “Restek”), химически модифицированные аминопропильными, цианопропильными, фенильными, октильными, гексадецильными и октадецильными группами, и, кроме того, октадецильными группами с полярным эндкеппингом. Элюирование проводили водно-ацетонитрильными подвижными фазами разного состава в изократическом и градиентном режимах при температуре хроматографической колонки 40, 50 и 60 °С.

В работе обсуждается роль различных типов межмолекулярных взаимодействий в поверхностном слое и подвижной фазе в сорбции исследованных соединений на химически модифицированных кремнеземах с различной природой модификатора. Приведены корреляционные зависимости параметров хроматографического удерживания и термодинамических характеристик сорбции производных ароматических гетероциклов от строения молекул сорбатов, их физико-химических характеристик, состава подвижной фазы и температуры колонки. Анализируются адекватность и границы применения основных адсорбционных моделей в ВЭЖХ (Снайдера – Сочевинского, Скотта – Кучеры, Эльтекова, Ланина – Никитина) к исследованным сорбционно-хроматографическим системам. Рассматриваются термодинамические характеристики сорбции (изменения стандартных молярных энергии Гиббса, энтальпии и энтропии сорбции) ароматических гетероциклов, рассчитанные по уравнению Вант-Гоффа. Установлено наличие эффекта компенсации энтальпии и энтропии при сорбции изученных веществ на химически модифицированных кремнеземах. Высказаны предположения о возможных причинах этого явления в обращенно-фазовых ВЭЖХ-системах.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОДУКТОВ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ПОЛИХЛОРБИФЕНИЛОВ С ТРИМЕТИЛОЛПРОПАНОМ

М.А. Саморукова, М.Г. Первова, Т.И. Горбунова, В.И. Салоутин

Институт органического синтеза им. И.Я. Постовского УрО РАН, 620990, г. Екатеринбург, ул. С.Ковалевской/Академическая, 22/20, pervova@ios.uran.ru

Полихлорированные бифенилы (ПХБ) характеризуются уникальными диэлектрическими свойствами и ранее широко использовались в различных областях производства. Из-за высокой токсичности и персистентности ПХБ относят к стойким органическим загрязнителям (СОЗ), и, согласно Стокгольмской Конвенции (2001 г.), они подлежат полному уничтожению (до 2025 г.). Одним из способов предподготовки ПХБ для последующего биоразложения является превращение ПХБ в производные с уменьшенным содержанием хлора под действием алкоксидов (или спиртов в присутствии щелочи).

С целью утилизации технической смеси ПХБ марки «Совол», содержащей тетра-, пента- и гексахлорбифенилы, проведены исследования по частичному дехлорированию конгенов ПХБ при взаимодействии с алкоксидами на основе триметилпропана (ТМП). Реакцию проводили в среде ДМСО при температуре 150 °С в течение 7 ч. Анализ и количественную оценку содержания продуктов взаимодействия осуществляли методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектором, идентификацию образовавшихся производных - с масс-спектрометрическим детектором.

Установлено, что при взаимодействии смеси ПХБ с ТМП достигается конверсия исходных соединений ~80%. Гекса- и пентахлорбифенилы реагируют практически полностью, тетрахлорбифенилы – частично (~10%). Из гексахлорбифенилов регистрируется образование пентахлорбифениолов и производных, содержащих триметилпропанокси- и гидроксигруппы; из пентахлорбифенилов - в основном тетрахлорбифениолов и триметилпропанокситетрахлорбифенилов. Тетрахлорбифенилы в условиях процесса образуют преимущественно триметилпропанокситрихлорбифенилы и трихлорбифениололы. Во всех случаях также регистрируются производные, полученные при замещении двух вицинальных атомов хлора одной молекулой ТМП.

Полученные продукты потенциально являются пригодными для их последующей биологической дегградации.

Работа выполняется при финансовой поддержке УрО РАН, проект 09-С-3-1016.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИСТОЧНИКОВ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ НЕФТЬЮ И НЕФТЕПРОДУКТАМИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

*В.И. Сафарова, Л.А. Валиева, Г.Ф. Шайдулина, Р.М. Хатмуллина,
Е.Б. Галактионова, Е.В. Фатьянова*

ГУ Управление государственного аналитического контроля Министерства
природопользования и экологии Республики Башкортостан, 450104 Уфа,
ул. Российская, 21, guugak@mail.ru, ugak@ufanet.ru

Аварийные разливы и утечки нефти и нефтепродуктов являются распространенным видом загрязнения окружающей среды. В связи с этим проблема поиска источника поступления нефтепродуктов в объекты окружающей среды является актуальной.

Решение этой задачи основано на сопоставлении физических и химических характеристик образцов нефти и нефтепродуктов, отобранных из загрязненного участка, со свойствами нефтепродуктов из предполагаемого источника их поступления. При этом следует иметь в виду, что с нефтью, попавшей в воду или почву, относительно быстро происходят процессы, приводящие к изменению ее свойств и состава, что значительно затрудняет идентификацию. Поэтому процедуру сравнения образцов, отобранных с загрязненной территории и предположительного источника загрязнения, необходимо осуществлять как можно быстрее с момента разлива нефтепродукта. В целом процедура идентификации заключается в установлении сходства и различий качественного состава неизвестных образцов с вероятными источниками их поступления или выявлении сходства и различий этих проб с различными продуктами. Анализ проводится методами инфракрасной спектроскопии (ИК-спектроскопии), газожидкостной хроматографии (ГЖХ), высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), хромато-масс-спектрометрии (ХМС), причем хроматографические методы позволяют определять компонентный состав нефтепродуктов. Используются также и литературные сведения.

Методом ГЖХ высокого разрешения изучен углеводородный состав неизвестных жидкостей, предположительно нефтяных углеводородов, просачивающихся на дневную поверхность из склона оврага. Для определения источника нефтяного загрязнения рассматривали состав n-алканов, особенности геометрической формы групп пиков, а также соотношения высот пиков. На следующем этапе идентификации неизвестных образцов для более четкого выявления сходства или различия анализируемых проб между собой и с образцами различных товарных нефтепродуктов, детально исследовали различные фрагменты хроматограмм, например, область легких углеводородов $C_7 - C_9$ или другие участки хроматограмм. Между пиками нормальных алканов найден ряд пиков различной интенсивности, относящихся к изо- и циклоалканам, ароматическим углеводородам. Идентификация этих компонентов была выполнена методом ХМС.

Для количественного сопоставления обнаруженных в пробах углеводородов были построены концентрационные профили, отражающие соотношение содержаний (или площадей пиков) этих соединений. Изучение построенных таким образом профилей близких по составу продуктов, в том числе и смесевых, позволило выделить различия, которые на исходных хроматограммах в явном виде отсутствовали.

ПРОВЕДЕНИЕ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ НА ТЕРРИТОРИЯХ С ВЫСОКОЙ АНТРОПОГЕННОЙ НАГРУЗКОЙ

В.И. Сафарова, Г.Ф. Шайдулина, Р.М. Хатмуллина, Е.В. Фатьянова
ГУ Управление государственного аналитического контроля Министерства природопользования и экологии Республики Башкортостан, 450104 Уфа, ул. Российская, 21, e-mail – guugak@mail.ru, ugak@ufanet.ru

Особенностью территорий с высокой антропогенной нагрузкой является многочисленность и интенсивность источников загрязнения, разнообразие поступающих поллютантов, а также вероятность возникновения техногенных аварийных ситуаций. Соответственно подходы к проведению анализа объектов окружающей среды на таких территориях тоже имеют свои особенности:

- пункты наблюдения или места отбора проб выбираются в зонах с максимальным влиянием выбросов или сбросов рассматриваемого источника загрязнения;
- сроки проведения исследований выбираются с учетом ожидаемых наибольших концентраций как в выбросах и сбросах, так и в природных объектах;
- перечень определяемых ингредиентов обязательно включает специфические (характерные для выбросов и сбросов конкретных предприятий) соединения.

Главной особенностью экоаналитических исследований на территориях с высокой антропогенной нагрузкой, или так называемого «оперативного мониторинга» является *взаимосвязь между исследуемыми природными объектами и источниками их загрязнения*, в отличие от регулярного мониторинга, целью которого является только констатация текущего качества объектов окружающей среды, без выявления источников загрязнения.

Экоаналитические исследования, которые необходимо проводить на территориях, подверженных антропогенному влиянию, можно объединить в две основные группы:

1. *Оценка воздействия предприятия на окружающую среду* (когда известен конкретный источник загрязнения и надо оценить степень его влияния на природные объекты);

2. *Поиск источника загрязнения природных объектов* (когда установлен факт загрязнения объектов окружающей среды и надо найти источник этого загрязнения).

Таким образом, подходы к проведению оперативного мониторинга могут быть диаметрально противоположны в зависимости от цели проводимого исследования. В одних случаях могут быть известны источники загрязнения, и необходимо обнаружить поступившие от них загрязняющие вещества в объектах окружающей среды. А в других случаях в пробах природных сред обнаруживаются какие-либо вещества, и необходимо объяснить их происхождение. В первом случае особые требования предъявляются к выполнению самого химического анализа (подбор условий пробоподготовки и проведения анализа для лучшего извлечения определяемых компонентов, повышение чувствительности анализа различными способами, использование дополнительных возможностей аналитических методов). А во втором случае, когда нужно объяснить «откуда что взялось» и «является ли оно загрязнением», более важным становится анализ экологический. То есть для выполнения такого рода работ нужны знания об экологической ситуации в данном районе, о предполагаемых природных и антропогенных источниках эмиссии загрязняющих веществ, о составе сточных вод, промвыбросов или отходов предприятий-загрязнителей, сведения о веществах, поступающих из повсеместно распространенных источников.

КОСВЕННАЯ ОЦЕНКА ЗАГРЯЗНЕНИЯ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ИССЛЕДОВАНИЯ СНЕГОВОГО ПОКРОВА И РАСТИТЕЛЬНОСТИ

В.И. Сафарова, Г.Ф. Шайдулина, Н.Р. Низамутдинова, Т.Н. Михеева
ГУ Управление государственного аналитического контроля Министерства природопользования и экологии Республики Башкортостан, 450104 Уфа, ул. Российская, 21, e-mail – guugak@mail.ru, ugak@ufanet.ru

Важным косвенным показателем качества атмосферного воздуха служит состав снегового покрова. Изучение распределения металлов в снеговом покрове позволяет выявить источники загрязнения и дифференцировать зоны их влияния по интенсивности воздействия и дальности распространения загрязняющих веществ. Основная масса токсикантов антропогенного происхождения попадает на подстилающую поверхность путем атмосферного переноса и выпадения в виде аэрозолей, загрязненного дождя и снега. Загрязнение снежного покрова характеризует загрязнение атмосферного воздуха и приводит к загрязнению почвенного покрова, в связи, с чем результаты исследования химического состава снега могут служить информационной базой для оценки загрязнения атмосферного воздуха.

К интегральным методам косвенной оценки состояния атмосферного воздуха относится также дендроиндикация, суть которой заключается в исследовании содержания загрязняющих веществ в образцах высшей растительности.

С использованием данных, полученных в рамках мониторинга природных сред в зоне влияния крупных горно-обогатительных предприятий РБ, проведено исследование снегового покрова и растений на содержание тяжелых металлов. С использованием полученных результатов выведены корреляционные уравнения, отражающие взаимосвязь содержания Cu, Zn, Fe, Cd, Pb в снеговом покрове и растениях.

$$y = 0,8784x + 0,0443 \quad R^2 = 0,9809$$

$$y = 0,8378x + 0,2713 \quad R^2 = 0,988$$

$$y = 0,9506x - 0,1764 \quad R^2 = 0,9833$$

Использование этих уравнений позволяет прогнозировать содержание тяжелых металлов в растениях по результатам анализа снегового покрова или решить противоположную задачу.

КОМПЛЕКС АНАЛИТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СОСТАВА ЭКОЛОГО-ГЕОХИМИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ

Н.С. Сафронова¹, Е.С. Гришанцева¹, Г.С. Коробейник²

¹ Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, геологический факультет, 119991, г. Москва, ГСП-1, Ленинские Горы.

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

Контроль состава эколого-геохимических объектов Иваньковского водохранилища является важной задачей, так как Иваньковское водохранилище является источником питьевого водоснабжения г. Москвы. Объектами исследования являлись донные отложения, водная и прибрежная растительность, а также природные воды водохранилища. Прямой количественный одновременный анализ микрокомпонентов твердой фазы донных осадков и золы растений проводили методом атомно-эмиссионной спектрометрии с дуговым разрядом на установке «Поток» (ВМК-Оптоэлектроника, Новосибирск) с регистрацией на спектрографе ДФС-13-2 с дифракционной решеткой 1200 штр/мм и обработкой результатов анализатором МАЭС фирмы ВМК Оптоэлектроника (Ag, Cr, Ga, In, Nb, Pb, Rb, Sc, Sr, V, W, Se, La, Y), а также при использовании фотоэлектрической кассеты ФЭК9/3648 фирмы ООО МОРС (г. Троицк Московской области) для спектрографа PGS-2 с дифракционной решеткой 651 штр/мм при определении концентраций В, Ва, Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Mo, Pb, Sn, Ag, V в образцах. Определение микрокомпонентов в поверхностных, придонных водах, а также поровых водах, полученных из донных осадков на прессе при высоком давлении, проводили методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (IRIS Intrepid II XDL Duo).

Для определения содержания низкомолекулярных углеводородных газов C₁-C₅ в верхних слоях донных отложений использовали метод газовой хроматографии (хроматограф «Цвет 500» с пламенно-ионизационным детектором). Показана высокая информативность использования газообразных углеводородов в качестве биогеохимических маркеров источников органического вещества и интенсивности его преобразования. Полученные результаты свидетельствуют об увеличении интенсивности микробиологических процессов и процессов трансформации органического вещества для большинства районов водохранилища.

На автоматическом анализаторе ROCK-EVAL 2/ТОС получены данные о суммарном содержании органического углерода (ТОС) и суммарных показателях углеводородов: C₁-C₁₀ (пик S1), C₁₂-C₃₆ (пик S2), CO₂ орг (пик S3) в донных осадках, отобранных из основных створов водохранилища и зарастающих водной растительностью заливов. Исследовано распределение суммарных органических показателей водных осадков основных створов водохранилища в целях выявления влияния техногенных источников на формирование состава органического вещества. Выявлена зависимость содержания ТОС от гранулометрического состава донных осадков водохранилища. Подтверждено наличие взаимодействия микрокомпонентов с органическим веществом, приводящее к накоплению неорганических компонентов в донных осадках. Показана высокая эффективность предложенной аналитической схемы для контроля эколого-геохимического состояния Иваньковского водохранилища.

ИЗУЧЕНИЕ ЗАГРЯЗНЕНИЯ УРБАНИЗИРОВАННОЙ СРЕДЫ ТЯЖЕЛЫМИ МЕТАЛЛАМИ НА ОСНОВЕ АНАЛИЗА ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОНИЖЕННЫХ УЧАСТКОВ РЕЛЬЕФА

А.А. Селезнев, Е.А. Кочеткова, И.В. Ярмошенко, А.Н. Медведев
Институт промышленной экологии УрО РАН,
620219, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 20

В мировой практике мониторинга загрязнения урбанизированных экосистем используются в качестве объектов исследования снежный покров, почва, донные отложения крупных водных объектов, выпадения из атмосферы. Полученные данные об уровнях загрязнения отдельных объектов городской среды являются фрагментарными, не дают полной системной картины загрязнения крупного мегаполиса. Снеговая съемка позволяет получить информацию лишь о сезонных выпадениях загрязняющих веществ. Анализ загрязнения почвенного покрова в условиях городского ландшафта не позволяет получить адекватных данных о пространственном распределении загрязняющих веществ.

Предлагается использовать в качестве объекта мониторинга загрязнения урбанизированной среды отложения пониженных участков рельефа (луж). Лужи образуются в пониженных областях рельефа, в них происходит сток атмосферных осадков и вместе с тем загрязняющих веществ. Под лужей понимается бессточный локальный участок, заполняемый водой при выпадении атмосферных осадков и таянии снега. Твердый материал отложений пониженных участков рельефа (луж) является средой, накапливающей загрязнение за период своего существования (от нескольких недель до нескольких десятков лет).

На территории г. Екатеринбурга в период 2008-2010 гг. проведен представительный отбор образцов отложений пониженных участков рельефа (луж), всего собрано 279 проб. В 2010 г. проведен количественный химический анализ содержания основных загрязнителей городской среды (мышьяк, никель, медь, цинк, свинец, марганец, кобальт) и почвообразующих элементов (железо, алюминий) в 75 пробах отложений пониженных участков рельефа (луж). Максимальные концентрации загрязнителей в образцах отложений пониженных участков рельефа (луж) достигают следующих значений: мышьяка 30 мг/кг, кобальта 47 мг/кг, марганца 1237 мг/кг, цинка 4676 мг/кг, меди 342 мг/кг, свинца 764 мг/кг, никеля 663 мг/кг. Максимальные концентрации почвообразующих элементов составляют: алюминия 72 г/кг, железа 56 г/кг. Доля проб с концентрациями свинца выше нормативных концентраций в почвах составляет 20%, цинка - 72%, меди - 25%, никеля - 81%, мышьяка - 36%. Средние значения концентраций тяжелых металлов в отложениях пониженных участков рельефа (луж) составляют: кобальта 21 мг/кг, марганца 735 мг/кг, цинка 644 мг/кг, меди 109 мг/кг, свинца 107 мг/кг, никеля 180 мг/кг; мышьяка 15 мг/кг. Степень концентрирования поллютантов в отложениях пониженных участков рельефа (луж) относительно выпадений составляет: свинца 14%, цинка 40%, меди 9%, марганца 78%, никеля 29%.

Полученные данные по содержанию загрязняющих веществ в отложениях пониженных участков рельефа (луж) на территории города позволяют предварительно охарактеризовать этот объект в качестве перспективного для мониторинга состояния урбанизированной среды. Проводимое исследование станет методической основой для разработки интегральных методов мониторинга урбанизированной среды.

Работа выполняется в рамках реализации ФЦП «Кадры» (мероприятие 1.4), а также при поддержке РФФИ (проект № 10-05-96011), Уральского отделения Российской академии наук (проект № 10-2-НП-223).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФАКТОРОВ, ВЛИЯЮЩИХ НА ПРОЦЕСС СОРБЦИИ НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА ВЕРХОВЫМ ТОРФОМ

М.П. Семушина, К.Г. Боголицын, А.Ю. Кожевников

Северный (Арктический) федеральный университет, Россия, 163002, г. Архангельск,
наб. Северной Двины, 17, e-mail: tph.agtu@mail.ru

В результате ведения в РФ ракетно-космической деятельности происходит загрязнение районов падения первых ступеней ракет-носителей токсичными компонентами ракетных топлив. До последнего времени в качестве ракетного топлива использовался несимметричный диметилгидразин (НДМГ), представляющий серьёзную опасность для окружающей среды. НДМГ является веществом первого класса опасности, обладает токсичными и мутагенными свойствами, способен накапливаться в экосистемах и давать при разложении высокотоксичные продукты. Для исследования процессов загрязнения, происходящих при попадании НДМГ в почву, а в заболоченных регионах – в торф, необходимо изучение сорбционных свойств как самого торфа, так и его компонентов.

Целью данной работы явилось выявление основных факторов, влияющих на процесс сорбции НДМГ торфом и его компонентами.

В качестве основных факторов, оказывающих влияние на процесс сорбции НДМГ верховым торфом, были выбраны: продолжительность контакта фаз, концентрация раствора, температура, рН, ионная сила раствора.

Объектом исследования является верховой торф низкой степени разложения ($R = 5\%$), состоящий в основном из сфагновых мхов и опада пушицы. Торф характеризовали по показателям влажности (ГОСТ 28268-89), содержанию органического вещества (ГОСТ 26213-91), зольности (ГОСТ 27784-88), потенциальной кислотности (ГОСТ 26483-85), функциональному и элементному составу по стандартным методикам.

Измерение равновесной концентрации НДМГ выполнялось спектрофотометрическим методом с п-нитробензальдегидом на спектрофотометре ЭКСПЕРТ-003 (ООО Эконикс – Эксперт, г. Москва).

С целью определения времени достижения сорбционного равновесия проведена сорбция НДМГ из раствора верховым торфом во времени. Установлено, что время достижения сорбционного равновесия в системе сорбент-раствор составляет 30 мин.

Важную роль при изучении процессов сорбции играет кислотность среды, в связи с этим проводились эксперименты по изучению зависимости процесса сорбции от рН раствора. Необходимую кислотность среды ($pH=3\div 9$) создавали с помощью универсальных буферов. Полученная зависимость имеет экстремальный характер. В области рН около 6, НДМГ является наиболее реакционно способным по отношению к функциональным группам торфа. Полученные данные использовались в дальнейших исследованиях.

Как известно, большое влияние на сорбционные процессы оказывает ионная сила водной фазы, а также состав электролита. Нами получены зависимости сорбции НДМГ от ионной силы, которую регулировали с помощью различных солей электролитов. Исследовано влияние катионного и анионного состава электролита. Наиболее интенсивно сорбция протекает в случае применения солей с меньшим радиусом и зарядом ионов.

С целью установления влияния температуры были получены изотермы сорбции НДМГ при различных температурах. Описание полученных S-образных изотерм проводилось в соответствии с теорией полимолекулярной адсорбции, предложенной С. Брунауэром, П. Эмметом и Э. Теллером (теория БЭТ). Установлено, что с увеличением температуры значение предельной сорбции возрастает, что характерно для хемосорбции. В то же время, физическая сорбция может привести к образованию нескольких адсорбционных слоёв и уменьшается с ростом температуры. Таким образом, сорбция НДМГ торфом, вероятно, является промежуточным случаем между химической и физической сорбцией.

КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ СЛЕДОВ МАРГАНЦА ПОЛИМЕРНЫМИ ХЕЛАТООБРАЗУЮЩИМИ СОРБЕНТАМИ, СОДЕРЖАЩИМИ РАЗЛИЧНЫЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ГРУППЫ

О.Е. Симакова, Г.И. Карпушина, О.А. Дегтярева, Н.Н. Басаргин
ГОУ ВПО «Орловский государственный университет», 302015, Орел,
ул. Комсомольская 95. Факс (08622)- 777-332

Анализ природных минеральных объектов, содержащих небольшие количества марганца, является сложной аналитической задачей. Основные методики спектрофото-метрического определения марганца не всегда удовлетворяют современным требованиям по пределу обнаружения и требуют его отделения от сопутствующих элементов. Для повышения чувствительности анализа перспективным является разработка комбинированных методов, включающих предварительное концентрирование элемента. Использование наряду с другими, полимерных хелатообразующих сорбентов (ПХС) позволяет осуществить индивидуальное или групповое выделение микроэлементов из больших объемов растворов сложного состава, снизить предел обнаружения, устранить или значительно снизить влияние макрокомпонентов, что повышает надежность и точность анализа. Перспективным представляется целенаправленный выбор, синтез и применение сорбентов в соответствии с целями анализа.

Цель работы: сравнить химико-аналитические характеристики процесса сорбции марганца сорбентами, содержащими различные функциональные группы.

Для эксперимента были выбраны ПХС, содержащие различные функционально аналитические группы (ФАГ) и различные заместители в структуре:

- а) о,о –диокси-азо-функциональную группу;
- б) о-окси-карбокси –функциональную группу;
- в) о-диокси-функциональную группировку

Эти сорбенты представляют собой тонкодисперстные порошки темно-коричневого цвета, нерастворимые в воде, кислотах, щелочах и органических растворителях.

Были изучены физико-химические и аналитические характеристики сорбентов, в частности: степень вхождения ФАГ; $pK_{\text{ион. ФАГ}}$; оптимальный интервал pH; pH_{50} сорбции марганца; количество протонов, вытесняемых из ФАГ ионом марганца; сорбционная емкость сорбентов – СЕС, мг/г; степень сорбции – R,%; время – τ , температура, избирательность сорбции. Обсужден вероятный химизм сорбции. Были установлены оптимальные условия сорбции марганца.

Сорбенты групп «а», извлекают микроколичества марганца: $R=95-95\%$, при $20\pm 5^\circ\text{C}$; $pH_{\text{опт.}}=2,6-5,5$; $\text{СЕС} = 11 - 14 \text{ мг Me/г}$; $\tau = 10 - 30 \text{ мин}$.

Сорбенты групп «в», извлекают микроколичества марганца: $R=85-95\%$, при $20\pm 5^\circ\text{C}$; $pH_{\text{опт.}}=2,5 - 5,0$; $\text{СЕС} = 11 - 12 \text{ мг Me/г}$; $\tau = 5 - 60 \text{ мин}$.

Для использования в анализе минеральных объектов для предварительного концентрирования марганца предлагаются полимерные хелатообразующие сорбенты содержащие о-окси-карбокси–функциональную группировку.

НАНО-, МИКРО-ПОРИСТЫЕ УГЛЕРОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ. СОРБЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ МЕТАЛЛОВ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ

С.А. Симанова¹, М.В. Афонин¹, Д.А. Житенева², А.А. Михалчан²

¹Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет) 190013 г. С-Петербург, Московский пр. 26, sasimanova@gmail.com

²Санкт-Петербургский государственный университет технологии и дизайна (СПГУТД) 191186, г. С-Петербург, ул. Большая Морская, д. 18

Углеродные нанотрубки (УНТ) находят все большее применение как сорбционные материалы. Они обладают высокой пористостью и удельной поверхностью и способны сорбировать микро-количества благородных металлов [1, 2]. Практический интерес представляет терморасширенный графит (ТРГ), у которого также выражены сорбционные свойства. Не обладая высокоразвитой поверхностью, этот углеродный материал способен сорбировать значительные количества ионов серебра(I) и хрома(VI) [3].

Целью настоящей работы было исследование сорбционных свойств УНТ и ТРГ по отношению к хлорокомплексам металлов платиновой группы и золота, по сравнению с сорбционными свойствами кокосового угля (КУ). Сорбцию проводили при комнатной температуре в статических условиях из растворов HCl и NaCl при постоянном перемешивании. Концентрация металлов составляла 1 ммоль/л. Объем растворов – 10 мл, навеска сорбента – 10 мг. Хлорокомплексы платины(II), палладия(II) и золота(III) извлекали сорбентами КУ и УНТ из растворов 0,1 – 1М HCl, сорбентом ТРГ – хлорокомплексы родия(III), платины(II) и (IV) из растворов 0,1 – 4М NaCl.

Установлено, что сорбционная емкость для КУ при сорбции $[PtCl_4]^{2-}$, $[PdCl_4]^{2-}$ и $[AuCl_4]^-$ из солянокислых растворов (0.5 М HCl) составляет: по Pt(II) – 0,24 мг/г, по Pd(II) – 0,05 мг/г, по Au(III) – 3 мг/г. При сопоставимых условиях сорбционная емкость УНТ: по Pt(II) – 0,1 мг/г, по Pd(II) – 0,02 мг/г, по Au(III) – 0,25 мг/г. Сорбционная емкость ТРГ из растворов 4 М NaCl по Pt(II) и Pt(IV) составила 0,86 мг/г и 0,18 мг/г соответственно, а по Rh(III) – 0,79 мг/г (из раствора 0,1 М NaCl). Важно отметить, что из солянокислых растворов хлорокомплексы платины и родия сорбентом ТРГ практически не извлекаются.

В докладе будут обсуждены также кинетические аспекты сорбции металлов платиновой группы и золота углеродными материалами УНТ и ТРГ. Будут приведены данные электронной микроскопии, характеризующие морфологию сорбентов и ее влияние на сорбционные свойства.

Литература

1. Lysenko A.A., Astashkina O.V., Petrov A.A., Simanova S.A., Burmistrova N.M., Afonin M.V. Adsorption properties of carbon nanotubes (CNT's). 10th. International Conference on Fundamentals of Adsorption. Sicily-Italy. Giarini Naxos. May 20-25, 2007 – p. 217
2. V. Lysenko, A. Mikhalchan, S. Simanova, M. Afonin, O. Astashkina, A. Lysenko. Noble-Metal Adsorption by Carbon Nano- and Microdispersions. Book of Abstracts. 10th. International Conference on Fundamentals of Adsorption. Awaji, Hyogo, Japan, May 23-28, 2010 – p. 261
3. Житенева Д.А., Лукичева Н.С. Адсорбционные свойства различных углеродных материалов по отношению к серебру (тезисы доклада). Всероссийская научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Проблемы экономики и прогрессивные технологии в текстильной, легкой и полиграфической отраслях промышленности» (Дни науки – 2010): тезисы докладов – СПб: СПГУТД, 2010. – С. 129 – 130.

АТОМНО-АБСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ С ИСТОЧНИКОМ СПЛОШНОГО СПЕКТРА: ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ В ЭКОЛОГИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ

М.Ю. Синуцын, И.П. Витер, А.Г. Борзенко

Химический факультет МГУ имени М.В.Ломоносова, 119991 г. Москва,
Ленинские горы, borzenko@environment.chem.msu.ru

Роль инструментальных методов анализа, в частности спектральных методов, в настоящее время существенно возросла. Это связано со значительным ростом потребности в проведении анализов в различных областях деятельности человека, а также расширением круга анализируемых объектов. В экологическом контроле давно и успешно применяется метод атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС), что объясняется рядом его преимуществ перед другими методами анализа:

- высокая селективность и чувствительность (пределы обнаружения без предварительного концентрирования достигают 10^{-5} - $10^{-7}\%$ в зависимости от определяемого элемента и способа атомизации пробы);
- отсутствие заметных спектральных наложений резонансных линий различных элементов при атомно - абсорбционных измерениях;
- хорошие метрологические характеристики анализа в целом;
- достаточно простые требования, предъявляемые к системам ввода пробы в аналитическую зону;
- относительно менее жесткие требования к регистрирующей аппаратуре, чем, например, в случае измерения эмиссионных спектров;
- малые количества пробы, необходимые для проведения анализа.

Такие характеристики делают метод ААС незаменимым при рутинном элементном анализе. Этим методом определяют элементы, резонансные линии которых находятся в области от 190 до 900 нм (~ 70 элементов). В качестве источника излучения традиционно применяют источники линейчатого спектра (лампы с полым катодом, ЛПК), которые во многом и определяют селективность метода в целом.

Вместе с тем, данный вариант реализации метода имеет и ряд недостатков, главными из которых являются:

- невозможность проведения многоэлементного анализа;
- проблемы, связанные с учетом фонового поглощения и возможных наложений спектральных линий определяемых элементов для проб, имеющих сложный матричный состав.

Одним из путей устранения вышеперечисленных недостатков является переход к новой концепции проведения атомно-абсорбционных измерений, базирующейся на использовании источника со сплошным спектром. Такой способ реализован в линейке спектрометров ContrAA, выпускаемых фирмой Analytik Jena.

Настоящая работа посвящена сравнительному анализу возможностей атомно-абсорбционных определений, проведенных с использованием ламп с полым катодом и источника со сплошным спектром в сочетании с монохроматором высокого разрешения. На примерах анализа проб воды и определения подвижных и кислоторастворимых форм металлов в почвах различного типа для каждого из подходов сделаны оценки пределов обнаружения и метрологических характеристик анализа. Продемонстрированы основные преимущества ААС с источником сплошного спектра и перспективы практического применения такого подхода.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ, ВЫДЕЛЕННЫХ ИЗ СТОЧНЫХ ВОД ПРОИЗВОДСТВА ЦБП, С ПОМОЩЬЮ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

А.А. Слобода, М.А. Гусакова

Институт экологических проблем Севера УрО РАН, 163061, г. Архангельск, наб. Северной Двины, д. 23

Целлюлозно-бумажная промышленность является одной из наиболее водоемких отраслей. На ее предприятиях ежедневно расходуется миллионы кубических метров свежей воды. При этом отработанная вода, содержащая различные токсичные органические соединения, выбрасывается обратно в водоемы. Анализ состава сточных вод свидетельствует, что органическая составляющая сточной воды состоит в основном из трудноокисляемых соединений и практически остается в неизменном виде до и после очистки.

Возникает необходимость предотвращения загрязнения окружающей среды токсичными соединениями целлюлозно-бумажного производства путем поиска новых способов определения приоритетных токсичных компонентов или возможностей совершенствования старых, из целого спектра соединений, входящих в состав сточной воды.

Актуальной задачей данной работы является изучение химического состава сточных вод с целью выбора приоритетных загрязнителей и метода их определения. Целью данной работы было исследование группового химического состава эфирозвлекаемых органических соединений сточной воды.

В качестве образцов для исследований использованы пробы производственных сточных вод ОАО АЦБК (Архангельский целлюлозно-бумажный комбинат). Устранение мешающих влияний компонентов проводили следующим образом: взвешенные вещества – фильтрованием, летучие соединения – отгонкой с паром, лигнинные соединения – осаждением путем подкислением серной кислоты. Путем экстракции диэтиловым эфиром извлечена из подготовленной воды группа соединений, качественный состав которой был проанализирован при помощи хромато-масс-спектрологии.

Разделение и идентификацию компонентов проводили на системе хромато-масс-спектрологии GCMS-QP2010 Plus фирмы Shimadzu, состоящей из газового хроматографа и масс-спектрального детектора.

Условия хроматографического разделения: колонка капиллярная HP-1ms (100% диметилполисилоксан, толщина фазы 0,25 мкм) размером 30 м × 0,25 мм. Начальная температура термостата колонки – 30°C; выдержка при начальной температуре – 2 мин; программирование температуры – от 30 до 250 °C со скоростью 10 °C/мин. Выдержка при конечной температуре – 2 мин. Газ-носитель-гелий, 1 см³/мин (постоянный расход). Проба 1,0 мкл, испаритель – 250 °C. Температура испарителя и интерфейса детектора – 250 °C.

Идентификация соединений осуществлялась сравнением масс-спектров соединений с библиотечными (MS08) масс-спектрами.

В качестве основных компонентов в исследуемых образцах идентифицированы фенолы и их производные, толуидины, сквален, азелаиновая, олеиновая, стеариновая и другие кислоты.

ДЕРИВАТИЗАЦИЯ С ГЛИОКСИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ - НОВЫЙ ПОДХОД К ВЭЖХ-УФ ОПРЕДЕЛЕНИЮ НЕСИММЕТРИЧНОГО ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА

Р.С. Смирнов, А.Д. Смоленков, О.Г. Татаурова, О.А. Шпигун

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, 119991, г. Москва, Ленинские горы 1, стр. 3,

Несимметричный диметилгидразин (1,1-диметилгидразин, НДМГ) является опасным экотоксикантом, поступающим в окружающую среду в результате ракетно-космической деятельности. ПДК в почве – 0,1 мг/кг.

Существует ряд методик определения НДМГ, основанных на реакциях дериватизации с различными органическими реагентами по свободной NH_2 -группе. Однако многие из этих реакций сложны, реагенты специфичны и дороги, а получаемые производные неустойчивы. Кроме того, реакции образования гидразонов обратимы и требуют избытка реагента для смещения равновесия в сторону продуктов реакции. Наиболее часто используемые ароматические альдегиды плохо растворимы в воде, что приводит из-за их недостаточной концентрации в реакционной смеси к уменьшению выхода продукта дериватизации в области малых концентраций НДМГ и, как следствие, нелинейности градуировочного графика в области низких концентраций.

Предложен новый подход для определения НДМГ в воде и почвенных вытяжках с использованием в качестве дериватирующего реагента глиоксильной (оксоэтановой) кислоты. Глиоксильная кислота является малотоксичным высокоактивным карбонильным соединением, хорошо растворимым в воде. В процессе работы изучены условия проведения реакции дериватизации (влияние pH, время проведения, избыток реагента, температура) и условия разделения образующегося производного. Реакция НДМГ с избытком глиоксильной кислоты в растворе характеризуется селективным образованием одного устойчивого продукта – 1,1-диметилгидразона глиоксильной кислоты с выходом, близким к количественному, быстротой протекания (10-15 мин) при комнатной температуре в слабокислой среде (pH 4 – 4,5) и простотой проведения. Производное удерживается в варианте обращено-фазовой ВЭЖХ и определяется УФ-детектированием при 289 нм. Градуировочная зависимость по НДМГ линейна в диапазоне концентраций от 5×10^{-3} до 10 мг/л.

Показана возможность определения НДМГ в воде и после извлечения из почв. Для определения валовой концентрации НДМГ применяли отгонку из водно-почвенной суспензии в щелочной среде. Определение свободного НДМГ проводили в водной вытяжке в соотношении вода почва 1:10. Нижняя граница определяемых концентраций НДМГ составила для валового – 0,1 мг/кг, для свободного – 0,05 мг/кг. Предложенный подход показал хорошую правильность определения и отсутствие мешающего влияния компонентов матрицы без применения трудоемких процедур очистки экстрактов.

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ФОРМ СЕРЫ В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ, ОБОГАЩЁННЫХ ТЯЖЁЛЫМИ МЕТАЛЛАМИ

Т.П. Смирнова, А.Т. Магасумова, В.И. Сафарова, Г.Ф. Шайдулина
ГУ Управление государственного аналитического контроля Министерства природопользования и экологии Республики Башкортостан, 450104 г. Уфа, ул. Российская, 21, e-mail – guugak@mail.ru, ugak@bashnet.ru

В литературе описано множество способов определения серосодержащих веществ в различных природных объектах. Все эти способы описывают отдельное определение производных серы; в то же время для решения экологических проблем наибольший интерес представляют методики, позволяющие определить сульфидную, элементную, сульфатную, пиритную и органическую серу из одной навески.

Методика определения массовых долей сульфатной, пиритной и органической серы в твердых видах топлива (угли, торф, горючие сланцы и т.д.) также основана на различной растворимости сульфатов и пиритов в растворах соляной и азотной кислот в определенных условиях. Сущность методики заключается в последовательном переведении сульфатов и пиритов в раствор и их определении гравиметрическим методом (сульфатную и органическую серу) и косвенным методом – по содержанию железа (пиритную серу). Однако в этой методике не предусматривается анализ природных объектов. В связи с этим целью нашей работы явилось исследование возможности адаптации данной методики для анализа природных объектов.

Для достижения поставленной цели анализ проводили по следующей схеме:

– подготовленную сушевоздушную пробу обрабатывали раствором 15% соляной кислоты с последующей экстракцией в течение 30 минут с обратным холодильником для извлечения кислоторастворимых форм сульфидов и сульфатов;

– отфильтровали образовавшуюся суспензию и в фильтрате определяли водорастворимые сульфаты турбидиметрическим методом. При необходимости сульфидная сера и водорастворимые сульфаты определяются отдельно.

– осадок, оставшийся на фильтре, обрабатывали при кипячении раствором 9% азотной кислоты с добавлением в конце обработки перекиси водорода с последующей фильтрацией через фильтр «белая лента». Содержание пиритной серы (FeS_2) рассчитывали по результатам анализа полученного фильтрата на содержание железа методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии.

Таким образом, были подобраны оптимальные условия для разделения различных форм серы, которые заключались в подборе различных концентраций минеральных кислот, используемых для экстракции; определении временного оптимума экстракции при разделении пиритной и сульфидной форм серы.

Адаптация методик и их совместное использование позволило составить схему определения различных форм серы в донных отложениях, являющихся сложной матрицей, и содержащую множество мешающих компонентов, нахождение которых обусловлено многолетним антропогенным влиянием горно-обогатительного комбината по переработке пиритных руд.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕСТИЦИДОВ МЕТОДОМ ОБРАЩЕННО-ФАЗОВОЙ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

И.Г. Соболева., Т.Н. Ермолаева

Липецкий государственный технический университет, г. Липецк,
ул Московская, д.30, e-mail: sobolevaig@mail.ru

Все большее распространение в последние годы получают пестицидные препараты с малыми нормам расхода: к инсектицидным синтетическим пиретроидам, гербицидным сульфомочевинам и триазольным фунгицидам прибавились новые группы высокоэффективных препаратов – неоникотиноиды. Изучение взаимодействия сорбата, сорбента и компонентов подвижной фазы в адсорбционном слое и выявление закономерностей их проявления позволяет прогнозировать хроматографическое поведение полифункциональных соединений, управлять селективностью разделения и упрощает поиск оптимальных условий анализа многокомпонентных систем.

Ацетамиприд, имидаклоприд, тиаметоксам класса неоникотиноидов, синтетические пиретроиды – циперметрин, цигалотрин и трисульфурон из группы сульфомочевин представляют низкомолекулярные, ароматические карбоциклические и гетероциклические соединения, содержащие в качестве заместителей как электроноакцепторные, так и электронодонорные группы. Для упрощенной характеристики структурных параметров аналитов и оценки баланса гидрофильных и гидрофобных свойств использовали критерий гидрофобности Шатца *H*. Неоникотиноидные и пиретроидные пестициды с $H=1,1-3$ и триасульфурон с $H=8$ определяют как низкогидрофобные, что обуславливает хорошую растворимость в полярных растворителях. Такой тип структуры предопределяет использование обращенно-фазового варианта ВЭЖХ, в качестве неподвижной фазы возможно использование модифицированного силикагеля с привитой группой C18.

Экспериментальные исследования выполнены на жидкостном хроматографе «Миличром-5-3» со спектрофотометрическим детектором в УФ-области и колонкой 6-80-4 мм, содержащей силикагель зернением 5 мкм с привитыми октадецильными группами. Расход подвижной фазы 100 мкл/мин, объем вводимой пробы 2 мкл, режим элюирования изократический. Качественную идентификацию проводили по временам удерживания и спектральным отношениям S_x/S_{220} . Количественное определение осуществляли методом внешнего стандарта. Рассчитаны физико-химические параметры компонентов, изучены особенности зависимости удерживания соединений от природы и состава подвижной фазы.

Элюирующую силу регулировали изменяя содержание полярного органического растворителя (ацетонитрил, хлороформ, изопропанол, этанол). Сравнительная оценка по хроматографическим (k' , α , R_s , N , H' , A_s) и метрологическим характеристикам позволила выбрать оптимальные системы: для разделения неоникотиноидов лучшей является система ацетонитрил/хлороформ с объемным соотношением 60:40 ($P'=5,12$), для разделения неоникотиноидов и пиретроидов – ацетонитрил/вода 70:30 ($P'=7,12$), а для триасульфурона лучшую эффективность определения обеспечивает чистый ацетонитрил ($P'=5,80$).

Установленный предел обнаружения для каждого компонента указывает на возможность детекции на максимально допустимом уровне. Правильность определения неоникотиноидов и пиретроидов подтверждена методом «введено-найдено». Методики определения неоникотиноидов и пиретроидов апробированы при анализе огурцов, томатов и картофеля; триасульфурона – при анализе овса, ржи, пшеницы. Методики характеризуются хорошей воспроизводимостью ($s_r=0,02-0,08$) и правильностью.

НОВЫЙ СПОСОБ ПРОБОПОДГОТОВКИ НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ ПОЧВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ

А.В. Соин, Е.Ю. Савонина, Т.А. Марютина

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского РАН, 119991,
г. Москва, ул Косыгина, д. 19, sey_226@rambler.ru

Для контроля содержания нефтепродуктов (НП) в почвах и донных отложениях разработан ряд стандартных методик. 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. Последнее обстоятельство дает возможность объективно оценить опасность нефтяного загрязнения, выявить источник загрязнения (определить тип НП). Лимитирующей стадией при определении НП в почвах является пробоподготовка. Для выделения нефтепродуктов из почв обычно используют экстракцию органическими растворителями (гексан, ацетонитрил, хлороформ, четыреххлористый углерод и др.) с использованием многоступенчатой экстракции в аппарате Сокслета или статическом встряхивании в шейкере. Общими недостатками этих методов является большой расход органических растворителей, длительность эксперимента и необходимость трудоемкой очистки экстракта перед его анализом инструментальными методами.

Применение вращающихся спиральных колонок (ВСК) для экстрагирования нефтепродуктов из почв является весьма перспективным способом пробоподготовки, позволяющим избежать большинства вышеперечисленных проблем.

Измельченный образец почвы удерживается в колонке в виде водной суспензии (неподвижная фаза) под действием центробежных сил при непрерывном прокачивании органического экстрагента (подвижная фаза). На примере модельного загрязненного образца оптимизированы условия экстрагирования нефтепродуктов из почв с использованием различных растворителей. Выявлена зависимость степени извлечения НП из почв в зависимости от гидродинамических параметров работы ВСК (w и F). Использование в качестве подвижной фазы неполярных растворителей (например гексана) позволяет сократить объем использованного экстрагента по сравнению с полярными растворителями (ацетонитрил). Показано, что для извлечения НП из образца необходимо не более 10 мл растворителя, степень извлечения НП при этом остается на уровне традиционных методов экстрагирования.

Показана возможность соединения ВСК в режиме on-line с проточными детекторами для разработки комбинированного метода анализа нефтезагрязненных почв.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант №09-03-00757)

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АКТИНОМИЦЕТОВ В ДИАГНОСТИКЕ СОСТОЯНИЯ ПОЧВ

Е.С. Соловьёва, И.Г. Широких, Т.Я. Ашихмина

Лаборатория биомониторинга Института биологии Коми НЦ УрО РАН и ВятГГУ,
610002, г. Киров, ул. Свободы, 122

Микробная почвенная система в целом является интегральным показателем экологического состояния почвы. Характеризовать эту систему можно различными методами, среди которых особое место занимают методы оценки по структуре микробного комплекса. Использовать для этой цели почвенные актиномицеты наиболее целесообразно, в связи с более простой идентификацией данных микроорганизмов по сравнению с другими бактериями (по культуральным и морфологическим признакам). Формирование комплексов почвенных актиномицетов тесно связано с происхождением и свойствами почв и биогеоценозов в целом. Экологические характеристики актиномицетного комплекса могут быть использованы для решения задач микробиологической диагностики антропогенных изменений экосистем.

Цель нашей работы – сравнительная характеристика структуры комплексов актиномицетов, выделяемых из городских почв с различной степенью транспортной нагрузки.

Объектами исследования служили образцы почв, отобранные в местах с высокой и низкой (рекреация) транспортной нагрузкой. Содержание подвижной формы свинца в почвах определяли на атомно-абсорбционном спектрометре. Значения рН солевой вытяжки измеряли потенциометрически на рН-метре. Численность актиномицетов определяли методом посева на агаризованные среды. Структуру комплексов актиномицетов характеризовали на среде с пропионатом натрия и казеин-глицериновом агаре (КГА). Колонии актиномицетов учитывали, дифференцируя их по культуральным и морфологическим признакам.

При посеве на КГА почвенных образцов, взятых из точек, находящихся в зоне транспортного загрязнения (Pb 3,9-36,5 мкг/г, рН 6,4-7,5), численность актиномицетов изменялась в среднем от 90 тыс. до 358 тыс. колониеобразующих единиц (КОЕ) в 1 грамме почвы. В почвах рекреации (Pb 0-1,6 мкг/г, рН 4,9-5,2) эта величина составила около 120 тыс. КОЕ/г. Численность и доля актиномицетов от общего числа микроорганизмов, вырастающих на КГА, была тем больше, чем меньше содержалось свинца в образцах. Комплекс актиномицетов, учитываемых на среде с пропионатом натрия, был представлен родами *Streptomyces*, *Micromonospora*, *Streptosporangium* и олигоспоровыми актиномицетами. В почвах, отобранных в точках с высокой транспортной нагрузкой, по сравнению с рекреацией, родовой состав актиномицетов был более разнообразным. С увеличением количества свинца в образцах возрастала доля представителей рода *Micromonospora* (с 2,5 до 14,5%) и *Streptosporangium* (до 3,25%). В отличие от рекреации, в образцах зоны транспортной нагрузки появлялись представители олигоспоровых актиномицетов (до 4%). При увеличении транспортной нагрузки на почву существенно изменялась видовая представленность рода *Streptomyces*. Во всех образцах были отмечены представители видов секций *Albus*, *Cinereus*, *Helvolo-flavus*, *Roseus* и *Imperfectus*. Наблюдались перестройки в количественном соотношении видов различных секций стрептомицетов, при сравнении проб почв, взятых из точек с высокой транспортной нагрузкой с почвами рекреации.

Все эти процессы могут быть связаны с накоплением свинца и изменением рН почвы, что в свою очередь может являться следствием увеличивающейся транспортной нагрузки. Это дает основание считать, что родовая и видовая структура комплексов почвенных актиномицетов обладает потенциалом биодиагностической значимости в отношении изменений, вызываемых в почвах урбаногенными факторами – накоплением свинца и изменением рН почвы.

МОНИТОРИНГ ДЕЛЬТЫ Р. СЕЛЕНГИ – ГЛАВНОГО ПРИТОКА БАЙКАЛА

*Л.М. Сороковикова, И.В. Томберг, В.Н. Синюкович, Г.И. Поповская,
Н.В. Башенхаева, А.К. Тулохонов*

Лимнологический институт СО РАН, 664033, а/я 278, С

Экосистема дельты р. Селенги представляет собой переходную область между двумя граничащими экосистемами – реки и озера. Дельта занимает обширную территорию площадью до 1120 км² и, помимо многочисленных протоков, включает озера, старицы, создающих сложную гидрографическую систему.

Мониторинг состояния водных объектов дельты р. Селенги выполняется на постоянной основе авторами с 2001 г. Отбор проб воды на химический анализ и фитопланктона проводится в различные гидрологические фазы (зимняя межень, весеннее половодье, летняя и осенняя межень) на постоянных створах.

Регулярные исследования позволили выявить особенности функционирования экосистемы водных объектов дельты при разных условиях водности. Установлено, что в протоках с высоким водообменном внутригодовая и межгодовая динамика биогенных элементов и фитопланктона близка к таковой в воде р. Селенги (до дельты). В этих протоках выявлена высокая корреляционная связь между изменением концентраций NO₃⁻ и PO₄⁻³ с биомассой фитопланктона (коэффициент корреляции равнялся –0,84 и –0,61 соответственно). Впервые показано, что в малых протоках формирование химического состава и развитие фитопланктона в зимний период коренным образом отличается от таковых в воде р. Селенги и крупных протоков. В них наблюдалось интенсивное развитие золотистых (*Chrysococcus biporus* и *Dinobryon cylindricum*) и криптофитовых (*Cryptomonas ovata*) водорослей, не характерных для реки. Здесь также отмечены повышенные концентрации NH₄⁺, Р_{орг}, С_{орг}, что не регистрировалось в селенгинских водах зимой. Установлено, что в условиях низкой водности численность и биомасса фитопланктона в протоках могут достигать величин, характерных для евтрофных и гиперевтрофных водоемов. Самым экстремальным в развитии фитопланктона был июнь 2003 г., когда численность фитопланктона повышалась до максимальных величин за весь период наблюдений (с 1958 г.) и достигала 14-50 млн. кл/л, а биомасса – 10-37 г/м³. При повышении водности и содержания в воде взвешенных веществ численность и биомасса фитопланктона понижались. Во время паводка в июле 2006 г. численность фитопланктона не превышала 140 тыс. кл/л, а биомасса колебалась от 70 до 130 мг/м³. В составе водорослей преобладали бентосные диатомовые водоросли и почти полностью прекратили развитие мелкие центрические диатомовые из рода *Cyclotella* и *Stephanodiscus*.

Озера дельты различаются по морфометрическим характеристикам и условиям водообмена с рекой. Они мелководны, с максимальными глубинами 2-4 м. Часть озер сообщается с рекой через протоки, другие расположены на островах – их питание осуществляется только за счет атмосферных осадков и подземных вод. В прирусловых озерах абсолютные концентрации ингредиентов и их внутригодовая динамика близки к таковым в воде протоков. Островные озера, изолированные от реки, отличаются резкими изменениями концентраций растворенного кислорода и биогенных элементов в течение года. В весенне-летний период наблюдается пересыщение воды кислородом и дефицит биогенных элементов, зимой – дефицит кислорода и повышенное содержание аммонийного азота, органических веществ. В озерах периодически регистрируется сероводород.

Данные по химическому составу воды р. Селенги и проток ее дельты оформлены в виде базы данных и размещены на сайте ЛИИ СО РАН.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СУБКРИТИЧЕСКОЙ ВОДЫ ДЛЯ ДЕСОРБЦИИ ФЕНОЛОВ С ОБРАЩЕННО-ФАЗНЫХ СОРБЕНТОВ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ПРОТОЧНОГО СОРБЦИОННО-ВЭЖХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

М.А. Статкус, А.С. Сохраняева, Г.И.Цизин, Ю.А. Золотов

Химический факультет Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова. 119991, г. Москва, Ленинские горы, дом 1, строение 3, ГСП-1.
e-mail: mstatkus@gmail.com

Чувствительность и селективность ВЭЖХ анализа может быть улучшена за счет создания гибридных проточных методов анализа, включающих стадии сорбционного концентрирования. Разработка таких методов расширяет круг решаемых задач по сравнению с прямым ВЭЖХ определением. Однако увеличение чувствительности за счет сорбционного концентрирования нередко приводит к увеличению ширины пиков на хроматограмме и ухудшению разрешения за счет различного удерживания аналитов на колонках для разделения и концентрирования.

Предложен подход, позволяющий повысить эффективность сочетания сорбционного концентрирования и ВЭЖХ определения за счет использования так называемой субкритической воды (нагретой свыше 100°C под давлением в 30-50 атмосфер) в качестве десорбирующего раствора. После проведения десорбции водный концентрат охлаждают и подают в ВЭЖХ колонку, при этом происходит фокусирование определяемых веществ в виде узкой зоны в начале хроматографической колонки.

Предложенный подход использован для разработки методики определения фенола и его производных в водах, включающей концентрирование на различных обращенно-фазных сорбентах, десорбцию субкритической водой в динамическом режиме при температурах $100\text{-}250^{\circ}\text{C}$ и давлениях 30-60 атмосфер, фокусирование на начальном участке ВЭЖХ колонки с октадецилсиликагелем, градиентное элюирование с использованием смеси ацетонитрил-вода и спектрофотометрическое детектирование.

Выбраны условия количественной десорбции концентрируемых веществ с помощью субкритической воды: минимальный необходимый объем (3-5 мл) и скорость пропускания воды (0.5 мл/мин), температура десорбции ($200\text{-}250^{\circ}\text{C}$), время предварительного разогрева колонки для концентрирования (10 минут). Показано, что в выбранных условиях ширина зоны концентрата в потоке после десорбции субкритической водой незначительно отличается от ширины зоны концентрата при десорбции ацетонитрилом. Изучено фокусирование определяемых веществ на начальном участке хроматографической колонки: не наблюдали уширения пиков на хроматограмме при пропускании до 5 мл полученного водного концентрата.

Изучена устойчивость ряда обращенно-фазных сорбентов при повышенных температурах в среде субкритической воды. Установлено, что сорбенты на основе полистирола (MN-200, LPS HMN-1000) начинают разрушаться при температурах выше 150°C , сорбенты на основе углерода (углеродные нанотрубки, графитированный пористый углерод Nurcarb) не разрушаются при температурах до 200°C .

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛОВ В ПРИРОДНЫХ И ПИТЬЕВЫХ ВОДАХ КРАСНОЯРСКОГО РЕГИОНА МЕТОДАМИ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ И КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

В.В. Сурсякова¹, Г.В. Бурмакина^{1,2}, А.И. Рубайло^{1,2}

¹Учреждение Российской академии наук Институт химии и химической технологии
СО РАН, 660049, г. Красноярск, ул. К. Маркса, д. 42,

²Сибирский федеральный университет, 660041, г. Красноярск, пр. Свободный, д. 79

Для реки Енисей фенолы являются одними из основных загрязняющих веществ. По данным Федеральной службы по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды за последние пять лет в воде бассейна реки Енисей ежегодно наблюдается превышение предельно допустимых концентраций (ПДК) фенолов; в 2005 и 2006 г содержание фенолов превысило 10 ПДК (<http://www.meteorf.ru/>; <http://downloads.igce.ru/publications/reviews>).

Наиболее распространенная в России методика оценки содержания фенолов в воде основана на определении фенольного индекса (фотометрическое определение суммарного содержания фенолов по реакции с 4-аминоантипирином). В тоже время ПДК для различных фенолов различаются на несколько порядков, и при фенольном индексе ниже ПДК, может быть превышено ПДК по отдельным фенолам. Кроме того, при определении фенольного индекса, паразамещенные фенолы, такие как п-крезол, 2,4,6 – трихлорфенол и другие, не дают вклад в общее содержание. В мировой практике проводят определение содержания индивидуальных органических соединений, которое для соединений с низкими значениями ПДК, как правило, включает две стадии [1, 2]: стадию концентрирования и/или дериватизации с целью увеличения чувствительности определения и собственно само определение, для которого используют методы, способные разделять и определять целые классы соединений в анализируемой пробе. Это метод газовой хроматографии (ГХ) и высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), наиболее информативные в сочетании с масс-спектрометрическим (МС) детектированием. В последние годы все шире используется сравнительно новый метод - капиллярный электрофорез (КЭ) [3].

Нами разработаны методики определения фенолов методами капиллярного электрофореза и высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием для концентрирования жидкостно-жидкостной или твердофазной экстракции. Несмотря на то, что методика определения фенолов методом КЭ по сравнению с методикой ВЭЖХ обладает несколько меньшей чувствительностью, метод КЭ более экономичен в плане расходных материалов и позволяет определять фенолы при их содержании на уровне 0,5 ПДК. Разработанные методики использованы для определения фенола и его производных в природных и питьевых водах Красноярского региона.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы», Госконтракт 16.512.11.2131 и РФФИ_Сибирь 11-05-98025.

Литература

1. Dean J.R. Methods for environmental trace analysis. Wiley, 2003. 259 p.
2. Другов Ю.С., Родин А.А. Пробоподготовка в экологическом анализе. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 855 с.
3. Handbook of capillary and microchip electrophoresis and associated techniques /Ed. By J.P.Landers. CRS Press, 2008. P. 1598.

МОНИТОРИНГ КОМПОНЕНТОВ ТРОФИЧЕСКОГО СТАТУСА В ОЗ.БАЙКАЛ

Е.Н. Тарасова, А.А. Мамонтов, Е.А. Мамонтова

ГУ РАН Института геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, 664033, Россия,
г. Иркутск, ул. Фаворского, 1А

Компоненты трофического статуса - взвешенное вещество, кремний, хлорофилл-а, азот (аммонийный, нитритный, нитратный и органический) и фосфор (минеральный и органический) - определяют степень трофии водоемов (Винберг, 1961; Vollenweider, 1968; Vollenweider, Dillon, 1974).

В водах Байкала, его притоках и атмосферных осадках систематическое исследование углерода, кремния, минеральных форм азота и фосфора проводилось с 1947г. (Вотинцев, 1961; Вотинцев, Глазунов, Толмачева, 1965). С 1964г. исследования органического вещества и биогенных элементов расширились и проводились во взвешенных и растворенных формах с одновременным определением суммарного взвешенного вещества, хлорофилл-а, органического азота и фосфора (Тарасова, 1975; Тарасова, Мещерякова, 1992).

Цель данного сообщения показать на примере многолетних исследований компонентов трофического статуса в пелагиали озера Байкал не только тренд их изменений, но и возможность прогнозировать состояние водных экосистем как с точки зрения эвтрофирования, так загрязнения их вод.

Для изучения этих задач в водных экосистемах озеро Байкал является прекрасным модельным объектом. Этому способствует его уникальность (глубина, высокое содержание кислорода до дна, весеннее развитие почти чистых диатомовых водорослей в пелагиали озера, уникальное биоразнообразие и др.); население на берегах озера малочисленно; промышленность развита слабо: фактически только целлюлозно-бумажный комбинат, расположенный на берегу Байкала в г. Байкальске (БЦБК), на главном притоке Байкала – Селенге работает целлюлозно-картонный комбинат (СЦКК); и, наконец, хорошая комплексная изученность экосистемы с 50-х гг.

Многолетние систематические (раз в месяц) исследования хлорофилла-а, органического вещества и биогенных элементов в толще вод Байкала в разные периоды антропогенного воздействия и в годы массового развития эндемичных водорослей (исследуемый период характеризовался высоким весенним урожаем перидины (1965), *Aulacoseira baicalensis* (1968), *Synedra acus* (1969), *Nitzschia acicularis* (1984,1987), цианобактерий (2004)); анализ изменчивости атомных стехиометрических величин отношений С:N:P (в пелагиали озера Байкал эти величины во взвеси изменялись от 200:16:1 в 1983-1984 гг., 107:31:1 в 1986-1988 гг. до 79:31:1 в 2004-2005 гг.); зависимость содержания биогенных элементов зимой с весенней концентрацией хлорофилла-а позволили предсказать нахождение токсикантов в водах озера, развитие того или иного вида фитопланктона (развитие эндемичной байкальской водоросли *Aulacoseira baicalensis* возможно при отношении Si : P больше 90 в зимнее время, при Si : P равным или менее 70 развивается *Synedra acus*, при промежуточном отношении Si : P = 70-90 возможно совместное развитие указанных выше водорослей) и, наконец, повышения уровня трофического статуса озера.

В настоящее время достаточно полно исследовано и найдено высокое содержание диоксинов и родственных соединений в биоте Байкала, которое уже опасно не только для экосистемы озера, но и для людей, потребляющих в пищу байкальскую рыбу (Мамонтов, 2001; Мамонтова, 2001).

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 04-05-64870, РФФИ-ГФЕН № 07-05-92116, РФФИ № № 10-05-00663, 07-05-00697, 10-05-93173-Монг а.

ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ ВОД АНГАРСКОЙ АКВАТОРИИ УСТЬ-ИЛИМСКОГО ВОДОХРАНИЛИЩА

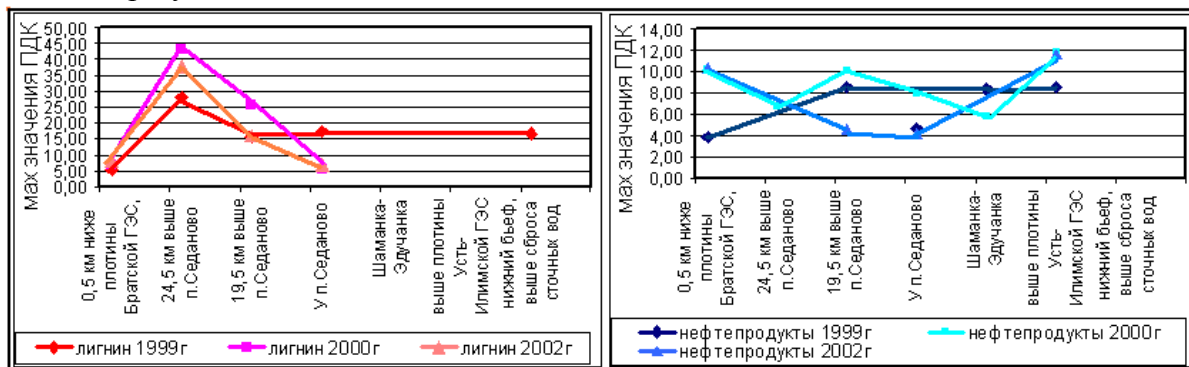
Т.А. Таушыкова

Институт земной коры СО РАН, г. Иркутск: ул. Лермонтова, 128,
tta1964@mail.ru

Антропогенное воздействие на природную среду вызывается жизнедеятельностью самого человека, проявляясь разными формами результатов его деятельности, которые загрязняют эту среду, нанося вред и ухудшая ее экологическое состояние.

Усть-Илимское водохранилище располагается в северо-западной части Иркутской области и является третьей энергетической ступенью Ангарского каскада ГЭС. Принадлежит к крупнейшим и глубоководным водохранилищам мира.

В тезисах рассматривается загрязнение ангарской акватории Усть-Илимского водохранилища под воздействием усиливающегося антропогенеза территории. Работа выполнена на основе анализа материалов Государственных докладов «О состоянии окружающей природной среды Иркутской области» [1, 2, 3] за период 1999-2002 гг по некоторым загрязняющим веществам (ЗВ), которые поступают в водоем в результате хозяйственной деятельности человека.



Графики выше приведенных рисунков свидетельствуют о мах объемах некоторых ЗВ, сбрасываемых в водоем выше пос. Седаново в течение ряда лет. При этом, разовые сбросы по сероводороду и сульфидам в 1999 г достигали невообразимых, но зафиксированных наблюдениями значений – 2000 ПДК, в 2000 и 2002 гг – в пределах 1000 ПДК [1, 2, 3]!

Таким образом, введение в эксплуатацию одного из крупнейших комплексов целлюлозно-бумажной промышленности Сибири (ОАО «Братсккомплексхолдинг») в сочетании со сбросом бытовых вод г. Братска способствует постоянному и существенному загрязнению Усть-Илимского водохранилища. В сложившейся ситуации участок водоема от зал. р. Вихоревой до пос. Седаново включены в Приоритетный перечень наиболее загрязненных водных объектов страны, по которым необходимо проведение неотложных водоохраных мероприятий.

При этом такая загрязненная вода протекает мимо расположенных ниже населенных пунктов, жители которых потребляют в пищу воду и рыбу с данного водоема.

Литература:

1. Государственный доклад «О состоянии окружающей природной среды Иркутской области в 1999 г». – Иркутск, 2000. – 320 с.
2. Государственный доклад «О состоянии окружающей природной среды Иркутской области в 2000 г». – Иркутск, 2001. – 384 с.
3. Государственный доклад «О состоянии окружающей природной среды Иркутской области в 2002 г». – Иркутск, 2004. – 328 с.

СПОСОБЫ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ФОРМ ЖЕЛЕЗА ИЗ ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ

К.В. Титова, Н.М. Кокрятская

Институт экологических проблем Севера УрО РАН, 163061, г. Архангельск,
наб. Северной Двины, д. 23

Железо – один из ключевых элементов круговорота вещества в водных экосистемах. Это наиболее распространенный в природной среде металл (кларк его в земной коре равен 4.65), который играет важную роль в окислительно-восстановительных процессах, процессах трансформации и перераспределения органических и минеральных соединений в водоемах.

Соединения железа аккумулируются на дне водных объектов. Дальнейшая их судьба в анаэробных условиях донных отложений (ДО) в значительной степени зависит от формы нахождения, соотношения аморфного и кристаллического железа.

Поступают на дно водоемов соединения железа в виде кластического (обломочного) материала, разнообразных коллоидных взвесей и железо - органических комплексов. Среди форм нахождения железа в твердой фазе часто принято выделять помимо общего железа, его минеральные формы (кристаллические, аморфные), органические и остаточные (неизвлекаемые).

В настоящее время наиболее распространены химические методы определения содержания форм железа в ДО, а именно – извлечение соединений железа различными вытяжками, методики которых были позаимствованы у почвоведов. При этом возникают проблемы селективности экстрактанта.

Исследователи, считающие достаточным для своих целей определение минеральных соединений железа, используют параллельные (или последовательные) вытяжки – оксалатную и дитионитную или цитрат-дитионит-бикарбонатную (СДВ или ЦДБ). Первая вытяжка извлекает из донных отложений преимущественно аморфное железо (оксиды железа, покрывающие поверхности минеральных частиц (силикаты), аморфный сульфид FeS (гидротроилит) и гель гидроксида Fe(III)) и частично слабокристаллизованные гидроксиды (типа лимонита), а также магнетит и гематит; вторая – сумму аморфных и кристаллических – из глинистых и силикатных минералов (хлорит, нонтронит, глауконит, гранат); сульфиды (гидротроилит, грейгит, макинавит); гидроксиды (гегит); карбонаты (сидерит); фосфаты (графтонит, штрэнгит) (Водяницкий, 2010).

Добавление к двум предыдущим пирофосфатной вытяжки позволяет определять органические формы нахождения железа в ДО за счёт комплексобразования с пирофосфатом.

Некоторые исследователи используют схему последовательных экстракций А. Тессьера. Она позволяет выделить обменную, кислоторастворимую (карбонатную), ассоциированную с органическим веществом и серой и остаточную (ассоциированную с силикатами) фракции (Мартынова, 2010).

По применяемой нами методике, разработанной в Институте океанологии РАН, используют для извлечения 3.5 N H₂SO₄. При такой обработке в раствор переходит железо карбонатов, силикатов, сульфидов и гидроксидов, т.е. реакционноспособная (легкоподвижная) часть железа твердой фазы, которая участвует в перераспределении форм элемента в ДО и способна в определенных физико-химических условиях либо к полному растворению, либо к переходу в более растворимые формы (Розанов, 1980).

Таким образом, сравнивая различные применяемые в настоящее время способы извлечения железа из донных отложений, можно сделать вывод, что используемая нами методика экстракции 3.5 N серной кислотой сопоставима по формам извлекаемого железа с использованием оксалатной вытяжки и ЦДБ. Преимущество же ее заключается в возможности раздельного определения железа различных степеней окисления.

ВЛИЯНИЕ ПОЛНОТЫ КИСЛОТНОГО РАЗЛОЖЕНИЯ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

*Е.С. Тороченова, Л.Ю. Мартынов, Д.В. Пряжников, М.Л. Гецина,
Н.В. Корсакова И.В. Кубракова*

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

Определение следовых количеств элементов в органических материалах связано с необходимостью удаления органической матрицы путем ее окисления. Часто для этого используют окисление азотной кислотой в закрытых сосудах, что позволяет исключить потери элементов в виде летучих соединений с продуктами окисления. При этом в растворе обычно остаются органические вещества, которые образуют соединения с определяемыми элементами, влияют на вязкость, поверхностное натяжение и окислительно-восстановительные свойства получаемых растворов, что может сказываться на результатах определения аналитов электрохимическими, атомно-абсорбционными, спектрофотометрическими и др. методами.

Данная работа посвящена изучению влияния условий микроволновой минерализации проб растительных материалов азотной кислотой на состав получаемых растворов и последующее определение тяжелых металлов различными методами.

В работе использовали микроволновую систему для разложения MARSXpress (SEM Corp., USA) с сосудах XP-1500Plus, высокоэффективный жидкостной хроматограф LC-20A (Shimadzu Corp., Japan), атомно-абсорбционный спектрометр с электротермической атомизацией SOLAAR MQZ (Thermo Electron Corp., UK) и спектрофотометр UV-1800 (Shimadzu Corp., Japan).

На примере окисления модельных соединений и природных растительных объектов растворами азотной кислоты изучена зависимость состава получаемых растворов от температуры. Методом ВЭЖХ исследована кинетика окисления динитробензойных кислот как наиболее устойчивых промежуточных продуктов окисления растительных белков, а также оценено количество органических веществ в растворе после разложения различных природных материалов растительного происхождения. Показано, что наибольшее влияние на эффективность окисления оказывает повышение температуры реакционной смеси до 220-260 °С и увеличение концентрации HNO₃. Продолжительность нагрева (20-40 мин) и объем кислоты (3-10 мл) сказываются на составе получаемого раствора незначительно.

Оценено влияние остаточных органических веществ на метрологические характеристики определения As, Cd, и Pb методами ЭТААС и АЭС-ИСП. На основании полученных результатов выбраны условия разложения растительных материалов, оптимальные для атомно-спектрометрических методов. Влияние остающихся в растворе после разложения органических веществ на спектрофотометрическое определение исследовано примере определения Cu с пикрамин-эпсилон. Показано, что химические взаимодействия в растворе оказывают наибольшее влияние при использовании методов, основанных на комплексообразовании. В этом случае необходимо наиболее полное разрушение органической матрицы образцов.

Выбраны условия микроволновой подготовки, обеспечивающие определение микрокомпонентов растительных материалов в диапазоне содержаний 0,00n-n мкг/г. Метрологические характеристики подтверждены методом добавок и анализом стандартных образцов состава материалов растительного происхождения (SRM 1515, SRM 1547 и ГСО 8243-2003 ВМл-01).

ХЛОРФЕНОЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ В ДОННЫХ ОСАДКАХ ОЗЕР КЕНОЗЕРСКОГО НАЦИОНАЛЬНОГО ПАРКА

А.Ф. Троянская, Е.С. Колпакова, И.А. Никитина, Т.А. Королёва
Институт экологических проблем Севера УрО РАН,
163000, г. Архангельск, наб. Северной Двины, 23, labecoarh@iepn.ru

В условиях развитого лесопромышленного комплекса на урбанизированных северных территориях к специфическим источникам загрязнения окружающей среды хлорфенольными соединениями (ХФС) относится производство белой целлюлозы, применение в прошлом хлорфенольных биоцидов, а также антропогенные и абиогенные процессы сжигания/горения (Рубцова и др., 2010). ХФС, обладающие высокой липофильностью, способностью к переносу на большие расстояния водными и воздушными потоками, накапливаются в природных матрицах, подвергаясь трансформации, а также образуются в результате естественного энзиматического продуцирования (Gribble, 2004).

В данной работе рассмотрены малые озера Пежихерье, Масельгское, Вильно и Саргозеро, расположенные на территории Кенозерского национального парка (КНП) в Каргопольском районе Архангельской области. Территория находится вдали от автомобильных и железнодорожных магистралей в отсутствие прямого антропогенного воздействия в прошлом и настоящем.

Образцы донных осадков озёр КНП, отличающихся по площади водосбора, были отобраны в ходе экспедиционных работ в 2009 году. Хлорированные фенольные соединения выделены из образцов донных осадков методом проточной экстракции горячей смесью гексан-ацетон с последующей обработкой гидроксидом натрия, дериватизированы уксусным ангидридом и определены в виде ацетильных производных на газовом хроматографе с детектором электронного захвата, капиллярной кварцевой колонкой с неподвижной силиконовой фазой SE-30. Для идентификации и количественного определения целевых ХФС использовали аттестованные стандартные образцы хлорфенолов и их производных. Предел обнаружения определяемых соединений – 0,001 мкг/г воздушно-сухого осадка.

Во всех образцах донных осадков маловодных и малопроточных озёр обнаружен высокий уровень ХФ в диапазоне концентраций от 0,004 до 0,129 мкг/г, сравнимый с уровнем этих соединений в донных осадках в бассейнах северных рек в условиях промышленно-урбанизированных территорий. Выявлен широкий спектр ХФ, среди которых по частоте встречаемости доминировали пентахлорфенол и 2,3,4,6-ТеХФ. При равномерном распределении и низких концентрациях пентахлорфенола в осадках озёр (от 0,001 до 0,003 мкг/г) содержание 2,3,4,6-ТеХФ варьировало от 0,001 до 0,032 мкг/г с максимальным уровнем 0,012, 0,016 и 0,032 мкг/г в осадках практически бессточного Саргозера. Концентрации других высокохлорированных фенолов 2,3,5,6-ТеХФ, 2,3,4-, 2,3,5-, 2,4,6-ТХФ, не превышали 0,003 мкг/г. В общем содержании ХФ преобладали низкохлорированные соединения (60 %) при доминировании 2-ХФ и 2,3-ДХФ.

Выявленный широкий спектр и специфический профиль ХФ в донных осадках исследованных озёр позволяют предполагать, что формирование уровней и состава хлорфенольных соединений в исследованных озерах происходит под влиянием атмосферного переноса, а также биохимических и естественных энзиматических процессов.

ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ МАКРО-ИОНОВ ПРИРОДНЫХ ВОД НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА

Л.В. Трубачева¹, С.Ю. Лоханина¹, А.В. Трубачев², А.Н. Леонтьева¹

¹ГОУ ВПО «Удмуртский государственный университет»,
426034, г. Ижевск, ул. Университетская, 1

²Учреждение Российской академии наук Институт прикладной механики Уральского отделения РАН, 426067, г. Ижевск, ул. Т.Барамзиной, 34

Аналитические лаборатории при проведении внутрилабораторного контроля качества выполнения измерений используют образцы для контроля (далее ОК), которые по своим химическим и физическим свойствам должны быть как можно ближе к анализируемому объекту. Согласно Р 50.2.011-2005 [1] «образец для контроля» - это вещество (материал) с установленными путем аттестации значениями одной или нескольких величин, характеризующих состав или свойства этого вещества (материала), предназначенное для контроля точности результатов испытаний близких по составу или свойств веществ (материалов). Чтобы ОК моделировал объект испытания, необходимо создание его на матрице, аналогичной анализируемому объекту. При проведении внутрилабораторного контроля качества результатов измерений аналитическим лабораториям желательно применять многокомпонентные образцы, которые позволяют проверить не только стабильность градуировочных характеристик, но и правильность этапа пробоподготовки и всех этапов реализации методики выполнения измерений.

В представленной работе описано создание образца-имитатора состава природных вод на основе смеси чистых химических веществ, а также процедура его метрологической аттестации. В состав образца-имитатора входят ионы марганца на уровне, близком к значению ПДК, и неорганические ионы с высокими концентрациями, которые составляют основную часть сухого остатка природных вод (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} , Na^+ , K^+ , PO_4^{3-} , Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^-). Образец представляет собой мелкодисперсный порошковый многокомпонентный материал.

В ходе проведенного эксперимента получены результаты количественных измерений ионов, входящих в состав образца-имитатора сухого остатка природной воды, в соответствии с методиками измерений, допущенными к применению в установленном порядке. Определение содержания ионов марганца проводили в соответствии с ПНД Ф 14.1:2.61-96 [2] с устранением мешающего влияния ионов матрицы. Аттестованное значение содержания ионов марганца получали двумя методами - по процедуре приготовления и по методу добавок, которые дали хорошо воспроизводимые результаты. Наряду с этой величиной, получены и другие метрологические характеристики ОК – погрешность аттестованных значений показателей качества, погрешность от неоднородности образца и его стабильность. Статистический эксперимент и расчеты проводились в соответствии с [3].

Литература

1. Р 50.2.011-2005 ГСИ. Проверка аккредитованных испытательных лабораторий пищевых продуктов и продовольственного сырья на качество проведения испытаний. –М. : Стандартинформ, 2005. –32 с.
2. ПНД Ф 14.1:2.61-96 КХА. МВИ массовой концентрации марганца в природных и сточных водах фотометрическим методом с применением персульфата аммония. –М., 2004. –18 с.
3. Р 50.2.058-2007 ГСИ. Оценивание неопределенностей аттестованных значений стандартных образцов. –М. : Стандартинформ, 2008. –29 с.

ПОДТВЕРЖДЕНИЕ ТЕХНИЧЕСКОЙ КОМПЕТЕНТНОСТИ ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИМИ ЛАБОРАТОРИЯМИ ПРИ УЧАСТИИ В МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЯХ

Л.В.Трубачева¹, С.Ю.Лоханина¹, А.В.Трубачев²

¹ГОУ ВПО «Удмуртский государственный университет»,
426034, г. Ижевск, ул. Университетская, 1;

²Учреждение Российской Академии наук Институт прикладной механики
Уральского отделения РАН, 426067, г. Ижевск, ул. Т.Барамзиной, 34

В последние десятилетия возросли требования к технической компетентности лабораторий, регламентированные различными документами, например, серии ИСО 9000 [1 – 3] и международным стандартом ИСО/МЭК 17025-2005 [4, 5]. Известно, что важнейшей задачей аналитических лабораторий (АЛ) является получение достоверных результатов. Лаборатория должна гарантировать качественное проведение испытаний, т.е. располагать процедурами демонстрации своей способности стабильно получать результаты испытаний с требуемой точностью [6]. Наиболее действенной формой подтверждения АЛ качества результатов измерений является участие в межлабораторных сравнительных испытаниях (МСИ). Проверка квалификации испытательной лаборатории посредством МСИ является средством повышения качества результатов испытаний, одной из форм управления качеством результатов испытаний, подтверждением технической компетентности лаборатории при аккредитации и инспекционном контроле, процедурой контроля неопределенности результатов измерений, получаемых в лаборатории.

Кафедра неорганической и аналитической химии УдГУ является признанным координатором проведения МСИ (свидетельство № К01.019 Ростехрегулирования). Ежегодно с 2007 г. рабочая группа координатора проводит региональные межлабораторные сравнительные испытания. В соответствии с планом рабочей группой в 2010 г. было организовано проведение МСИ среди экоаналитических лабораторий Удмуртской Республики, в ходе которых они имели возможность подтвердить свою техническую компетентность при определении таких показателей качества воды, как величина общей жесткости, значение цветности, массовая концентрация ионов кальция, аммония, фосфат-, хлорид-, сульфат-, фторид-, нитрат-ионов, массовая концентрация железа общего, сухого остатка, поверхностно-активных веществ, нефтепродуктов, массовая концентрация некоторых металлов (цинк, марганец, никель, хром и алюминий). Качество полученных результатов устанавливалось с применением Z-индекса, который рассчитывался как для каждого контролируемого показателя в отдельности, так и для совокупности определяемых показателей.

Литература

1. ГОСТ Р ИСО 9000 Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь. –М. : Издательство стандартов, 2009. –25 с.
2. ГОСТ Р ИСО 9001 Системы менеджмента качества. Требования. –М. : Издательство стандартов, 2009. –28 с.
3. ГОСТ Р ИСО 9004 Системы менеджмента качества. Рекомендации по улучшению деятельности. –М. : Издательство стандартов, 2009. –37 с.
4. ИСО/МЭК 17025:2005 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. –М. : Стандартинформ, 2006. –28 с.
5. ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. –М. : Стандартинформ, 2007. –27 с.
6. Панева В.И. Роль МСИ в обеспечении качества аналитических измерений, используемых в области оценки соответствия // Стандартные образцы. 2009. №3. С.3 - 14.

МОНИТОРИНГ ЗАГРЯЗНЕНИЯ ТЕРРИТОРИИ ГОРОДА БЕНЗ(А)ПИРЕНОМ

Л.И. Трубникова

ГОУ ВПО Уфимский государственный Авиационный технический университет,
450000, г. Уфа-Центр, ул. К.Маркса, 12

Концентрация промышленных объектов и автотранспорта на территории города создает высокую плотность выбросов токсичных веществ. За счет тепловых утечек города представляют собой «острова тепла». Город Уфа расположен вдоль рек Белая и Уфа, как в низинных местах, так и на возвышенностях. Застройка города высотными зданиями также изменяет рельеф местности. Эти факторы приводят к образованию в городе мезомасштабной циркуляции воздуха, которая препятствует выносу примесей и способствует возникновению шапки примесей над городом. «Шапка загрязнений» существует над городом постоянно и разрушается только при сильном ветре, образуя при прохождении атмосферных фронтов, причем восстановление «шапки» происходит в течение 1-2 суток. При горении горючих веществ (650-900⁰С) и недостатке кислорода образуется бенз(а)пирен (БП), который проявляет высокую канцерогенную активность. Самоочищение атмосферного воздуха от стойких органических загрязнителей происходит при оседания загрязняющих веществ на почву, которая играет роль своеобразного «депо». Поэтому оценка уровня загрязнения почвы дает возможность получить общую картину техногенной нагрузки на город.

Целью данного исследования было проведение мониторинга почв г.Уфы на содержание БП.

При мониторинге были проанализированы пробы почвы на содержание БП, накопленного за зиму и лето в центре города и в микрорайонах «Старая Уфа», «Нижегородка» и «Сипайлово». Выявлено, что существует сезонное распределение содержания БП в почве. Летом почва вдоль автомагистралей, и в особенности на остановках транспорта практически не содержит БП – 0.003, 0.001, 0.002 мг/кг, тогда как внутри кварталов она оказалась загрязненной, соответственно – 0.047, 0.152, 0.009 мг/кг. Зимой наблюдается обратная зависимость: на остановках соответственно – 0.018, 0.112, 0.004 мг/кг, во дворах – 0.008, 0.004, 0.004 мг/кг. Видимо, в жаркое время года выбросы поднимаются с нагретым воздухом вверх, образуя смог, а ночью, при понижении температуры, оседают в замкнутых внутриквартальных пространствах. Зимой массоперенос воздуха менее интенсивный и выбросы сразу же оседают на почву вдоль дорог.

Среднегодовое содержание БП менее ПДК отмечено в Сипайлово – 0.005мг/кг, выше ПДК в Старой Уфе и в Нижегородке – 0.04мг/кг. Объяснить это можно сочетанным влиянием рельефа местности и «розы ветров». В районе Уфы дуют преимущественно южные и западные ветра. От восточных ветров западная часть республики защищена Уральскими горами. В микрорайоне «Нижегородка» расположены крупные предприятия, линия железной дороги и сосредоточены дома частного сектора с печным отоплением. Нижегородка находится в западной низинной части города, выбросы оседают над этим микрорайоном, так как с восточной стороны район ограничен возвышенностью. Микрорайон «Сипайлово» – «спальный район», расположенный в восточной низинной части города. Западные ветра не встречают препятствия с востока и рассеивают выбросы автотранспорта над просторами левого берега р.Уфы. Центр города загрязнен выбросами БП преимущественно за счет автотранспорта - 0,090 мг/кг.

Компетентные лица считают, что в Уфе достаточно иметь 4000 автобусов для перевозки пассажиров, вместо действующих 10000. Отсюда следует, что ликвидация маршрутных такси может оздоровить атмосферу города на 50-60%.

О ДОПОЛНИТЕЛЬНОМ ОБРАЗОВАНИИ ТРИГАЛОМЕТАНОВ ИЗ ГАЛОГЕНУКСУСНЫХ КИСЛОТ В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ

Е.В. Труханова¹, М.Ю. Воздаева¹, Л.И. Кантор¹, Е.А. Кантор²

¹МУП «Уфаводоканал», 450098, г.Уфа, ул. Российская, 157/2

²Уфимский государственный нефтяной технический университет, 450089, г.Уфа, ул. Космонавтов, 1

При постоянном росте антропогенной нагрузки на водоисточники повышаются требования к качеству питьевой воды, растет количество нормируемых показателей. Особую роль в формировании качества питьевой воды вносит водоподготовка, особо значимым этапом которой, с точки зрения профилактики эпидемиологических заболеваний, является обеззараживание. Наиболее широко используемым дезинфектантом на сегодняшний день остается молекулярный хлор. При хлорировании природных и сточных вод, содержащих органические вещества, образуются хлорсодержащие вещества, обладающие токсичным, мутагенным и канцерогенным действием. Из органических соединений основными побочными продуктами являются тригалогенметаны (ТГМ) и галогенуксусные кислоты (ГУК). ГУК относятся к классу карбоновых кислот, для которых характерен распад с образованием ТГМ. Таким образом, возможно образование дополнительного количества ТГМ, что может привести к превышению установленных уровней ПДК по тригалометанам в питьевой воде.

Для исследования образования тригалометанов из индивидуальных галогенуксусных кислот питьевую воду водопровода поверхностного типа (ПВ) добавляли три индивидуальные ГУК (трихлоруксусная кислота – ТХУК; дихлорбромуксусная кислота – ДХБУК; дибромхлоруксусная кислота – ДБХУК). Концентрации ГУК в воде составили 0,01 и 0,1 мг/дм³. Во всех образцах проб питьевой воды ПВ присутствуют 7 ГУК, хлороформ и бромдихлорметан. Пробы анализировали двумя методами: с использованием автоматизированной пробоподготовки в статическом режиме с термостатированием пробы в закрытых виалах при 80°C и 70°C с последующим анализом равновесного пара (АРП) методом ГХ-ЭЗД, и с использованием динамического метода концентрирования летучих компонентов пробы (метод Purge and Trap) при комнатной температуре с последующим анализом методом ГХ-ЭЗД.

Результаты экспериментов показали, что при анализе проб с добавками ГУК методом хроматографического анализа равновесного пара с термостатированием пробы при 80°C и 70°C ТХУК, ДХБУК и ДБХУК с концентрацией 0,01 мг/дм³ практически не дают ТГМ. При увеличении концентрации ГУК в образцах проб воды до 0,1 мг/дм³ ТХУК и ДХБУК не давали прироста содержания ТГМ. Лишь добавка ДБХУК привела к значительному росту содержания соответствующего ТГМ – дибромхлорметана.

Экспериментальные исследования проб воды с аналогичными добавками ГУК в отсутствие термостатирования при использовании метода динамического концентрирования (метод Purge and Trap) показали лишь незначительное образование тригалометанов.

Приведенные экспериментальные данные приобретают особую важность при выяснении причин увеличения содержания ТГМ в воде при использовании метода АРП. В этих случаях необходим сравнительный анализ полученных значений ТГМ с использованием метода Purge and Trap и обязательное определение содержания ГУК в воде.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЛОГЕНУКСУСНЫХ КИСЛОТ МЕТОДОМ РЕАКЦИОННОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Е.В. Труханова¹, Л.И. Кантор¹, Е.А. Кантор²

¹МУП «Уфаводоканал», 450098, г.Уфа, ул. Российская, 157/2

²Уфимский государственный нефтяной технический университет, 450089, г.Уфа, ул. Космонавтов, 1

Хлорирование природных вод, содержащих органические вещества, способствует образованию соединений, являющихся потенциально опасными для здоровья человека. К таким побочным продуктам дезинфекции воды хлором относятся и галогенуксусные кислоты (ГУК). Во многих странах введены нормативы на содержание ГУК в воде. С 1994г. Агентством по охране окружающей среды США (USEPA) ГУК включены в обязательный перечень соединений, контролируемых в питьевой воде. Суммарная предельно допустимая концентрация (ПДК) наиболее распространенных ГУК (моноклоруксусной, дихлоруксусной, трихлоруксусной, монобромуксусной, дибромуксусной и хлорбромуксусной кислот) согласно нормативам USEPA составляет 0,06 мг/дм³. Согласно требованиям ВОЗ, содержание дихлоруксусной кислоты в питьевой воде не должно превышать 0,05 мг/дм³, трихлоруксусной кислоты – 0,1 мг/дм³. В России СанПиН 2.1.4.1074-01 приводят ПДК только для моноклоруксусной (0,05 мг/дм³) и трихлоруксусной кислот (5,0 мг/дм³).

В настоящее время существует несколько методов определения ГУК в воде. Но более чувствительным является метод реакционной газовой хроматографии с электрозахватным детектором (ГХ-ЭЗД), позволяющий определять микроконцентрации ГУК в воде. В частности к таким методам относятся методы ЕРА 552.2 и 552.3, которые были положены в основу разработанной нами методики выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации 9 галогенуксусных кислот в питьевой воде, воде источников водоснабжения (МП УВК 1.100-2010). Данная методика прошла процедуру аттестации в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563 и внесена в Федеральный реестр МВИ с целью официального ее применения аккредитованными аналитическими лабораториями, контролирующими качество вод.

Метод применим для определения моноклоруксусной кислоты (МХУК), дихлоруксусной кислоты (ДХУК), монобромуксусной кислоты (МБУК), трибромуксусной кислоты (ТБУК) (диапазон измерений от 0,001 до 0,02 мг/дм³), бромхлоруксусной кислоты (БХУК), трихлоруксусной кислоты (ТХУК), дибромхлоруксусной кислоты (ДБХУК), дихлорбромуксусной кислоты (ДХБУК), дибромуксусной кислоты (ДБУК) (диапазон измерений от 0,001 до 0,01 мг/дм³).

В отличие от уже существующей методики, разработанной также на МУП «Уфаводоканал» (МП УВК 1.86-2008), где в основу положена двукратная жидкость-жидкостная экстракция ГУК, методика МП УВК 1.100-2010 основана на извлечении ГУК из пробы воды однократной жидкость-жидкостной экстракцией метил-трет-бутиловым эфиром (МТБЭ), переводе их в метиловые эфиры подкисленным метанолом и выполнении количественного определения метиловых эфиров галогенуксусных кислот газохроматографическим методом с электрозахватным детектором (ГХ-ЭЗД).

Таким образом, разработанные нами методики позволяют исследовать содержание ГУК в воде, как побочных продуктов ее хлорирования при осуществлении производственного экологического контроля качества питьевой воды предприятиями водоснабжения.

АХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОКСИЧНЫХ ВЕЩЕСТВ, МИГРИРУЮЩИХ ИЗ НАПОЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ В ОКРУЖАЮЩУЮ СРЕДУ

С.В. Усова¹, И.В. Падалко², В.С. Сальников²

¹Омский государственный университет им Ф.М. Достоевского, 644077, г. Омск,
Мира 55а

²НТФ «Сибирская технология», 644050, г. Омск, ул. Химиков, 25

Напольные покрытия на основе поливинилхлорида (ПВХ) широко применяются в строительстве, они относительно дешевы и соответствуют требуемым технологическим качествам. Однако в экологическом отношении ПВХ-покрытия небезопасны. Многие летучие органические соединения и пластификаторы, используемые при производстве таких покрытий, токсичны. В процессе эксплуатации покрытий эти токсиканты постепенно переходят в водную и воздушную среды, а затем и в организм человека. Некоторые токсиканты, содержащиеся в ПВХ-покрытиях и мигрирующие в водную фазу, определяют по ГОСТ 26150-84 хроматографическим методом. Однако в связи с появлением новых добавок и стабилизаторов, а также ввиду ужесточения требований к экологической безопасности жилища, список токсикантов, подлежащих контролю, недавно расширен и теперь включает 22 соединения (МУ 2.1.2.1829-04). Одновременно контролировать по стандартной методике переход всех 22 токсикантов из покрытий в окружающую среду не удастся ввиду наложения части пиков. В частности, в водных вытяжках из ПВХ-покрытий не удастся определять следы *n*- и *m*-ксилолов, кумола, метилэтилкетона, *n*-бутанола и хлористого гексила.

Нами разработана методика одновременного и отдельного определения всех соединений, мигрирующих из напольных покрытий на основе ПВХ в водную фазу и подлежащих аналитическому контролю. Водные вытяжки получали по стандартной методике. Анализ водных вытяжек, а также многокомпонентных модельных смесей выполняли методом АРП на газовом хроматографе Хромос ГХ-1000 с пламенно-ионизационным детектором в режиме программирования температуры (от 40°C до 240°C со скоростью нагрева 15°C/мин, начиная с 10 минуты). Для разделения компонентов использовали 60-метровую кварцевую капиллярную колонку, заполненную полиэтиленгликолем с толщиной пленки 0,25 мкм. Все пики хорошо разделяются (критерий разрешения соседних пиков во всех случаях превышает 1); время хроматографирования не превышает 32 минут. Анализ одних и тех же вытяжек по разработанной и стандартной методикам не выявил значимых различий по воспроизводимости результатов. Разработанная методика позволяет определять в водной вытяжке все нормируемые токсиканты на уровне 0,01-0,5 ПДК. Правильность результатов анализа подтверждена по способу «введено-найдено» (во всех случаях погрешность не превышает 15%) По разработанной методике правильно определяются и те соединения, концентрации которых не удастся найти по стандартной методике. Методика может быть использована для выполнения серийных анализов в лабораториях федеральных и муниципальных контролирующих организаций.

Разработанная методика использована нами для исследования выхода токсикантов в окружающую среду из разных покрытий на основе ПВХ. Хроматографический анализ соответствующих вытяжек позволил идентифицировать в них до 6 одновременно извлекаемых токсикантов. В некоторых случаях содержание этих токсикантов в вытяжках существенно превышало ПДК. Относительно безопасным оказалось лишь одно из проверявшихся покрытий.

ОРГАНИЗАЦИЯ И ПРОВЕДЕНИЕ МОНИТОРИНГА ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ В РЕСПУБЛИКЕ БАШКОРТОСТАН

Е.В. Фатьянова, В.И. Сафарова, Г.Ф. Шайдулина, Р.М. Хатмуллина
ГУ Управление государственного аналитического контроля Министерства природопользования и экологии Республики Башкортостан, 450104 Уфа, ул. Российская, 21, а/я 1609, e-mail – guugak@mail.ru, ugak@ufanet.ru

В соответствии с Водным кодексом с 2008 года государственный мониторинг водных объектов теперь обязательно включает в себя оценку состояния дна и загрязненности донных отложений. В Республике Башкортостан Министерством природопользования и экологии РБ в настоящее время внедряется система мониторинга донных осадков. Ее основным принципом является оценка экологического состояния донных отложений во взаимосвязи с источниками их загрязнения. Подходы, в соответствии с которыми разрабатывается программа мониторинга, приведены ниже.

1. Створы для отбора проб выбираются в зонах с максимальным влиянием вероятных источников загрязнения. Сюда относятся створы в зонах воздействия промышленных узлов, в зонах влияния населенных пунктов, расположенных по берегам рек, створы на границах между отдельными административными районами, приграничные створы.

2. Сроки наблюдений выбираются с учетом ожидаемых наибольших концентраций загрязняющих веществ в донных отложениях, поэтому отбор проб целесообразнее всего проводить в летнюю межень, перед началом дождевого паводка.

3. Оценка загрязненности донных отложений проводится в комплексе с придонной и поверхностной водой. Такие исследования позволяют проследить сорбционную активность и миграцию загрязняющих веществ в системе вода – донные отложения, а также выявить случаи вторичного загрязнения воды в результате десорбции их из ила в водную толщу.

4. Выбор контролируемых ингредиентов с учетом специфики всех возможных источников загрязнения. Основной задачей проведения исследований донных отложений является оценка воздействия источников загрязнения, поэтому отобранные илы необходимо анализировать на содержание специфичных для сточных вод конкретных производств.

5. Оценка степени загрязненности донных отложений неорганическими элементами и соединениями (металлами, хлоридами, сульфатами) проводится путем сопоставления обнаруженных концентраций химических соединений с фоновыми. В качестве фоновой концентрации химического элемента принимается его типичное содержание в донных отложениях в пределах относительно однородного в ландшафтно-геохимическом отношении участка, не испытывающего прямого техногенного воздействия. Так, например, при проведении мониторинга донных отложений реки Белая выбрано два фоновых створа: для ее горного участка и для равнинного. Для органических загрязняющих соединений (фенола и его производных, хлорированных углеводородов, нефтепродуктов, ПАУ, пестицидов) «фоном» является их отсутствие, а загрязнением считается уже сам факт их присутствия в донных отложениях. Поэтому для оценки загрязненности в качестве фоновой выбирается концентрация, соответствующая половине предела обнаружения соединения по соответствующей методике.

БИСФЕНОЛ А В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ В РОССИИ

Д.Б. Фешин¹, П.В. Фимушкин¹, Е.С. Бродский¹, О.В. Сергеев², О.А. Сперанская³

¹Учреждение Российской академии наук Институт проблем экологии и эволюции РАН,
119071, г. Москва, Ленинский пр., 33. E-mail: eco-analit@mail.ru

²Ассоциация медицинских работников г. Чапаевска. Самарская обл., г. Чапаевск.

³Центр по проблемам окружающей среды и устойчивого развития «Эко-Согласие»,
г. Москва

В последние годы особое внимание привлекает загрязнение окружающей среды и продуктов питания веществами, обладающими свойствами эстрогенных гормонов и в крайне малых дозах (нг/г) негативно влияющими на эндокринный статус человека. Одним из таких веществ является 2,2-бис(4-гидроксифенил)пропан или Бисфенол А (БФА), являющийся в том числе канцерогеном. Обширное загрязнение окружающей среды данным веществом вызвано тем, что оно используется при производстве поликарбонатов и эпоксидных смол, из которых, в свою очередь, изготавливается широкий спектр потребительских товаров, включая упаковку для продуктов питания. Последняя, в свою очередь, является основным источником поступления БФА в организм человека. Переносимое суточное потребление (TDI), установленное Европейской комиссией, и безопасный уровень воздействия (RfD) установленный US EPA составляет 0,05 мг БФА / кг массы тела / день. В России для содержания БФА в воде установлен ПДК равный 0,01 мг/л. Соответствующего норматива для продуктов питания нет.

В нашей стране до последнего времени исследования уровней загрязнения БФА различных объектов не проводилось. Нами впервые проведено исследование содержания этого токсиканта в продуктах питания из различных регионов России. Для этого была разработана методика определения БФА в напитках и продуктах питания, основанная на дериватизации изопропилхлорформатом и последующем анализе продуктов реакции методом ГХ-МС. В качестве внутреннего стандарта использовали изотопномеченный ¹³C₁₂-БФА. Предел обнаружения БФА при регистрации полного ионного тока составил <5 нг, предел определения от 10 нг, точность определения - ±5%.

Мы провели анализ ряда различных продуктов питания, включая напитки, консервированные овощи и мясо, в том числе для детского питания, сухие молочные смеси для грудных детей. Эти продукты были закуплены в супермаркетах Москвы, Самары и Чапаевска (Самарская обл.).

БФА был обнаружен в 17 образцах из 21. Уровни БФА в напитках составили от 0,1 до 2,8 мкг/кг, не превышая установленный в России ПДК для воды равный 10 мкг/кг.

Уровни БФА в продуктах для детского питания изменяются в довольно широких пределах: фруктовые и овощные пюре в стеклянных баночках – 0,7-1,4 мкг/кг, сухие молочные смеси – 2,2-6,8 мкг/кг, мясные пюре в металлических консервных банках – 21,5-35,2 мкг/кг.

В результате исследования не выявлено существенных различий уровней БФА в продуктах из различных регионов России. Наблюдаемые значения содержания БФА в напитках и в детском питании в целом схожи (или ненамного выше) с уровнями, наблюдаемыми в Канаде. В настоящий момент использование Бисфенола А в Канаде запрещено.

СУММАРНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОРОДСОДЕРЖАЩИХ ОГРАНИЧЕННО-ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПИТЬЕВОЙ И ПРИРОДНОЙ ВОДЕ

*О.Л. Филиппова, М.Ю. Вождаева, Л.И. Кантор, И.А. Мельницкий,
Н.В. Труханова, Е.А. Кантор*

МУП «Уфаводоканал», 450098, Россия, Башкортостан, г.Уфа, ул.Российская 157/2

Кислородсодержащие органические примеси в воде могут иметь как техногенное, так и природное происхождение. Биохимические процессы, происходящие в воде, связаны с образованием альдегидов, кетонов, спиртов, кислот и их эфиров. Некоторые из этих соединений образуются при водоподготовке в процессе обеззараживания воды с применением дезинфицирующих агентов, способствующих окислению органических примесей воды. Содержание кислородсодержащих органических загрязнителей в воде, как правило, не велико, но изменение их концентрации очень важно при оптимизации технологии водоподготовки.

Определение индивидуальных компонентов при анализе воды обычно проводится по специально разработанным методикам, требующим наличия стандартных образцов всех определяемых соединений. В данной работе предложен подход для определения общего содержания кислородсодержащих соединений в составе ограничено-летучих органических загрязнителей воды с использованием метода газовой хроматографии с атомно-эмиссионным детектированием (ГХ-АЭД).

ГХ-АЭД позволяет, с одной стороны, по внешнему виду элементселективных хроматограмм, снятых на длине волны эмиссии кислорода (171 нм) оценить характер распределения кислородсодержащих соединений в составе органических примесей, выкипающих в диапазоне 150-500°C, экстрагируемых и хроматографируемых при выбранных условиях пробоподготовки и анализа. С другой стороны, количественно охарактеризовать суммарное содержание кислорода в них. Данный показатель назван нами общим органическим кислородом (ООКл). Благодаря этим возможностям, можно выделить именно те компоненты, которые образуются при обеззараживании воды, а по величине ООКл оценить глубину окислительных процессов, происходящих в воде. При необходимости, с помощью ГХ-АЭД возможны определение полного элементного состава анализируемых компонентов, идентификация компонентов по полученным брутто-формулам, количественное определение аналитов с помощью одного или двух стандартных веществ, в состав которых входят определяемые элементы. Для определения общего содержания кислорода в анализируемых соединениях необходимы одно или два стандартных вещества, имеющих в своем составе кислород.

За период 2005-2010 гг. нами были исследованы пробы воды на поверхностном и инфильтрационных водозаборах. При этом наблюдалось большее содержание ООКл в питьевой воде водозабора поверхностного типа по сравнению с питьевой водой инфильтрационного водозабора. Это можно объяснить обмелением реки и более глубоким прогреванием воды в ней, что приводит к увеличению содержания природных высокомолекулярных соединений в воде. Увеличение содержания ООКл в питьевой воде по сравнению с исходной, независимо от типа водопровода, может быть обусловлено окислительной деструкцией высокомолекулярных органических соединений природного происхождения при обеззараживании воды.

ЦИКЛИЧЕСКОЕ ИНЖЕКЦИОННОЕ ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИКЕЛЯ В АЭРОЗОЛЯХ ВОЗДУХА

К.С. Фульмес, А.В. Булатов, Л.Н. Москвин

Санкт-Петербургский государственный университет, 198504, г. Санкт-Петербург, Университетский проспект, 26

Определение никеля в аэрозолях воздуха является одной из важнейших задач контроля его качества, осуществляемого на различных химических производствах, в том числе в гальванических цехах. В последнем случае производственные условия отличаются повышенным содержанием водорастворимых форм никеля в аэрозолях, потенциально опасных для здоровья человека.

Учитывая то, что определение никеля в аэрозолях воздуха рабочей зоны относится к числу часто выполняемых массовых анализов, для реализации этой задачи предпочтительны автоматизированные методики с использованием принципов проточных методов анализа [1].

Разработана автоматизированная методика определения никеля в аэрозолях воздуха, предполагающая жидкостно-абсорбционное выделение никеля на колонке со стекловолокном в режиме on-situ, с последующим фотометрическим определением аналита в условиях циклического инъекционного анализа по реакции с диметилглиоксимом. Достигнут предел обнаружения никеля $0,5 \text{ мг/м}^3$.

Авторы выражают благодарность Совету по Грантам Президента РФ (Грант МК-550.2010.3) и РФФИ (Грант 10-03-00007-а) за поддержку проводимых исследований.

Литература

1. A.V. Bulatov, A.L. Moskvina, L.N. Moskvina, A.V. Mozhuhin. Flow Injection Anal. V. 27. No. 1. P. 13. (2010).

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА

Ю.Г. Хабаров, Н.Д. Камакина, Д.Е. Лахманов

Северный (Арктический) федеральный университет, 163002, г. Архангельск,
наб. Северной Двины, 17

В настоящее время одним из крупнотоннажных продуктов органического синтеза является фенол - ключевое вещество при синтезе многих органических соединений, годовой выпуск которого около 10 млн. тонн в год. Поэтому разработка новых и совершенствование известных методов его определения представляются важными.

Одним из популярных методов определения фенольных соединений является реакция нитрозирования, при проведении которой обычно используется уксусная кислота, а реакция проводится без нагревания в течение 20...30 мин. На электронном спектре щелочного раствора нитрозированного фенола появляется новая полоса поглощения при 400 нм. Применение серной кислоты вместо уксусной и проведение реакции при 100 °С позволило почти на порядок увеличить интенсивность этой полосы.

В обычных условиях проведения реакции нитрозирования фенола (в присутствии уксусной кислоты при 20 °С) интенсивность полосы поглощения при 400 нм даже несколько меньше, чем величина оптической плотности щелочного раствора фенола при 290 нм. По сравнению с использованием для количественного анализа собственного поглощения фенола в УФ-области спектра, предложенный вариант проведения фотометрической реакции позволяет повысить чувствительность анализа и проводить измерения не в УФ-, а в видимой области спектра. Оптическая плотность фенола при 290 нм также оказалась почти в 10 раз меньше, чем оптическая плотность щелочного раствора продукта фотометрической реакции при 400 нм.

Зависимость концентрации ($C_{\text{ф}}$, мг/мл) фенола от оптической плотности при 400 нм является линейной: $C_{\text{ф}} = 4.8745 A - 0.0107$, $R^2 = 0,9999$. Данные трех параллельных определений указывают на то, что результаты анализа хорошо воспроизводимы (коэффициент вариации менее 2 %).

Для оценки точности определения были проведены эксперименты с растворами фенола, в которых экспериментально определили концентрации фенола (проводили по 2 параллельных определения) и сравнили их с заданными. Из таблицы видно, что точность определения фенола высокая и составляет в среднем не менее 97 %.

Таблица: Точность определения концентрации фенола

$C_{\text{ф}}$		$S_1, \%$	$C_{\text{ф}}$		$S_1, \%$
заданная	определенная		заданная	определенная	
0.81	0.80	1.2	1.90	1.98	4.2
1.38	1.38	0.0	2.37	2.31	2.5
1.89	1.92	1.6	2.40	2.38	0.8
3.14	3.03	3.5	4.03	3.90	3.2
3.25	3.26	0.3	4.10	4.08	0.5
4.75	4.80	1.1	4.88	4.81	1.4
5.34	5.36	0.4	6.10	6.04	1.0
6.28	6.09	3.0	8.14	8.31	2.1

Примечание: $C_{\text{ф}}$ – концентрация фенола в фотометрируемом растворе, мг/л; S_1 - относительная точность определения, %

Таким образом, изменение условий проведения фотометрической реакции позволило повысить чувствительность метода определения фенола примерно на порядок как по собственному поглощению в УФ-области спектра, так и по результатам ранее известного варианта проведения фотометрической реакции нитрозирования.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПОКАЗАТЕЛЯ ОБЩЕГО ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА В КАЧЕСТВЕ ИНДИКАТОРА ЗАГРЯЗНЕНИЯ И ОЦЕНКИ СОСТОЯНИЯ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ

И.С. Халиков

Государственное учреждение «Научно-производственное объединение «Тайфун»,
249038, г. Обнинск Калужской области, ул. Победы, 4

Загрязнение объектов природной среды, в том числе и водных объектов, различными токсичными веществами является в настоящее время одной из глобальных экологических проблем. В условиях антропогенного воздействия в природные объекты могут попадать миллионы индивидуальных загрязняющих веществ различной токсичности и устойчивости. С этой точки зрения полный анализ объектов по индивидуальным соединениям является нереальной задачей.

Унификация методов оценки состояния природной среды связана с поиском комплексных показателей, отражающих уровень загрязнения не индивидуальным веществом, а группой соединений. Для оценки уровня загрязнения органическими веществами водных объектов целесообразно использовать в качестве комплексного показателя «общий органический углерод» (ТОС - total organic carbon), представляющий собой суммарную концентрацию растворенного и нерастворенного, летучего и нелетучего органического углерода. Концентрация ТОС в природных водах может изменяться в широких пределах: в поверхностных водах концентрация общего органического углерода, как правило, менее 5 мг/л, в загрязненных водах содержание ТОС может увеличиваться до 100 мг/л и более.

В настоящее время еще не найдено универсального, полностью представительного метода определения органических веществ в природной воде. Существует несколько методов определения, такие как ХПК, БПК, измерение мутности и цветности, в совокупности дающих более или менее полное и верное представление о количестве органических примесей воды. Так как у каждого метода имеются свои недостатки, в мире происходит переориентация стандартов в области экологического мониторинга на применение метода высокотемпературного окисления пробы, который является оптимальным для мониторинга поверхностных и морских вод.

Анализатор multi N/C 2100S от компании Analyticjena является компактным прибором настольного типа для определения общего содержания углерода (органического и неорганического) в образцах с помощью сжигания при термокаталитическом высокотемпературном окислении до диоксида углерода и использования многоканального недисперсионного ИК-детектора (МС-NDIR) в соответствии с национальным стандартом ГОСТ Р 52991-2008. Границы определения углерода лежат в области от 0,05 мг/л до 30000 мг/л.

Для определения степени извлечения углерода с помощью анализатора multi N/C 2100S использовали органические вещества разных классов с различной молекулярной массой (от 76 до 342) и концентрациями растворов 5; 20 и 100 мг/л органического углерода: сахарозу, d-глюкозу, фталевую кислоту и тиомочевину. Объем инъекции всех образцов – 0,5 мл, в качестве газа-окислителя – кислород, катализатор – платина, температура реактора – 800 °С. Коэффициент вариации составлял менее 1%. Правильность результатов определения органического углерода подтверждали методом "введено – найдено".

Показатель ТОС можно использовать в качестве ранней оповестительной системы тревоги в случае чрезвычайных ситуаций (например, химических аварий) с последствием загрязнения вод опасными химическими субстанциями.

ОБНАРУЖЕНИЕ ПОВЫШЕННОГО СОДЕРЖАНИЯ МЫШЬЯКА В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ БЕЛОГО МОРЯ

И.С. Халиков, Т.Б. Мамченко

Государственное учреждение «Научно-производственное объединение «Тайфун»,
249038, г. Обнинск Калужской области, ул. Победы, 4.

В настоящем докладе рассматриваются результаты экспедиционной работы на НИС «Профессор Штокман» по обследованию химического загрязнения морской среды в районах возможного затопления химического оружия в Белом море (полигоны №120 и 121 к северо-востоку от Соловецких островов). Работа выполнялась в рамках планов и программ МЧС России, направленных на предотвращение чрезвычайных ситуаций.

Определение концентрации тяжелых металлов и мышьяка в донных отложениях (ДО) поверхностного слоя от 0 до 5 см проводили методом атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС) на приборах фирмы «PerkinElmer» моделей Z-3030 и В-3030. Уровни загрязнения ДО Белого моря тяжелыми металлами (Pb, Cd, Cr, Zn, Cu и Fe) сравнимы с их концентрациями в почвах и донных отложениях других морей.

Методом ААС было выявлено повышенное содержание мышьяка в глубоководных районах №120 (средняя глубина 292 м, от 261 до 304 м), №121 (средняя глубина 225 м, от 186 до 253 м) и фонового района с глубиной 285 м (рядом с Терским побережьем). Среднее содержание As в донных отложениях района №120 составляло 47,3 мг/кг (от 23,7 до 91,7 мг/кг, количество проб 29) и в ДО района №121 – 42,8 мг/кг (от 11,8 до 89,6 мг/кг, количество проб 18). В 6 пробах ДО менее глубоководного района №121 (средняя глубина 108 м, от 79 до 147 м) содержание мышьяка (среднее 12,9; от 5,4 до 28,3 мг/кг) значительно меньше и соответствовало фоновому уровню Мирового океана. Средняя концентрация мышьяка в 3 пробах ДО фонового района (глубина 280-290 м) составила 47 мг/кг (от 41,1 до 54,1 мг/кг). Уровень концентраций мышьяка в этих районах был весьма высок и значительно превышал российские ОДК мышьяка в почве (2-10 мг/кг). Незагрязненные морские донные отложения обычно содержат менее 20 мг As на кг сухой массы.

Накопление мышьяка в осадках может представлять потенциальную опасность для биоценозов ввиду возможности обмена в системе вода-донные отложения, результатом которого может стать вторичное загрязнение водного слоя морской экосистемы. Проведенные исследования показали, что концентрация мышьяка в пробах поверхностной и придонной воды районов №120 и 121 не превышала ПДК (10 мкг/л) и составляла менее 2 мкг/л. По-видимому, повышенный уровень содержания мышьяка в ДО этих районов обусловлен естественными геохимическими причинами, а не с антропогенным воздействием, связанным с затоплением химического оружия с мышьяксодержащими соединениями или другой хозяйственной деятельностью. В пользу этого предположения говорят следующие факты: содержание мышьяка в ДО сравнимого по глубине фонового района Белого моря сопоставимо с его концентрациями в обследуемых районах; загрязнение As не носит локального характера и не наблюдается резкого увеличения (в десятки раз) содержания мышьяка в ДО отдельных станций; не выявлено компонентов химического оружия; обнаружено аномально высокое содержание марганца в ДО районов №120 и 121 Белого моря, которое значительно выше ПДК (ПДК Mn в почве составляет 1500 мг/кг).

В связи с выявлением повышенного загрязнения ДО обследуемых районов Белого моря As представляется необходимым проведение специальных исследований по мониторингу и определению его органических и неорганических форм на большей по площади акватории моря.

ПРОБЛЕМЫ РАЗРАБОТКИ МАЛОГАБАРИТНОГО ОПТИЧЕСКОГО МУЛЬТИСЕНСОРНОГО АНАЛИЗАТОРА

Т.М. Халфин¹, Д.Ю. Марченко², А.В. Роцин³, И.В. Кумпонецко³

¹ГОУ ВПО Национальный исследовательский ядерный университет “МИФИ”,
115409, г. Москва, Каширское шоссе-31, E-mail: halfin@mail.ru

²ГОУ ВПО Российский государственный университет нефти и газа
им. И.М. Губкина,
119991, ГСП-1, В-296, г. Москва, Ленинский проспект-65, E-mail:
dmitrismailr@mail.ru

³Учреждение Российской академии наук Институт химической физики им. Н.Н.
Семенова РАН (ИХФ РАН), 119991, г. Москва, ул. Косыгина-4, e-mail:
kumpan@netbynet.ru

Потребность в усовершенствованных средствах оценки качества водной среды диктуется необходимостью мониторинга и прогнозирования состояния гидросферы, обеспечения защиты и жизнедеятельности населения и безопасности опасных объектов, а также снижения риска и уменьшения последствий природных и техногенных катастроф.

Создание быстродействующих переносных портативных приборов для обнаружения и количественного определения химических веществ в водной среде в наше время весьма актуально [1]. Одно из направлений – создание мультисенсорных систем с оптической регистрацией аналитического сигнала.

Принципиальными задачами, стоящими перед разработчиками сенсорных устройств являются увеличение их чувствительности и селективности по отношению к отдельным анализам. При этом возникают многочисленные сложности одновременного применения различных сенсоров, связанные с их взаимным влиянием, необходимостью упрощения процедур пробоподготовки и др. проблемы.

На протяжении ряда лет мы работаем над созданием оптического мультисенсорного анализатора водных сред [2]. Наш опыт разработки показывает, что при переходе от НИР к опытно-конструкторским работам требуется глубокая взаимная увязка химической части (химические сенсоры), сканирующей части (CCD или CIS матрица), алгоритмов обработки сигнала электронной частью и программного обеспечения.

Разработан лабораторный макетный образец мультисенсорного анализатора водных сред. При испытаниях в моносенсорном режиме анализатор показывает удовлетворительные результаты.

В дальнейшем система требует совершенствования технологий изготовления оптических химических сенсоров и мультисенсорных матриц.

Литература

1. Внелабораторный химический анализ. Проблемы аналитической химии. Т.13/ Под. ред. Ю.А.Золотова. М.:Наука,2010,564с.
2. Пат. RU 2212657. 2008. Бюл. №3

О ВОЗМОЖНОСТИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ В ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ПРИ НАЛОЖЕНИИ ПИКОВ

Р.М. Хатмуллина¹, И.М. Китаева¹, В.И. Сафарова¹, Ф.Х. Кудашева², Т.П. Смирнова¹

¹ГУ Управление государственного аналитического контроля Министерства природопользования и экологии Республики Башкортостан, г. Уфа, ул. Российская, 21, guugak@mail.ru, ugak@ufanet.ru

²Башкирский государственный университет, 450074, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32

Вопрос о чистоте пика в хроматографии, т.е. содержит ли хроматографический пик один или больше компонентов, является важным при проведении анализа. Установление однородности пика представляется особенно актуальным при определении низких содержаний органических соединений в образцах сложного состава, поскольку если даже пик только одного из рассматриваемых компонентов закрыт другим и не детектируется, могут быть искажены результаты анализа. Существенный объем информации может быть утерян также, если вместе элюируются соединения, интересующие исследователя.

В данной работе показана возможность количественного определения перилена и бензо(*b*)флуорантена в донных отложениях при наложении пиков этих соединений. Анализ проб проводили на жидкостном хроматографе Hewlett Packard Series II (США), включающем градиентный насос с “On-Line” дегазатором и диодноматричный детектор 1090L. Разделение компонентов выполняли при градиентном режиме элюирования смесью ацетонитрила и воды на колонке Vydac 201TP52-C₁₈ (250 x 2,1 мм; 5 μм) со скоростью 0,3 мл/мин. Объем вводимой пробы – 20 μl. Температура колонки – 35 °С. Идентификацию соединений осуществляли по временам удерживания. Дополнительным критерием для идентификации являлись спектры поглощения определяемых соединений.

Обычно спектры поглощения соединений имеют несколько полос. Для количественного определения следовых количеств загрязняющих веществ чаще всего выбирают ту длину волны, при которой наблюдается наибольшее светопоглощение. Так, в спектре поглощения перилена имеются полосы при 230, 250, 404 и 430 нм; более интенсивным является поглощение при 230 и 250 нм. В УФ-спектре бензо(*b*)флуорантена также отмечается несколько полос – при 220, 250, 276, 286 и 300 нм. Наибольшая интенсивность поглощения этого соединения обнаруживается при длинах волн 250 и 286 нм. Поскольку на хроматограмме пики этих веществ накладываются, для количественного определения использовали длину волны, характерную только для данного соединения. Этот прием можно использовать в тех случаях, когда известны УФ-видимые спектры веществ, и эти спектры существенно отличаются. Детектор с диодной матрицей позволяет проводить анализ пробы одновременно при разных длинах волн, поэтому в процессе элюирования можно получить несколько хроматограмм одной пробы. Определение перилена выполняли при длине волны 430 нм, время удерживания этого соединения – 19,307 мин. В этих условиях на хроматограмме отсутствует пик бензо(*b*)флуорантена, определение которого осуществляли при длине волны 286 нм. Время удерживания бензо(*b*)флуорантена – 19,410 мин. Таким образом, проведено количественное определение перилена и бензо(*b*)флуорантена в образцах донных отложений при наложении пиков этих соединений на хроматограмме.

ТЕХНОЛОГИЯ АВТОМАТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ СОСТАВА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ, СТОЧНЫХ И ПРИРОДНЫХ ВОД В РЕЖИМЕ ON-LINE

Р.Т. Хильянен¹, К.Г. Боголицын², Н.С. Ларионов²

¹ЕНР-Текниikka Ltd., Финляндия, 90570, г. Оулу, Teknologiantie 4С

²Институт экологических проблем Севера УрО РАН, Россия, 163000, г. Архангельск,
Наб. Северной Двины, 23

Что такое современная технология автоматического мониторинга? Это сбор, обработка и передача данных беспроводным способом посредством оборудования, не требующего электричества, работающего круглогодично (в том числе в суровых климатических и технологических условиях), простого и недорогого в обслуживании!

ООО ЕНР-Текниikka и Институт экологических проблем Севера УрО РАН создали консорциум для разработки и внедрения on-line беспроводной легкой и круглогодичной технологии мониторинга расхода и качества технологических, сточных и природных вод. Технология является инновационной для Северных территорий и позволяет контролировать состояние окружающей среды и технологические процессы в режиме on-line, оперативно реагировать, минимизировать и в некоторых случаях даже предотвращать аварийные ситуации в окружающей среде.

Данные с датчиков, погруженных в измеряемую среду, собираются, обрабатываются и отсылаются пользователю (в автоматизированную систему предприятия, на частный персональный компьютер или в Интернет) регистратором данных, специально спроектированным для условий Севера и работающим при температуре до -40°C.

Основными преимуществами использования системы являются экономия средств, большой объем информации, возможность оперативно реагировать и предотвращать опасные ситуации, как на производстве, так и в окружающей среде.

С помощью автоматических систем в режиме on-line может производиться контроль состава и показателей качества воды: температура воды; рН; взвешенные вещества и мутность; электропроводность; окислительно-восстановительный потенциал; растворенный кислород; содержание УФ-поглощающих растворенных органических соединений с возможностью пересчета на значение химического потребления кислорода (ХПК); NO₃-N; NO₂-N; NH₄-N; содержание полиароматических углеводородов (ПАУ) с возможностью пересчета на валовое содержание нефтепродуктов; содержание тяжелых металлов и др.

Технология on-line мониторинга приносит конечному пользователю множество преимуществ: получение значительно большего количества данных об изменениях в технологическом процессе и загрязнении окружающей среды, экономия денежных средств путем более эффективного контроля технологических процессов, оперативное реагирование на изменения в процессе и внесение корректировок, минимизирование и предотвращение аварийных ситуаций в окружающей среде.

Данная технология широко используется в Северной Европе в энергетической, добывающей и лесной промышленности для контроля технологических процессов и мониторинга состояния окружающей природной среды.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МАЛОБЮДЖЕТНОЙ ПОРТАТИВНОЙ АППАРАТУРЫ В ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОМ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗЕ

С.В. Химченко, Л.П. Экспериандова

НТК «Институт монокристаллов» НАН Украины, 61001, г. Харьков, просп. Ленина, 60

Химическая цветометрия является сравнительно новым и развивающимся направлением в аналитической химии, обладающим высоким потенциалом [1]. Цветометрический анализ, который основан на измерении цветовых координат, находит применение как эффективный и информативный метод для экспресс-анализа окрашенных соединений. Экологический мониторинг с привлечением экспресс-анализа в полевых условиях зачастую связан с необходимостью использования портативной измерительной аппаратуры. Благодаря бурному развитию цифровых технологий, стало широко доступно измерение параметров цвета с помощью планшетных сканеров [2], цифровых фото- и видеокамер в тандеме с программами для обработки изображений графическими редакторами. Дешевизна и доступность такой техники, а также удовлетворительное качество анализа делает эти устройства привлекательными для цветометрического экспресс-анализа и для разработки визуальных тест-систем.

В Харьковском университете радиоэлектроники разработан трехцветный (*RGB*) колориметр-рефлектометр для *инструментального* экспресс-анализа твердых образцов (Д.В.Снежко с сотр., 2009). Программное обеспечение рефлектометра позволяет калибровать его под различные тест системы, а управление устройством производится с помощью персонального компьютера через USB-порт. В таком анализе могут быть использованы различные твердые носители, например, порошки или диски из сорбентов (силикагель, цеолит, оксид алюминия), пенополиуретаны (ППУ), индикаторные бумаги, пленки и т. д.

Чтобы устранить субъективные факторы, которые могут влиять на результаты *визуального* тест-анализа, авторами настоящей работы разработан миниатюрный фотоколориметр для экспресс-анализа жидкостей и твердых полупрозрачных образцов. Для работы с жидкими веществами пригодны кварцевые цилиндрические кюветы, а для микрообъемов жидкости – миниатюрные ячейки с плоским дном, изготовленные из прозрачного пластика. Измерение спектров поглощения жидкостей и твердых образцов предложено производить с помощью разработанных авторами цветных светофильтров с узкой полосой пропускания в диапазоне от 400 до 760 нм, изготовленные из полимерной пленки с помощью цветного принтера.

На различных тест-системах (сорбированные на ППУ нитриты или комплексы Co(II) и Fe(III) с тиоцианатом) проведено сравнение аналитических возможностей фотоколориметра, рефлектометра и планшетного сканера. Методики построения шкал для указанных тест-систем на ППУ описаны в книге [3]. Установлено, что результаты, полученные с помощью рефлектометра и сканера, отличаются низкой погрешностью (1-5%), а более высокая погрешность измерений с помощью разработанного фотоколориметра (6-17%) в 2-5 раза ниже погрешности визуального тест-анализа.

Литература:

1. Иванов В.Н., Кузнецова О.В. // Журн. аналит. химии. 2001. Т. 70, № 5. С. 411–428.
2. Шишкин Ю.Л., Дмитриенко С.Г., Медведева О.М. и др. // Журн. аналит. химии. 2004. Т. 59, № 11. С. 119–124.
3. Золотов Ю.А., Иванов В.М., Амелин В.Г. Химические тест-методы анализа. – М.: Едиториал УРСС, 2002. – 302 с.

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛАТОВ В ВОДЕ

*А.Р. Холова, М.Ю. Вождаева, Л.И. Кантор, И.А. Мельницкий,
Н.В. Труханова, Е.А. Кантор*
МУП «Уфаводоканал», 450098, Россия, Башкортостан, г. Уфа,
ул. Российская 157/2

Эфиры фталевой кислоты относятся к важнейшим и широко распространенным продуктам химической промышленности, которые наносят ущерб окружающей среде на всех этапах производства, использования и утилизации содержащей их продукции. Основной трудностью при определении фталатов в воде является их повсеместное распространение. Поэтому следует уделять особое внимание сбору и процессу подготовки проб, а так же методам их определения.

Большинство разработанных методов определения фталатов основаны на извлечении аналитов из воды с помощью твердофазной или жидкостно-жидкостной экстракции. В качестве растворителей обычно используют хлористый метилен, гексан, этилацетат и диэтиловый эфир. Анализ экстракта проводят методами газовой хроматографии в комбинации с масс-селективным (ГХ-МС), пламенно-ионизационным (ПИД) и электронозахватным (ЭЗД) детекторами. Существуют методики определения фталатов в воде, с диапазоном определения от 0,005 до 3 мг/дм³, где анализ фталатов проводится после их предварительного извлечения хлористым метиленом из 1 дм³ пробы и концентрирования, методом ГХ-МС. Для увеличения чувствительности определения предлагается использовать микроэкстракцию из 0,25 дм³. Анализ фталатов проводится после их предварительного извлечения хлористым метиленом и концентрирования методом ГХ-МС, в режиме селективного сканирования ионов. При этом увеличивается чувствительность определения фталатов (диапазон определяемых концентраций от 0,0005 до 1 мг/дм³ - для питьевых и от 0,0005 до 8 мг/дм³ - для природных и сточных вод), но определение каких-либо других органических примесей становится невозможным.

Согласно нормативным документам (*СанПиН 2.1.4.1074-01, ГН 2.1.5.1315-03¹⁾, ГН 2.1.5.2280-07²⁾*) в питьевой и природной воде для фталатов установлены следующие значения ПДК: для диметилфталата - 0,3; диэтилфталата - 3²⁾ мг/дм³; дибутилфталата - 0,2²⁾ мг/дм³; ди(2-этилгексил)фталата - 0,008²⁾ мг/дм³; ди-н-октилфталата - 1,6²⁾ мг/дм³. Наши многолетние наблюдения показали, что содержание фталатов в питьевой и природной воде существенно ниже установленных значений ПДК. Поэтому, была разработана методика выполнения измерений массовой концентрации фталатов в питьевых и природных водах методом ГХ-МС (МП УВК 1.89-2008 ФР.1.31.2010.08835). Метод основан на экстракции аналитов хлористым метиленом при рН=2 из пробы воды объемом 1 дм³, концентрирование экстракта и определение 6 фталатов (диметил-, диэтил-, дибутил-, бензилбутил-, ди(2-этилгексил)- и ди-н-октил-фталаты) методом ГХ-МС в режиме сканирования по полному ионному току. Диапазон определяемых концентраций составляет 0,0008-0,02 мг/дм³. Идентификацию осуществляют по абсолютным или относительным временам удерживания компонентов на ионных масс-хроматограммах. Расчет массовой концентрации фталатов проводят на основании градуировочных зависимостей, установленных методом внутреннего стандарта, с помощью программного обеспечения.

Таким образом, целью нашей работы явилось исследование содержания фталатов в воде в диапазонах концентраций, отражающих реальный уровень загрязнения по фталатам, а также возможность одновременного проведения мониторингового исследования большого числа ограниченно-летучих органических соединений.

ПОЛИХЛОРИРОВАННЫЕ БИФЕНИЛЫ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ ФИНСКОГО ЗАЛИВА

Л.О. Хорошко, Г.И. Кухарева, З.А. Жаковская, В.А. Никифоров

Учреждение Российской Академии наук Санкт-Петербургский Научно-исследовательский Центр экологической безопасности РАН, Россия, 197110, г. С.-Петербург, Корпусная ул. 18, viktorovsky@inbox.ru

В летний период 2009-2010гг. в рамках комплексной экспедиционной программы мониторинга стойких органических загрязнителей (СОЗ) Балтийского моря был произведен отбор проб донных отложений на 13 станциях, расположенных в акватории восточной части Финского залива (без Невской губы). Методом хроматомасс-спектрометрии высокого разрешения исследовались уровни содержания 89 конгенов полихлорированных бифенилов (ПХБ) с количеством атомов хлора от 1 до 10. ПХБ относятся к группе СОЗ, обладают выраженными токсическими свойствами, биологически аккумулируемы и способны к переносу на большие расстояния в различных средах.

Полученные результаты демонстрируют, что общее содержание 89 конгенов ПХБ в исследованных осадках находится в пределах от 0.5 до 82 нг/г (сухого веса). Суммарные концентрации 7 «маркерных» ПХБ (конгены 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180) варьируются от 0.2 до 27 нг/г (сухого веса). Максимум суммарного содержания ПХБ был зафиксирован в донных отложениях станции 113 (Сестрорецкий плес), расположенной в мелководной части акватории в нескольких километрах от г.Сестрорецк. Эти значения соотносятся и даже несколько ниже данных, полученных для других районов Балтийского моря. В водах южной Балтики содержание 7 ПХБ в донных осадках изменяется от 1 до 149 нг/г сухого веса (среднее значение 40 нг/г) [1].

По качественному составу и соотношению конгенов загрязнение донных отложений наиболее соответствует промышленной смеси «Aroclor-1254» - аналогу отечественного «Совола». Профили идентифицированных в образцах ПХБ по общему содержанию конгенов с различным числом атомов хлора близки к профилю «Aroclor-1254», то есть основной вклад в общее содержание вносят конгены с 4, 5 и 6 атомами хлора в следующей последовательности: 5Cl>6Cl>4Cl. Профили индивидуальных конгенов, обнаруженных в исследованных образцах, в той или иной степени отличаются от «Aroclor-1254» вследствие протекающих в донных отложениях процессов трансформации. Для большинства образцов следует отметить уменьшение относительного содержания конгенов 52, 105, 118, 138 и «накопление» конгенов 28, 101, 170 и 180.

Согласно классификации регионального норматива, принятого для Ленинградской области [2], а также классификации Норвежского Агентства по контролю за загрязнением окружающей среды [3], донные отложения исследованных станций следует считать «чистыми». Исключение составляет станция 113 (Сестрорецкий плес), где уровень суммарного содержания 7 «маркерных» ПХБ соответствует значению, характеризующему «умеренно загрязненные» донные отложения.

Литература

1. J.Konat, G.Kowalewska, *Polychlorinated Biphenyls (PCBs) in sediments of the southern Baltic Sea – Trends and Fate, J. The Science of the Total Environment, Vol 280, № 1-3, p. 295-306 (2001).*
2. *Нормы и критерии оценки загрязненности донных отложений в водных объектах Санкт-Петербурга, региональный норматив. СПб, 1996.*
3. *Miljøgifter i sediment fra en datert kjerne fra Baerumsbassenget, Rapport LNR 5825 – 2009.*

ОПЫТ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ U, Th, Mo и W В ПОЧВАХ

И.В. Хохлова, И.А. Рощина, Т.Г. Кузьмина, Т.В. Ромашова

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского Российской академии наук, 119991 Москва, ул. Косыгина, 19

Получение информации о концентрациях некоторых микроэлементов в т.ч. естественных радионуклидов является одной из актуальных задач, решаемой в рамках геохимической экологии с привлечением различных физических методов определения химического состава почв. Использование с этой целью рентгеноспектрального флуоресцентного анализа (РФА) привлекательно благодаря его высокой точности, экспрессности, простоте подготовке проб к измерениям, возможности проведения многокомпонентных определений из одной и той же навески пробы.

Фоновые концентрации элементов U, Th, Mo и W в почвах обычно колеблются в пределах 1-10 ppm. Более высокие концентрации могут встречаться в почвах, расположенных вблизи рудных месторождений или в зонах техногенных загрязнений.

Интенсивности аналитических линий $UL\alpha$, $ThL\alpha$, $MoK\alpha$, $WL\alpha$ измеряли с использованием кристаллов LiF220 и LiF200 на спектрометре Axios Advanced фирмы PANalytical (Голландия), оснащенный рентгеновской трубкой с Rh - анодом (рабочий режим 60 кВ/50кА).

Ввиду отсутствия стандартных образцов состава (СОС) почв, сертифицированных на перечисленные выше элементы, для калибровки прибора использованы СОС горных пород. Калибровочные уравнения получены способом эмпирической α - коррекции. Учтено возможное влияние мешающих элементов. Диапазоны определяемых концентраций для U, Th, Mo и W составили 2-150 ppm. Пределы обнаружения элементов - 2 ppm. Пробы и СОС готовили в виде таблеток с добавлением полистирола в качестве связующего вещества в соотношении 5:1.

В таблице представлено сравнение результатов РФА и несертифицированных значений концентраций (информационные значения) определяемых элементов в СОС почв: SRM-2709, SRM-2710, SRM-2711, PI-1, BPGM-1.

Таблица: Сравнение результатов РФА и информационных значений концентраций, ppm.

Элемент	U		Th		Mo		W	
	РФА	Инф. знач.	РФА	Инф. знач.	РФА	Инф. знач.	РФА	Инф. знач.
SRM-2709	3,0	(3,0)	11,5	(11)	2,6	(2)	4,0	(2)
SRM-2710	23,5	(25)	9,1	(13)	16,4	(19)	94	(93)
SRM-2711	3,4	(3)	11,3	(14)	1,9	(1,6)	3,3	(3)
PI-1	2,2	(2,2)	14,5	(6,3)	1,5	1,4-10	2,3	0,9-4,2
BPGM-1	1,9	0,9-2,4	5,2	(4,2)	2,6	1,5-6,8	2,4	0,6-4,0

ОСОБЕННОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПРОБАХ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПОСЛЕ ИХ КАРБОНИЗАЦИИ

Т.Г. Цюпко, О.Б.Воронова, В.В. Перекотий, С.В. Дмитриева
ГОУ ВПО Кубанский государственный университет, 350040, г.Краснодар,
ул. Ставропольская, 149

Разработка комплексных схем оперативного контроля показателей качества и безопасности пищевых продуктов является актуальной задачей аналитической химии, позволяющей не только повысить экспрессность анализа, но и существенно улучшить его метрологические характеристики. Для решения этой проблемы перспективно использование современной техники для проведения пробоподготовки, например комплексы для микроволнового разложения типа Milestone (Италия) или Mars (США), позволяющей провести кислотную минерализацию органической матрицы за малый промежуток времени. Однако малая навеска, используемая при пробоподготовке, может вызвать затруднение при анализе компонентов, содержащихся в пробе на уровне десятых или сотых долей мкг/л. Преодолеть эту трудность возможно при введении предварительной стадии карбонизации образца, при которой за относительно короткий промежуток времени разлагается значительная часть органической составляющей матрицы исследуемой пробы, при этом определяемые компоненты остаются в карбонизованном материале.

Проведенные исследования направлены на выявление особенностей определения тяжелых металлов (цинка, кадмия, свинца, меди) в пробах растительных материалов после их карбонизации.

При рассмотрении комплексных схем контроля, включающих определение металлов методами атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой, масс-спектрометрии, атомно-абсорбционной спектроскопии и инверсионной вольтамперометрии установлено, что наибольшие сложности возникают при определении кадмия и свинца. Была проведена оптимизация условий СВЧ-экстракции этих элементов из карбонизованного материала, варьируемыми факторами выступали состав экстрагирующей смеси, масса карбонизованного материала, температура и условия микроволнового излучения. Установлено, что степень экстракции свинца и кадмия возрастает при повышении температуры до 90°C и использовании крепких растворов азотной или соляной кислот. Изучено влияние на процесс экстракции добавок хлорида и нитрата калия в экстрагирующий раствор и показано, что степень экстракции при этом несколько возрастает.

Предлагаемый подход к анализу цинка, кадмия, свинца, меди апробирован на стандартных образцах зерна пшеницы молотой, гороха, водорослей. Получены удовлетворительные результаты.

АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ СБОР ИНФОРМАЦИИ И ПОСЛЕДУЮЩАЯ МАТЕМАТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ДАННЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ЖЁСТКОСТИ ВОДЫ

Е.А. Чередник¹, А.Г. Зарубин¹, А.С. Сальников²

¹Томский государственный университет, Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36,

²Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40, e-mail: kinder_che@mail.ru

Введение. В настоящее время в аналитической химии в связи с развитием цифровой техники развиваются методы определения концентрации веществ, основанные на анализе цифровых данных. Одним из таких методов является титрование, основанное на анализе цифровых изображений. Авторами разработана методика определения общей жёсткости природных вод при получении аналитического сигнала (цвета раствора) при помощи WEB-камеры и предложена последующая математическая обработка полученных кривых.

Основные результаты. В основе эксперимента лежит реакция комплексонометрического определения общей жёсткости природных вод, установленная ГОСТ 4151-72 «Вода питьевая. Контроль качества воды». В основе определения – образование прочного комплексного соединения титранта (трилон Б) с ионами Ca^{2+} и Mg^{2+} при значении pH 10 в присутствии индикатора (эриохром чёрный Т). В точке эквивалентности цвет раствора меняется из голубого в розовый, и оценка изменения цвета человеческим глазом приносит в результат систематическую составляющую погрешности. Для автоматизации обработки цифровых изображений авторами работы была написана программа «RGB–TERM», обрабатывающая видео-поток от WEB-камеры, выдающая количественные данные об интенсивности цветовых каналов (используется цветовое пространство RGB), и на основе данных о концентрации и объёме титранта, а также объёме анализируемого раствора, выдающая значение его общей жёсткости.

Обсуждение результатов. Так как полученные кривые комплексонометрического титрования с колориметрическим контролем конечной точки титрования имеют логарифмическую форму, подобно кривым потенциометрического титрования, их математическая обработка была проведена дифференциальным методом двух точек, имеющим в основе себя следующую зависимость (v_0 – начальный объём титруемого раствора; v – добавленный объём титранта; c_0 – молярная концентрация титруемого иона А; c_T – молярная концентрация титранта по иону В):

$$E = E^{o'} + \frac{RT}{zF} \ln \left(f_A^a \left(\frac{c_0 v_0 - c_T v}{v_0 + v} \right)^a \right) \quad (1)$$

Исходя из принципиальных различий в этих двух методах анализа, формула (1) была приведена к следующему виду (R и R^o – значения интенсивностей цветового канала):

$$R = R^{o'} + A \ln \left(f \left(\frac{c_0 v_0 - c_T v}{v_0 + v} \right) \right) \quad (2)$$

Значения жёсткости, полученные после обработке кривых титрования дифференциальным методом двух точек в программе «Origin 8.0» приведены в таблице (табл.1).

Метод «введено–найдено», MgSO_4 моль/л ($P = 0,95; f = 4$)			Природная вода ($P = 0,95; f = 2$)	
Введено	Найдено	s_r	Найдено	s_r
0,0500	0,0504	0,014	0,0061	0,0002
0,100	0,102	0,019		

АТОМНО-ЭМИССИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ 20 ЭЛЕМЕНТОВ ПО СПОСОБУ ВДУВАНИЯ-ПРОСЫПКИ ДЛЯ ГЕОЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА

Е.В. Шабанова, И.Е. Васильева

Учреждение Российской академии наук Институт геохимии им. А.П. Виноградова
СО РАН, Фаворского 1А, Россия, 664033, г. Иркутск, shev@igc.irk.ru

Требования к аналитическим методам и методикам для геоэкологического мониторинга обусловлены необходимостью количественного определения широкого круга элементов в пробах разнообразного состава за короткий промежуток времени. Одним из наиболее распространённых аналитических методов получения информации об элементном составе неохарактеризованных природных и техногенных материалов был и остается прямой атомно-эмиссионный анализ (АЭА) с дуговым возбуждением. Однако даже при замене фотографического метода фотоэлектрической регистрацией спектров многоканальными полупроводниковыми детекторами результаты прямого АЭА, по-прежнему, являются полуколичественными.

Программное обеспечение АРДЭС [1] было создано с целью улучшения метрологических характеристик результатов дугового АЭА за счёт компьютерной расшифровки получаемых при автоматизированной многоканальной регистрации дуговых атомно-эмиссионных спектров. Обработка спектральных данных в ПО АРДЭС обеспечивает снижение погрешностей результатов анализа за счёт применения многомерных градуировок, с помощью которых выполняется учёт матричных эффектов и спектральных наложений. ПО АРДЭС использовано при разработке многоэлементной методики количественного химического анализа (КХА) ФР.1.31.2008.05150 [2] проб горных пород, почв, грунтов, рыхлых и донных отложений, техногенных образований (промышленных отходов и пыли), а также минерального сырья и продуктов его переработки. Анализ выполняется на спектральной установке, состоящей из светосильного спектрографа ДФС-458С (КОМЗ, РФ) с фотодиодными линейками МАЭС (обратная дисперсия 0,54 нм/мм) и автоматизированного устройства "Поток" со встроенным генератором "Шаровая молния" для введения порошковых проб в дуговой разряд по способу вдувания-просыпки (ВМК-Оптоэлектроника, РФ). Коммерческое ПО АТОМ использовано для управления работой генератора и МАЭС. Обработка спектров в ПО АРДЭС благодаря использованию многомерных градуировочных зависимостей, тип и размерность которых оптимизированы для каждого аналита (Li, P, Ni, Co, V, Cr, W, Mo, Sn, Pb, Cu, Zn, Ag, Sb, As, Tl, Ge, Bi, Cd, In, Hg, В и Mn), обеспечивает снижение по сравнению с ПО АТОМ значений систематических погрешностей и достижение точности, предъявляемой к результатам количественного химического анализа. За счёт снижения пределов обнаружения на порядок и более расширены диапазоны определяемых содержаний Li, P, W, Sb, As, Tl, Ge. Методику КХА ФР.1.31.2008.05150 отличаются улучшенные пределы обнаружения легколетучих элементов, низкие затраты расходных материалов и высокая производительность. Получаемые количественные результаты прямого АЭА могут быть использованы при проведении геоэкологического мониторинга окружающей среды.

Литература

1. Интегрированный программный продукт "Автоматическая расшифровка дуговых эмиссионных спектров" (ИПП АРДЭС)/ Васильева И.Е., Шабанова Е.В., Павлов С.М. / Реестр программ для ЭВМ Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и торговым знакам РФ (Св-во № 2006610490 от 01.02.2006 г.)
2. ФР.1.31.2008.05150. Методика КХА. Атомно-эмиссионный анализ геологических образцов по способу вдувания-просыпки. / Васильева И.Е., Шабанова Е.В., Павлов С.М. / Иркутск, ИГХ СО РАН, 2007.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОКИСЛЕНИЕ И ПРОТОЧНО-ИНЖЕКЦИОННОЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА НА ЭЛЕКТРОДЕ С ПЛЕНКОЙ
ГЕКСАЦИАНОФЕРРАТА ПАЛЛАДИЯ С ВКЛЮЧЕННЫМИ ОКСО-ЧАСТИЦАМИ
РУТЕНИЯ

Л.Г. Шайдарова, А.В. Гедмина, И.А. Челнокова, Г.К. Будников
Казанский (Приволжский) федеральный университет, Химический институт
им. А.М. Бутлерова, г. Казань, ул. Кремлевская, 18

В последние годы большое внимание уделяется разработке химически модифицированных электродов (ХМЭ) на основе пленок из гексацианометаллатов, которые характеризуются высокой каталитической активностью, простотой получения, воспроизводимостью и устойчивостью во времени электрокаталитического отклика при окислении ряда органических соединений. Повышение стабильности и медиаторной активности неорганических гексацианометаллатных пленок наблюдается в результате перекрестного связывания частиц гексацианометаллатов ионами рутения.

Изучено электроокисление фенола на ХМЭ на основе неорганической пленки из гексацианоферрата (III) палладия (II) (ГЦФП) с включенными оксо-частицами рутения (RuO-ГЦФП), осажденной на поверхности электрода из стеклоуглерода (СУ). Разработан чувствительный способ амперометрического детектирования фенола в условиях проточно-инжекционного анализа (ПИА).

Фенол необратимо окисляется при потенциале ~ 1.2 В на СУ. В этой же области потенциалов происходит окисление фенола на ХМЭ на основе ГЦФП-пленки., Адсорбирующиеся на поверхности СУ продукты окисления фенола ухудшают воспроизводимость аналитического сигнала. Включение в структуру ГЦФП оксо-частиц рутения приводит к формированию нескольких медиаторных центров различной природы, что позволяет расширить круг катализируемых электрохимических реакций. Электрокаталитическое окисление фенола на электроде RuO-ГЦФП-СУ наблюдается при E_p 1.00 В. Медиаторная активность RuO-ГЦФП-пленки при окислении фенола проявляется в области потенциалов, характерных для редокс-пары -Ru(IV)O/-RuO(III). Каталитический эффект выражается в многократном увеличении каталитического тока ($I_{кат}$) окисления субстрата по отношению к току окисления медиатора $I_{мед}$ ($I_{кат}/I_{мед} = 25.6$), а также в уменьшении перенапряжения на 200 мВ по сравнению с его окислением на СУ и ГЦФП-СУ. Определены оптимальные условия получения ХМЭ на основе пленки RuO-ГЦФП с максимальным каталитическим эффектом при окислении фенола.

Разработан способ амперометрического детектирования фенола на электроде RuO-ГЦФП-СУ в условиях ПИА. Изучено влияние гидродинамических и электрохимических параметров ПИА-системы на величину аналитического сигнала. На основе полученных данных установлены рабочие условия регистрации ПИА-сигнала на ХМЭ. Зависимость величины ПИА-сигнала от концентрации фенола линейна в интервале от 5×10^{-6} М до 5×10^{-2} М. Относительное стандартное отклонение не превышает 5 % во всем определяемом диапазоне концентраций.

ОЦЕНКА УРОВНЯ ХИМИЧЕСКОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ПОЧВ ТЕРРИТОРИИ ОАО «УФАХИМПРОМ»

Л.Р. Шамсутдинова^{1,2}, А.В. Королёва^{1,2}, Ф.Ф. Хизбуллин^{1,2}

¹ГУП «Научно-исследовательский институт безопасности жизнедеятельности Республики Башкортостан», 450005, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. 8 Марта 12/1

²ГАНУ «Институт нефтегазовых технологий и новых материалов»,
г. Уфа, пр. Октября, 129/3

В докладе рассмотрена актуальная в настоящее время проблема загрязненности территории предприятия, прекратившего свою производственную деятельность. Проведена оценка экологического состояния почв на промплощадке ОАО «Уфахимпром» и определен уровень опасности загрязнения почвенного покрова.

На территории северного промышленного узла на протяжении многих лет в г. Уфе функционировало огромное предприятие хлорорганического синтеза ОАО «Уфахимпром», которое в 2010 г. было полностью ликвидировано. ГУП НИИ БЖД РБ было проведено инженерно-экологическое обследование территории ОАО «Уфахимпром» и определение содержания приоритетных загрязнителей в почве промплощадки.

Мы провели оценку степени опасности загрязнения почвы на территории ОАО «Уфахимпром». Оценка уровня химического загрязнения почв как индикатора неблагоприятного воздействия на здоровье населения проводится по двум показателям: коэффициент концентрации химического вещества (K_c) и суммарный показатель загрязнения (Z_c). При расчете суммарного показателя загрязнения оценка степени опасности загрязнения почвы производилась по максимальному содержанию нескольких токсичных веществ, которые были найдены в почве, а в качестве фоновой концентрации принята минимальная концентрация загрязняющего вещества в пределах производственной площадки ОАО «Уфахимпром».

Как показали результаты расчетов, всю почву, принадлежащую ОАО «Уфахимпром» можно отнести к категории «чрезвычайно опасной». Суммарный показатель загрязнения достигает величины 1629, что превышает показатель для «чрезвычайно опасной почвы» в 12 раз. Наиболее локальные участки загрязнения – это зоны где в свое время находились производства хлорбензолов, луварама, 2,4-Д-кислот и инсектицидов. Нельзя оставить без внимания и тот факт, что зоны, на которых отсутствовали хлорорганические производства, также повсеместно загрязнены токсическими веществами.

Проведенные исследования уровня химического загрязнения почвы промплощадки ОАО «Уфахимпром» показали чрезвычайно опасный уровень загрязнения почвы на всей территории и по всем определяемым загрязнителям.

МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМЫ В ИССЛЕДОВАНИИ МИКРОКОМПОНЕНТНОГО СОСТАВА ОЗЁР МОНГОЛИИ

*С.С. Шацкая¹, И.А. Деревягина¹, Н.Ф. Глазырина¹, В.П. Исупов¹, А.Г. Владимиров²,
С. Ариунбилэг, Н.З. Ляхов¹*

¹Институт химии твёрдого тела и механохимии Сибирского отделения РАН, Россия, г. Новосибирск, shatskaya@solid.nsc.ru

²Институт геологии и минералогии Сибирского отделения РАН, Россия, г. Новосибирск, Vladimir@uiggm.nsc.ru

В докладе приводятся данные, полученные участниками проекта в ходе Российско-Монгольских гидрогеохимических экспедиций 2007-2010 годов. Озёрные воды анализировали как в полевых условиях, так и в лабораториях ИХТТМ СО РАН (г.Новосибирск) и научно-производственного центра «Вода» ТПУ (г.Томск).

Предварительно устанавливали макрокомпонентный состав вод. Общая минерализация исследованных озёрных вод колеблется до 200 г/л при рН от 7.4 до 9.4. Содержание карбонат-ионов изменяется от 0.6 до 540 мг/л, а гидрокарбонатов – от 170 до 2290 мг/л. Содержание хлорид-ионов изменяется от 14 мг/л до 100 г/л, а сульфат-ионов – от 21 мг/л до 39 г/л. Доминирующим катионом является натрий, в ряде случаев наблюдается повышенное содержание магния.[1].

Использование метода ИСП-МС (прибор Agilent 7050 а) позволило проследить микрокомпонентный состав большого количества озёр и рек Западной Монголии и обобщить некоторые особенности состава озёр, в частности содержание урана, которое изменяется в широких пределах и достигает 1-1.1 мг/л. Обращает на себя внимание повышенное содержание мышьяка, которое составляет 250 мкг/л в минерализованных водах озера Шаазгай-нуур. Найдена устойчивая связь содержания урана в озёрных водах с концентрацией HCO_3^- , мышьяка, и их с общей минерализацией. Особый интерес вызывает оз.Шаазгай – нуур, где концентрация ^{238}U близки к 1.0 мг/л, что позволяет рассматривать это бессточное озеро как эталонный (модельный) объект для анализа системы вода-ураноносная порода.

Данные масс-спектрометрии сопоставлялись с более доступными методами анализа атомно-абсорбционной спектрометрией, атомно-эмиссионной спектроскопией с ИСП (i CAP6300 Duo, Thermo Scientific), как для макрокомпонентов вод, так и микроэлементов, таких как литий, стронций, бор, молибден, мышьяк.[2].

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ-Монг_а№ 09-05-90210, междисциплинарных интеграционных № 99(2006-2008гг.) и № 38(2009-2011гг.), а также проектов СО РАН по поддержке экспедиционных работ 2008-2009гг.

Литература.

1. Исупов В. П., А. Г. Владимиров, С. Л. Шварцев, Н. З. Ляхов, С. С. Шацкая, Л. Э. Чупахина, Л. В. Куйбида, М. Н. Колпакова, Ариунбилэг Содов, С. К. Кривоногов. Химический состав и гидроминеральные ресурсы соленых озер Северо-Западной Монголии. // Химия в интересах устойчивого развития. 2010 . в печати
2. Исупов В.П., А.Г.Владимиров, Н.З.Ляхов, С.Л.Шварцев, Ариунбилэг С, М.Н.Колпакова, С.С.Шацкая, Л.Э.Чупахина, Л.В. Куйбида, Е.Н. Мороз. Ураноносность высокоминерализованных озер Северо-Западной Монголии. //ДАН,2011,том 437,№ 1,с.85-89.

БИОЛОГИЧЕСКИЙ МЕТОД ОЦЕНКИ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИ АКТИВИРОВАННОЙ ВОДЫ

Г.А Шрамко, Э.А. Александрова, Б.Е. Красавцев

Кубанский государственный аграрный университет, 350044, Россия, г.

Краснодар, ул. Калинина 13. e-mail: alex2e@yandex.ru

Биологические методы оценки токсичности водной среды получили широкое признание, благодаря их высокой чувствительности, информативности и экономичности. Использование в качестве аналитических индикаторов микроорганизмов является надежным методом определения малых количеств токсичных веществ, так как основано на прямом воздействии их на живую клетку. Биотестирование было использовано нами для оценки экологической безопасности электрохимически активированной воды ЭХАВ-католита. ЭХАВ-К – щелочной водный раствор электролитов, получаемый в результате электролиза водопроводной воды в катодной области электролизёра с разделенными электродными пространствами. Исходные характеристики католита, полученного на аппарате «Мелеста М» при проведении электролиза в течение 7 минут: рН 10,6; ОВП = – 713мВ, электропроводность 780 мкСм. Экспериментальные исследования в полевых условиях показали, что католит является биологически активным стимулятором роста и жизнедеятельности растений, и было важно оценить его экологическую безопасность.

Биотестирование католита проводилось на нескольких тест-объектах: планктонных ракообразных-фильтраторов *Daphnia magna Straus*, а также двух типах водорослей *Scenedesmus quadricauda* (Turp.) Breb. и *Chlorella vulgaris Beijer* по методикам Федерального Реестра, допущенным для экологического контроля токсичности проб поверхностных вод. Для обеспечения рН 7,5 (по методике 7,0–8,2) в пробу католита объёмом 1 литр добавляли 1,3 мл 10% раствора HCl. В качестве контроля использовали аэрированную водопроводную воду. Критерием токсичности водных растворов католита являлась гибель 50% и более дафний за период времени до 96 часов по сравнению с контролем. Установлено, что католит даже без разбавления не оказывал острого токсического действия на дафнии и безопасен для многоклеточных организмов. Биотестирование с использованием водорослей позволяет выявить влияние возможных токсикантов в испытуемом растворе на интенсивность размножения водорослей на уровне популяции. Для посева водорослей *Scenedesmus quadricauda* использовалась 5-7 суточная культура, находящаяся в стадии экспоненциального роста. Критерием токсичности являлось снижение численности клеток водорослей по сравнению с контрольным вариантом на 20% и более в случае подавления роста тест-культуры или её повышение на 30% и более – при стимуляции ростовых процессов. Подсчёт клеток осуществлялся в камере Горяева, начальная плотность посева водорослей составляла 19,6 тыс. на 1см³. Перед тестированием также как и в опыте с дафниями, проводилась коррекция рН пробы католита до значения 7,5. Контролем служила дистиллированная вода. Острое токсическое действие католита определялось в течение 96 часов. Показано, что культура одноклеточной водоросли *Scenedesmus quadricauda* является более чувствительным тест-объектом по отношению к католиту, чем многоклеточные дафнии. Для неё экологически безопасными были концентрации водного раствора католита до 30 масс.%. Биотестирование с помощью водорослей культуры *Chlorella vulgaris Beijer* позволило выявить слаботоксичное воздействие только 100%-го католита (без разбавления). Установлено, что для изученных многоклеточных и одноклеточных организмов экологически безопасными являются водные растворы с концентрациями католита до 30 масс.%.

МОНИТОРИНГ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ АНТРОПОГЕННО-ДЕПРЕССИРОВАННЫХ ТЕРРИТОРИЙ МАЛЫХ ГОРОДОВ

А.С. Шуваева, Л.В. Лебедь, Т.А. Дружкина, Н.Н. Гусакова
ФГОУ ВПО «Саратовский государственный аграрный университет им. Н.И. Вавилова», Россия, 410012, г. Саратов, Театральная площадь, 1

Актуальность данной тематики связана с необходимостью быстрой оценки экологического состояния городской среды и принятия срочных решений по ее оздоровлению.

Целью настоящего исследования явился анализ интегральных физико-химических характеристик почвенного покрова ландшафтно-архитектурных ансамблей малых городов, расположенных в левобережье (Ершов, Пугачев) и правобережье (Базарный Карабулак, Новые Бурасы) Саратовской области.

Отбор проб проводился в соответствии ГОСТ 28168-89. Пробоподготовка и анализ почв проводился по ГОСТ 26483-85. Определение осуществлялось потенциометрическим методом с помощью ионометра И-500 в трехкратной повторности для каждого образца почвы. При определении Ph и буферной емкости использовалась электродная система, включающая электрод сравнения ЭВЛ-1М 3.1 и стеклянный электрод с водородной функцией ЭСЛ-63-07. Окислительно-восстановительный потенциал измерялся в милливольтках как обратимый потенциал платинового электрода, помещенного во влажную почву. Определялось наличие и примерное содержание в почвах ионов свинца, кадмия, меди, железа с помощью тест-систем, разработанных д-ром хим. наук, профессором В.Г. Амелиным (Владимирский государственный университет). Минерализацию почв определяли кондуктометрическим методом на приборе Анион-7020.

Нами были выявлены наиболее значимые источники загрязнения, для данных населенных пунктов – это преимущественно передвижные источники (личный автомобильный транспорт, междугородние автобусы, железнодорожные развязки, на въезде - транзитные большегрузы). Построены графики зависимости содержания отдельных поллютантов от удаленности от источника загрязнения, проведено моделирование изменения рН и ОВП почв ландшафтно-архитектурных ансамблей, выделены участки, на которых антропогенная нагрузка максимальна. Анализ полученных результатов с достаточной степенью уверенностью позволяет говорить о подщелачивании почв в городах по направлению от периферии к центру. Показана зависимость экологической устойчивости изучаемых биогеоценозов от расстояния от источника загрязнения - при увеличении расстояния от автомагистрали четко прослеживается возрастание ОВП, уменьшение актуальной кислотности почв и общей минерализации.

На данных ландшафтно-архитектурных ансамблях наряду с использованием физических и физико-химических методов анализа нами проводилось биоиндикационное обследование с использованием метода «Биотест», основанного на расчете показателя флуктуирующей асимметрии. В качестве тест-объектов были выбраны древесные культуры. Анализ полученных результатов позволил выявить взаимосвязь между нарушением стабильности развития растений и некоторыми характеристиками почвы. Нами впервые показано, что ландшафтно-архитектурные ансамбли с высоким уровнем флуктуирующей асимметрии растений отличаются почвами с пониженной кислотностью, узким интервалом буферности и низким значением окислительно-восстановительных потенциалов, что свидетельствует о нарушении биогеоциркуляции химических веществ и может привести к деградации зеленых насаждений, что подтверждается значениями флуктуирующей асимметрии.

ПРИМЕНЕНИЕ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

О.В. Шуваева^{1,2}, Е.В. Полякова^{1,2}, О.С. Кощева¹

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

² Новосибирский государственный университет, 630090, ул. Пирогова, 2,
e-mail: olga@niic.nsc.ru

Метод капиллярного электрофореза (КЭ), благодаря простоте оборудования, минимальной процедуре пробоподготовки и высокой эффективности разделения определяемых компонентов, находит все более широкое применение в исследовании природных и техногенных систем. Существенным ограничением метода КЭ является низкая чувствительность при использовании наиболее доступного спектрофотометрического детектора проточного типа из-за малой длины оптического пути, однако этот недостаток можно скомпенсировать за счет применения специфических приемов, таких как *on line* концентрирование пробы (стэкинг) либо дериватизация в процессе разделения непосредственно в капилляре.

В данной работе представлены результаты по изучению влияния основных параметров КЭ, а именно: состава, ионной силы и рН электролита, величины и направления электроосмотического потока, способа ввода пробы в капилляр, электропроводности вводимой пробы и др. на эффективность разделения и степень концентрирования аналитов в водах различной природы.

Рассмотрены также эффекты, обусловленные сложным составом пробы при анализе реальных образцов методом капиллярного электрофореза, которые, как правило, проявляются в виде:

- снижения чувствительности определения микрокомпонентов для проб с высокой электропроводностью, при этом наблюдается эффект, противоположный стэкингу, приводящий к размыванию пиков. Данная проблема носит общий характер для капиллярного электрофореза в целом;

- перекрывания сигналов аналитов и других компонентов пробы, что связано с существенным различием их содержаний в анализируемом образце;

- влияния компонентов пробы на величины аналитических сигналов определяемых компонентов, которое возникает как результат изменения электрофоретических параметров процесса, а также при взаимодействии компонентов пробы с аналитами.

На основе проведенных исследований за счет сочетания вышеперечисленных приемов по оптимизации процедуры электрофоретического разделения, а также благодаря устранению и учету эффектов влияния состава пробы разработаны методики определения хлорида, нитрата, сульфата, нитрита, бромиды, иодида, фторида, фосфата, различных анионных форм мышьяка в природных водах различного происхождения (снеготалых, поверхностных, минеральных и вулканических) и в техногенных водах (шахтных и водах хвостохранилищ) на уровне содержаний от 0,005 до 50 мг/л.

Показана возможность применения капиллярного электрофореза для определения микро- и макрокомпонентов в объектах окружающей среды. В качестве примеров применения зонного капиллярного электрофореза с использованием специфических подходов, обеспечивающих минимальные пределы обнаружения при максимальной селективности анализа, представлены результаты исследований по изучению вещественного состава объектов окружающей среды в зоне действия источников антропогенного загрязнения.

МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАМЕТРА ХПК НА ОСНОВЕ АНАЛИЗА ОТЕЧЕСТВЕННЫХ И ЗАРУБЕЖНЫХ МЕТОДИК

Е.В. Шульгина¹, А.С. Почтовалова¹, К.Г. Боголицын^{1,2}, И.В. Баженова¹

¹ Северный (Арктический) федеральный университет, Россия, г. Архангельск, shulgina.ev@yandex.ru

² Институт экологических проблем Севера УрО РАН, Россия, г. Архангельск

На территории Архангельской области работают три крупных предприятия: Архангельский, Соломбальский и Котласский целлюлозно-бумажные комбинаты. Все они являются потребителями воды на производственные нужды и, соответственно, сбрасывают в природные водоемы значительные количества сточных вод.

Сточные воды предприятий ЦБП представляют собой многокомпонентную систему, качественный и количественный состав которой варьируется в зависимости от реализуемых технологий, используемого сырья и химикатов.

Одним из важнейших показателей оценки качества сточных вод является химическое потребление кислорода (ХПК). Он включен в перечень «Оценки качественного состава сточных вод ЦБП» Министерства лесной и деревообрабатывающей промышленности РФ и Международного законодательства, в связи с его биогенным действием на экологическую систему всех регионов.

В ходе исследования проводили сравнительный анализ определения химического потребления кислорода по методикам ПНД Ф 14.1:2:4.190-03, ИСО 6060 и DIN 38 409 (часть 41). Проанализировали методологические подходы, реализованные в указанных методиках.

По результатам определения ХПК в стандартных растворах (ГСО № 8048-94) и стоках АЦБК рассчитаны следующие метрологические характеристики: среднее квадратичное отклонение (S); предел повторяемости ($r_{л}$) и предел воспроизводимости ($R_{л}$) методики анализа; границы абсолютной ($\Delta_{л}$) и относительной погрешности ($\delta_{л}$) погрешности.

С целью проверки сходимости методик проведено сопоставление результатов значений ХПК в стандартных растворах и стоках АЦБК, которые показали хорошую сходимость. Построены графики корреляции между методиками (коэффициент парной корреляции 0,8465 – 0,9975).

Таким образом, показано, что

- При низких значениях показателя ХПК (менее 50 мгО₂/л) целесообразнее использовать методику ПНД Ф, т.к. в данном диапазоне значений показателя ХПК возникает наименьшая погрешность измерений.
- При значениях ХПК свыше 50 мгО₂/л можно применять все вышеперечисленные методики ПНД Ф, ИСО и DIN.

СИСТЕМА ЭКОЛОГИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА ЖИДКИХ ПРОБ

А.В. Шуманов, С.А. Солнцев, К.О. Нагорнов, В.И. Капустин

Московский государственный институт радиотехники, электроники и автоматики
(технический университет), 119454, г. Москва, пр. Вернадского, 78

Система предназначена для многопараметрического экспресс-анализа жидких проб на наличие следовых количеств органических соединений азота, фосфора, мышьяка и серы.

В состав системы входят дрейф-спектрометрический детектор с селективным поверхностно-ионизационным источником ионов органических соединений, программно - нагреваемый термодесорбер жидких проб, снабженный системой очистки входного канала от следов предыдущих проб, и система управления и вывода информации на базе ноутбука с пакетом программ для автоматического распознавания органических соединений азота, фосфора, мышьяка и серы. Внешний вид прибора показан на рисунке.



Внешний вид прибора для экологического мониторинга жидких проб.

Жидкие пробы объемом $5 \div 20$ мкл в виде растворов органических соединений помещают в термодесорбер, после чего термодесорбер автоматически перемещается в область вблизи входного канала дрейф-спектрометрического детектора. Затем автоматически включается нагрев термодесорбера до температуры $200 \div 300$ °С со скоростью нагрева $5 \div 7$ °С/сек., и детектор в автоматическом режиме определяет три идентификационные характеристики органических соединений. В качестве растворителя органических соединений допускается использование воды, спирта, ацетона и т.д.

Идентификационными параметрами органических соединений являются:

- величина энергии активации десорбции (теплота сублимации) органических соединений;
- величина энергии активации поверхностной ионизации органических соединений;
- дрейфовая подвижность ионов органических соединений.

Особенностями системы являются помехозащищенность от колебаний влажности воздуха и селективность детектирования органических соединений азота, фосфора, мышьяка, серы.

Эффективная разрешающая способность прибора составляет от 500 до 1000, чувствительность лежит в интервале $10^{-10} \div 10^{-12}$ грамм/см³ (в газовой фазе) в зависимости от типа органического соединения. Время детектирования и анализа составляет $10 \div 30$ сек. Питание прибора осуществляется от сети 220 В, 50 Гц, условия эксплуатации: температура – от 5 до 40 °С, влажность – до 95%.

В настоящее время разработан промышленный прототип прибора. Система может быть использована в области экологического мониторинга окружающей среды, в области химической и пищевой промышленности, в аналитической химии, медицине, для контроля отходов промышленных производств.

СНЕЖНЫЙ ПОКРОВ КАК ИНТЕГРАЛЬНЫЙ ИНДИКАТОР ЗАГРЯЗНЕНИЯ ГОРОДСКОЙ СРЕДЫ

М.А. Шумилова¹, О.П. Дружаккина²

¹ Учреждение российской академии наук Институт прикладной механики УрО РАН, 426067, Россия, г. Ижевск, ул. Т.Барамзиной, 34

² ГОУ ВПО «Удмуртский государственный университет», 426034, Россия, г. Ижевск, ул. Университетская, 1 (корп. 1)

Снежный покров обладает рядом свойств, которые позволяют его использовать в качестве уникального индикатора качественных и количественных характеристик при исследовании аэротехногенных загрязнений. Снег как объект мониторинга незаменим при установлении источников загрязнения, а также при определении их области влияния. С одной стороны, он является главным системообразующим компонентом снежного покрова, а с другой стороны – носителем его качеств. Благодаря процессу естественного концентрирования при образовании и выпадении снега концентрация загрязняющих веществ в нём обычно на 2-3 порядка превышает их содержание в атмосферном воздухе, что позволяет определять содержание поллютантов довольно простыми химическими методами с высокой степенью достоверности результатов. Достаточно одной лишь пробы по всей толще снежного покрова, чтобы получить представительные данные о загрязнении за весь зимний период от образования устойчивого снежного покрова до момента отбора пробы в начальный период снеготаяния.

Отбор снежных проб производился весовым снегомером перед началом таяния снега - в период максимального влагозапаса в различных районах города Ижевска, отличающихся как по уровню выбросов крупных промышленных предприятий, так и по интенсивности движения автотранспорта. При мониторинге снежного покрова нами анализировались жидкая и твердая фазы: в фильтрате определяли основные растворимые химические макрокомпоненты талой воды, в осадке – содержание взвешенных веществ. Химические анализы выполнялись по стандартным методикам в соответствии с ГОСТом. Пробоподготовка снега заключается в растапливании отобранных проб; для изучения возможных потерь определяемых компонентов в процессе пробоподготовки нами были исследованы режимы топления проб.

Геохимическая индикация загрязнения снежного покрова основывалась в первую очередь на сравнении содержания поллютантов загрязненных городских проб с их фоновыми аналогами с помощью коэффициента концентрации химических элементов K_c , показывающим кратность превышения содержания рассматриваемого показателя в точке апробирования над его содержанием в аналогичной природной среде на фоновом участке. Согласно полученным экспериментальным данным было установлено, что в зимний период одним из основных источников макрохимических загрязнений территорий, расположенных вдоль крупных автомагистралей, является не столько сам автотранспорт, сколько широко используемые антигололедные средства, которые снегоуборочная техника сдвигает к лотковой части дорог и откидывает на расстояние 5-10 м от проезжей части. Являясь важным фактором безопасности движения в населенных пунктах, противогололедная реагентная обработка дорог формирует целый комплекс негативных воздействий на окружающую природу и инженерные структуры города.

В связи с этим одной из важнейших задач городского хозяйства северных территорий является вывоз загрязненного снега с городских магистралей и его утилизации; для чего необходимо иметь сеть равномерно распределенных по территории города снегоплавильных камер на канализационных коллекторах с последующей очисткой талых и фекальных стоков на городской станции аэрации.

ОСОБЕННОСТИ ПОВЕДЕНИЯ СОЕДИНЕНИЙ МЫШЬЯКА В ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЕ

М.А. Шуилова, О.С. Набокова, В.Г. Петров

Учреждение Российской академии наук Институт прикладной механики УрО РАН,
426067, Россия, г. Ижевск, ул.Т.Барамзиной, 34

Соединения мышьяка согласно ГОСТ 17.4.1.02-83 «Охрана природы. Почвы» относятся к первому классу опасности. Наиболее распространенной формой в условиях окружающей среды является As^{5+} , присутствующий в виде $H_2AsO_4^-$; наиболее токсичный и растворимый As^{+3} в форме $H_3AsO_3^0$ доминирует только при низких значениях рН и Eh среды. В зависимости от природных условий соединения мышьяка могут трансформироваться из одной формы в другую. Данное явление необходимо учитывать при мониторинге загрязнения мышьяком геохимических зон, связанных с рудными месторождениями, а также при организации работ по обезвреживанию мышьяка, попавшего в результате инцидентов техногенного характера в природные объекты, такие как почва, вода, донные отложения водоемов.

Попадание соединений мышьяка в окружающую среду может произойти при выполнении работ по уничтожению химического оружия. Также мышьяк зачастую мигрирует за пределы зон промплощадок промышленных предприятий. В Удмуртской Республике при работах по уничтожению люизита в г.Камбарке анализ почвенных образцов и донных отложений на содержание тяжелых металлов и мышьяка методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии проводили в Центральной экоаналитической лабораторий Регионального Центра Государственного экологического контроля и мониторинга по Удмуртской Республике в соответствии с методиками, разработанными Федеральным государственным учреждением «Государственный научно-исследовательский институт промышленной экологии» (г.Саратов). Отбор, консервация, хранение и транспортировка природных образцов для проведения экоаналитических исследований осуществлялись в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01-83 и ГОСТ 28168-89.

На основе экспериментальных данных анализа почвенных образцов и донных отложений установлено, что соединения мышьяка обладают повышенной миграционной способностью в природных объектах по сравнению с другими тяжелыми металлами. Данное явление можно объяснить тем, что в отличие от большинства других металлов, находящихся в почвенном растворе в катионной форме, наиболее распространенными видами соединений мышьяка в природных объектах являются арсенит- и арсенат-ионы, то есть вещества в анионной форме. Минерализация (образование нерастворимых соединений) мышьяка в виде арсенатов железа, алюминия и др. металлов происходит в кислой среде, когда подвижны катионы металлов. В нейтральной и тем более слабощелочной среде уже катионы металлов таких, как Zn^{2+} , Ni^{2+} , Cu^+ , Cu^{2+} , Cr^{3+} и др., находятся в минерализованном состоянии в виде оксидов, гидроксидов, карбонатов, фосфатов, связанные с почвенным поглощающим комплексом. При $pH > 6$ ионообменная сорбция анионов почвами резко снижается, что является причиной высокой подвижности соединений техногенного мышьяка в окружающей среде и обуславливает высокую миграционную способность в почвах и природных водах, а также возможность попадания в подземные воды. Локализация мышьяксодержащих соединений может происходить лишь в определенных условиях. Такие отличительные особенности поведения соединений мышьяка в природных объектах свидетельствуют о том, что подход к организации мониторинга техногенного загрязнения мышьяком должен отличаться от организации мониторинга загрязнения окружающей среды тяжелыми металлами.

ИОНОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ ПОДГРУППЫ ЦИНКА В ВОДАХ

Н.В. Щеглова, Т.В. Попова

Марийский государственный университет, 424001, Россия, Республика Марий Эл,
г. Йошкар-Ола, пл.Ленина, 1

Высокая токсичность, низкая способность к биотрансформации при действии детоксикантов и мутагенные свойства соединений кадмия и ртути обуславливают необходимость контроля за содержанием этих металлов, в том числе и в водных объектах. Одним из эффективных способов, позволяющих осуществлять экспрессный анализ многокомпонентных водных систем, является совместное ионохроматографическое определение анионов и металлов в виде анионных комплексов с этилендиаминтетрауксусной кислотой (ЭДТА) с применением анионообменных систем разделения. В связи с этим проведено изучение возможностей метода ионной хроматографии в анионообменном варианте с подавлением для решения задач одновременного разделения и определения неорганических анионов и металлов подгруппы цинка в составе комплексов с ЭДТА.

Благодаря высокой термодинамической стабильности ЭДТА-комплексов цинка и кадмия и эквимолярному соотношению основных компонентов в координационной сфере хелатов максимальное связывание катионов металлов комплексообразующим реагентом не требует введения в анализируемый раствор значительного избытка ЭДТА. Сравнительный анализ билогарифмических зависимостей удерживания ЭДТА-комплексов цинка и кадмия и некоторых неорганических анионов (Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-}) от концентрации карбонатной подвижной фазы показал, что изменение коэффициентов удерживания при варьировании состава элюента происходит в соответствии с зарядом депротонированных этилендиаминтетраацетатов металлов. При этом во всем исследованном интервале концентраций элюента среднеудерживаемые комплексоны цинка и кадмия эффективно отделяются от сильноудерживаемых анионов ЭДТА, несвязанных комплексообразованием с металлами. Установлено также, что независимо от состава матрицы и функциональных групп неподвижной фазы ЭДТА-комплекс ртути(II) не удерживается на низкеемкостных полимерных анионообменниках, в то время как для хелатов цинка и кадмия характерно уменьшение сорбируемости при увеличении радиуса катиона металла. Подобное поведение определяется возрастанием размера координационных частиц металлов и уменьшением зарядовой плотности на единицу поверхности комплексного иона, что в свою очередь приводит к уменьшению удерживания на анионообменных сорбентах в ряду цинк – кадмий – ртуть.

Изменением кислотности растворов проб установлены оптимальные условия для чувствительного ионохроматографического определения цинка и кадмия в виде анионных комплексов с ЭДТА. Постоянство параметров хроматографических пиков комплексонов сохраняется при введении в хроматографические системы проб с кислотностью 3,2 – 10,0 единиц pH. При изменении pH пробы (менее 3,2 и более 10,0 единиц pH) происходит уменьшение высот пиков комплексов металлов, обусловленное конкурирующими процессами кислотно-основного характера. Использование оптимальных условий обеспечивает чувствительное ионохроматографическое определение ионов цинка и кадмия в виде анионных хелатов с ЭДТА в водах на уровне 0,05 мкг/мл.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (Темплан НИР ГОУВПО "МарГУ" на 2010-2012 гг.)

К ВОПРОСУ О РАСПРЕДЕЛЕНИИ ФОРМ АЗОТА В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ

Г.Я. Эстрина, Е.Ю. Никифорова, Н.В. Труханова, И.А. Мельницкий
МУП «Уфаводоканал», 450098, Россия, Башкортостан, г.Уфа, ул.Российская 157/2

Азот относится к числу важнейших биогенных элементов, концентрация его соединений в значительной мере определяет экологическое и санитарное состояние водоема. Поэтому общий азот может служить одним из главных показателей эвтрофикации водных объектов. В поверхностных водах азот содержится в виде растворенного молекулярного азота, минеральных (нитратный, нитритный, аммонийный) и органических форм.

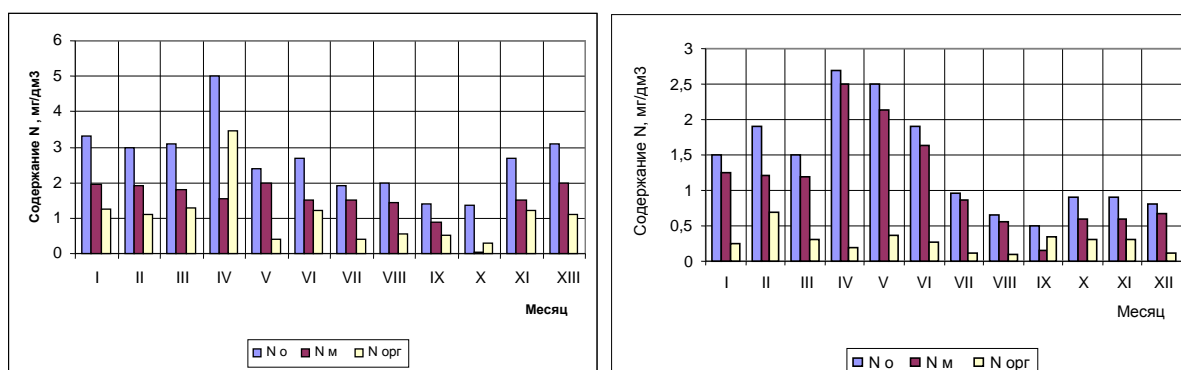
Проведены исследования по выявлению внутригодовых изменений содержания указанных форм азота и соотношений биогенных веществ в реках Уфа и Белая.

Для определения содержания растворенного минерального азота (N_M) и общего азота (N_o) использовали фотометрические методы, численность и биомассу фитопланктона оценивали счетно-объемным методом. В связи с разнообразием форм существования органического азота, единого аналитического метода определения этого показателя не существует. Он рассчитывается как разность между величиной N_o и N_M .

Приведены характерные особенности распределений и соотношений концентраций минеральных и органических форм азота в реках. Выявлено внутригодовое изменение концентраций азота в реках, также установлено различие состава рек по содержанию в них органических и минеральных форм азота (рис.).

Показано, что сезонные изменения концентраций минеральных форм азота в основном обусловлены потреблением их фитопланктоном. Это подтверждается вполне четкой корреляционной связью между содержанием N_M и биомассой фитопланктона.

Проведена оценка влияния количественного состава фитопланктона на уровень содержания в воде азота по величине соотношения биомассы и N_o (B/N_o), которая отражает обеспеченность фитопланктона биогенными веществами и эффективность их использования. Соотношение B/N_o важно для получения количественных зависимостей при оценке экологического состояния водоемов.



а

б

Рис. Динамика распределения N- соединений в 2008 г. в: а) р.Белая б) р.Уфа

Информация о содержании и распределении в водоемах различных форм N позволяет оценивать качество воды и представляет интерес при решении таких вопросов, как баланс биогенных веществ, взаимосвязь между процессами жизнедеятельности водных организмов и химическим составом воды.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МОДЕЛИ ПРОЦЕССОВ ПАССИВНОГО ОТБОРА ПРОБ ДИОКСИДА АЗОТА ПРИ МОНИТОРИНГЕ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА

Н.А. Юшкетова, В.А. Поддубный, Ю.И. Маркелов

Учреждение Российской академии наук Институт промышленной экологии
Уральского отделения РАН, 620219, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 20

Пассивный отбор проб основан на накоплении вещества в пробоотборном устройстве под действием молекулярной диффузии и физической или химической сорбции, без принудительной прокачки анализируемого воздуха. Этот метод отбора проб позволяет оценить концентрацию загрязняющего вещества в окружающей среде, осредненную за период пробоотбора (от нескольких часов до нескольких недель). В реальных условиях измерений на процесс накопления вещества во многом влияют параметры внешней среды (ветер, температура, влажность воздуха и т.д.), которые должны быть корректно учтены для интерпретации данных пробоотбора.

В настоящее время при расчете концентрации загрязняющего вещества по данным пассивного пробоотбора используется простейшая модель процесса, в которой предполагается, что накопление проходит стационарно и сорбент является идеальным, т.е. полностью поглощает всё количество поступающего к его поверхности загрязняющего вещества.

Сравнение результатов измерений концентрации NO_2 , полученных с помощью пассивных пробоотборников, и результатов, полученных другими методами мониторинга, показало, что эти данные могут значительно различаться, в пределах от -50 до 30%. По результатам трехлетних измерений, выполненных авторами на Среднем Урале, обнаружено статистически значимое систематическое занижение концентраций диоксида азота в атмосфере, рассчитанных по данным пассивного пробоотбора. Таким образом, существующая модель обработки результатов пассивного отбора проб требует уточнения.

В данной работе рассмотрен метод пассивного отбора проб NO_2 с использованием в качестве сорбента водного раствора триэаноламина (ТЭА), при котором накопленный NO_2 определяется в виде нитрит-ионов. Предложена модель, рассматривающая влажность воздуха как основной внешний фактор, влияющий на протекание физико-химических процессов накопления диоксида азота.

Модель учитывает разные пути протекания реакции хемосорбции и степень перехода диоксида азота в нитрит-ион в зависимости от количества воды в растворе сорбента. Предполагается, что существует такое соотношение количества молей воды к количеству молей сорбента, при котором коэффициент перехода диоксида азота в нитрит равен единице (как в простейшей модели), при меньшем или большем содержании влаги реализуются другие реакции с образованием других продуктов, которые снижают общее значение коэффициента образования NO_2^- .

На основе данных натуральных измерений концентрации диоксида азота в атмосферном воздухе были рассчитаны значения эмпирических коэффициентов, входящих в предлагаемую модель процесса пробоотбора. Использование разработанной модели для обработки результатов пассивного отбора проб позволило исключить систематическое различие между данными, полученными разными методами мониторинга.

РЕДОКС-СЕЛЕКТИВНАЯ КАТОДНАЯ ЭЛЕКТРОХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ

В.В. Ягов¹, Т.О. Феденко¹, И.В. Ягова²

¹Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского РАН, г. Москва

²Московский государственный медико-стоматологический университет

Катодная электрохемилюминесценция (ЭХЛ) возникает на электродах с нанометровыми диэлектрическими слоями вследствие туннелирования электронов через поверхностный барьер при наложении импульсов отрицательной полярности. Для регенерации оксидного слоя необходимы также анодные импульсы. Таким образом, для возбуждения катодной ЭХЛ используют переменный ток, во многих случаях в систему также вводят окислители (пероксиды, бромат, нитрат и др.), образующие целый ряд как промежуточных, так и устойчивых продуктов неполного восстановления. В этих условиях, как полагали ранее, не приходится ждать селективного ЭХЛ-отклика на введение определенной валентной формы металла-активатора; независимо от исходного состояния степень окисления активатора будет меняться так, как это навязано внешними условиями. Однако в настоящей работе на примере Sn(II)/Sn(IV) показано нами было показано, что селективное возбуждение возможно, причем коэффициент селективности может достигать 10000. Процесс восстановления Sn(IV) до Sn(II) в фосфорнокислых растворах идет достаточно медленно и может быть дополнительно подавлен, что позволяет добиться высокой селективности при определении Sn(II) в присутствии Sn(IV). Применяя короткие импульсы удается улучшить избирательность определения восстановленной формы. Аналогичный эффект, хотя и менее ярко выраженный, наблюдали в нейтральной среде для Tl(I)/Tl(III) и в кислой среде для Mn(II)/Mn(III). Для таллия и марганца большая интенсивность и более быстрый отклик наблюдается при введении окисленных форм металла, коэффициент селективности составляет около 10.

Метод ЭХЛ отличается высокой чувствительностью и экспрессностью (возможны определения на уровне субнанолярных концентраций с временем отклика менее секунды). Селективное определению отдельных валентных форм металлов-активаторов делают ЭХЛ чувствительным инструментом исследования окислительно-восстановительных процессов в области низких концентраций реагентов. Редокс-селективная ЭХЛ Sn(II) может быть применена для косвенного детектирования окислителей, определения конечной точки окислительно-восстановительного титрования, для изучения адсорбции, в кинетическом анализе и химии высоких энергий. Полученные данные по редокс-селективности ЭХЛ существенны для понимания механизма возбуждения.

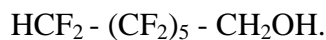
ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЦЕЗИЯ И СТРОНЦИЯ ИЗ ПРИРОДНЫХ ВОД И ПОЧВ КРАУН-ЭФИРАМИ ВО ФТОРОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ

В.В. Якишин, О.М. Вилкова

Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии, 115409,
г. Москва, Каширское шоссе, д.33.

Селективное извлечение радионуклидов цезия и стронция из сложных по химическому составу природных вод и почв актуально с целью разработки методов радиационного контроля этих элементов. Разработаны методики определения $^{89,90}\text{Sr}$ в водах, почвах и биологических материалах с применением экстракции стронция раствором цис-син-цис дициклогексил-18-краун-6 (ДЦГ18К6 «А») в хлороформе. С целью дальнейшего повышения селективности извлечения цезия и стронция изучены процессы экстракции этих элементов из сложных по химическому составу азотнокислых водных систем растворами ДЦГ18К6 «А» и *д-трет.*бутилдициклогексил-18-краун-6 (ДТБДЦГ18К6) во фторированных спиртах 1,1,5-тригидрооктафторпентаноле (СТn_2) и 1,1,7-тригидрододекафторпентаноле (СТn_3).

Применение 1,1,7-тригидрододекафторгептанола позволяет отказаться от хлорпроизводных углеводородов, обладающих низкой радиационной устойчивостью. Кроме того, он негорюч, малотоксичен, достаточно хорошо растворяет краун-эфиры и их производные (так, ДТБДЦГ18К6 растворим свыше 0,5 моль/л, т.е. свыше 250 г/л), $t_{\text{кип}} = 170^\circ\text{C}$:



Методом хроматомасс-спектрометрии была определена взаимная растворимость компонентов в системе 1,1,7-тригидрододекафторгептанол - вода: вода в спирте – 0,5 мас. %, спирт в воде – 0,16 мас. %. Кроме того, этим методом была определена чистота использованного нами образца спирта - не менее 99,8 мас. %. Для этого была использована хромато-масс-спектрометрическая система фирмы Agilent Technologies, состоящая из газожидкостного хроматографа серии 6890 и квадрупольного масс-спектрометра 5973 N.

В изученных процессах экстракции зависимость коэффициентов распределения стронция (D_{Sr}) от концентрации азотной кислоты носит экстремальный характер с максимумом в области 2 - 3 М HNO_3 , где достигается практически полное селективное извлечение стронция ($D_{\text{Sr}} > 100$). Для селективного извлечения цезия предлагается использовать дибензо-21-краун-7 (ДБ21К7) в растворе СТn_3 с добавкой фосфорномолибденовой гетерополикислоты, что позволяет достичь величины $D_{\text{Cs}} > 100$.

Таким образом, применение краун-эфиров в растворе полифторированного спирта СТn_3 при экстракции цезия и стронция повышает селективность процесса экстракции, и эту систему можно рекомендовать для выполнения пробоподготовки при радиометрическом определении этих элементов в объектах окружающей среды.

ИМПУЛЬСНО-ПЕРЕМЕННОТОКОВОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В ВОДНЫХ СРЕДАХ

И.М. Яснев, О. В. Мустя, С.С. Ермаков

Санкт-Петербургский Государственный Университет, 198504, г. Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский проспект, 26

Предложен способ электрохимического детектирования, сущность которого состоит в том, что на рабочий электрод налагается импульс определенной формы (на фронт импульса накладывается переменнo-токовая развертка напряжения) и регистрируется ток электрохимической реакции в области потенциалов полувольты определяемого компонента. Импульс на систему накладывается многократно, потенциал каждый раз возвращается к своему первоначальному значению, что уменьшает влияние адсорбции аналита и продуктов электрохимической реакции неравновесные системы. Такой способ измерений включает в себя достоинства переменнo-токовых методов (чувствительность) и импульсных (возврат к начальному значению напряжений после цикла измерений и нечувствительность к адсорбции аналитов или продуктов электрохимической реакции).

На примере определения бензохинона и фенола в водных средах обоснован оптимальный выбор параметров импульса (амплитуда и длительность). Найдены пределы обнаружения, характеризующиеся более низкими значениями, чем для нормального импульсного и постоянно-токового методов.

СОРБЦИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ АМИНОВ НА ПОВЕРХНОСТИ ГРАФИТОПОДОБНОГО АДСОРБЕНТА *HYPERCARB* В УСЛОВИЯХ ВЭЖХ

Е.А. Яшкина, Д.А. Светлов, С.Н. Яшкин

ГОУ ВПО "Самарский государственный технический университет", 443100,
г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

В продолжение проводимых нами исследований [1], посвященных изучению комплекса адсорбционно-хроматографических свойств анилина и его производных исследовано хроматографическое удерживание анилина и его производных (алкил-, галоген-, нитро-, гидроксид- и др.) на поверхности углеродного графитоподобного адсорбента *Hypercarb* в условиях ВЭЖХ. В качестве органического модификатора подвижной фазы (ПФ) использованы ацетонитрил, метанол, хлороформ, хлористый метилен (ОФ-режим), а также *n*-гексан (НФ-режим). Хроматографирование осуществляли в условиях изократического элюирования при различных температурах термостата колонки.

Установлено, что в зависимости от состава водно-органического элюента наблюдаются различные закономерности удерживания, обусловленные доминирующим вкладом в суммарную энергию сорбции межмолекулярных взаимодействий с компонентами ПФ или с адсорбентом. Показано, что в случае алкиланилинов параметры удерживания на колонке с *Hypercarb* хорошо коррелируют с характеристиками адсорбции этих соединений из газовой фазы в условиях ГАХ на колонках с ГТС [1]. С ростом элюирующей силы ПФ удерживание производных анилина с полярными функциональными группами заметно отличается от закономерностей сорбции из газовой фазы на поверхности ГТС. Были установлены оптимальные условия достижения максимальной селективности разделения смесей близких по свойствам мета- и пара-изомеров производных анилина. В рамках молекулярно-статистической теории адсорбции предложена модель удерживания производных анилина на графитоподобной поверхности из среды полярного органического элюента, позволяющая количественно определить отдельные вклады адсорбента и элюента в хроматографическое удерживание молекулы адсорбата в целом. Получен ряд важных корреляционных соотношений, позволяющих использовать данные молекулярно-статистических расчетов из газовой фазы применительно к условиям эксперимента в ВЭЖХ на колонках с *Hypercarb*.

Подробно исследовано применение α - и β -циклодекстринов в качестве добавок в ПФ для увеличения селективности разделения изомерных производных анилина. Впервые определены константы устойчивости комплексов "производное анилина - α -/ β -циклодекстрин", имеющие большое практическое значение для развития методов концентрирования и экстракции указанных соединений. Показано, что существенное влияние на стабильность полученных комплексов наряду с молекулярной структурой производного анилина и размера полости циклодекстрина оказывает состав водно-органического элюента: реализация сильных межмолекулярных взаимодействий с элюентом снижает устойчивость соответствующего комплекса "производное анилина - α -/ β -циклодекстрин". В работе предложен ряд оригинальных методик определения производных анилина из различных природных матриц (вода, почва), что может быть использовано в практике эколого-аналитического мониторинга различных объектов.

Литература

1. Яшкина Е.А., Светлов Д.А., Яшкин С.Н. // Журн. физ. Химии, 2012, Т.86 (в печати).

VIII ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ ПО АНАЛИЗУ ОБЪЕКТОВ
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ «ЭКОАНАЛИТИКА-2011» И ШКОЛА МОЛОДЫХ
УЧЕНЫХ, ПОСВЯЩЕННЫЕ 300-ЛЕТИЮ СО ДНЯ РОЖДЕНИЯ
М.В. ЛОМОНОСОВА

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

Компьютерная верстка и дизайн обложки
А.Е. Бызов

Статьи печатаются в редакции авторов

Подписано в печать _____. Формат 60x84/8.

Усл. печ. л. _____. Тираж 250 экз. Заказ № ____.

Отпечатано в полном соответствии с качеством предоставленного оригинала-макета
в Северном (Арктическом) федеральном университете

163002, г.Архангельск, наб.Сев.Двины, 17.

Аналитические приборы Шимадзу

Компания SHIMADZU (Япония) – крупнейший в Японии производитель аналитического и испытательного оборудования. Компания входит в тройку ведущих мировых производителей аналитического оборудования.

Основные группы оборудования Шимадзу:

Оптическая спектроскопия:

спектрофотометры, атомно-абсорбционные спектрометры, ИК—Фурье-спектрометры, спектрофлуориметры, оптические эмиссионные спектрометры (ICP и искровые

Хроматография и хроматомасс-спектрометрия:

газовые хроматографы и хроматомасс-спектрометры квадрупольные, жидкостные хроматографы и хроматомасс-спектрометры (одиночный квадруполь, тройной квадруполь, IT-TOF).

Рентгеновское оборудование: рентгенофлуоресцентные спектрометры, рентгеновские дифрактометры.

Оборудование для исследования поверхности и микро/нано объектов:

атомно-силовые микроскопы, электронно-зондовые микроанализаторы, анализаторы размеров частиц.

Масс-спектрометры высокого разрешения: MALDI-масс-спектрометры, и сопутствующее оборудование.

Анализаторы органического углерода и азота, электронные весы и гравиметрические влагомеры

и целый ряд другого оборудования (для механических испытаний, для биотехнологических исследований и т.д.)

Компания Shimadzu - лидер в области спектроскопии, хроматографии и хроматомасс-спектрометрии.

Shimadzu выпускает самый быстрый и самый чувствительный на рынке настольный квадрупольный хроматомасс-спектрометр QP 2010 Ultra для обнаружения и идентификации ультра-следовых загрязнений в сложных матрицах. Этот прибор входит и в состав систем для многомерной ГХМС, обеспечивающих решение таких сложных задач, как идентификация источников загрязнения среды нефтепродуктами, определение полихлорированных бифенилов и т.д. ВЭЖХ системы Shimadzu позволяют проводить разделение и анализ как в режиме традиционной, так и сверх-быстрой хроматографии. Уникальная модель ВЭЖХ LC 30 Nexera имеет насос, поддерживающий максимальное давление 1300 атмосфер и термостат, обеспечивающий температуры до 150°C. Это позволяет на порядок

сократить время анализа и отказаться в ряде случаев от использования органических растворителей, заменив

их на воду. ICP-спектрометр Шимадзу (ICPE-9000), оснащенный CCD-детектором на 1050000 пикселей может

одновременно регистрировать более 300000 спектральных линий. В сочетании с мощнейшим программным обеспечением это позволяет проводить надежный качественный и количественный анализ объектов любого уровня сложности без предварительного выбора рабочих линий. Компания «АНАЛИТ» (Санкт-Петербург, Уфа, Казань, Нижний Новгород) - крупнейший и лучший генеральный дистрибьютор SHIMADZU в РФ. Кроме давних партнерских отношений с Шимадзу, компания АНАЛИТ является эксклюзивным дистрибьютором компании "ANTEC" (Нидерланды) – производителя электрохимических детекторов для жидкостной хроматографии,

официальным дистрибьютором компаний "Optical Activity" и "Index Instruments" (Англия) - производителей поляриметров и рефрактометров, поставляет микроволновые печи различных производителей и сотрудничает еще с целым рядом зарубежных и отечественных компаний, дополняющих линейку приборов Шимадзу.

Компания АНАЛИТ располагает собственной сервисной службой и аккредитованной аналитической лабораторией. АНАЛИТ регулярно проводит теоретические и практические занятия по инструментальным методам аналитической химии для специалистов ваших лабораторий и предоставляет им полную методическую поддержку.

По результатам работы в 2008-2010 гг. Аналит внесен в Реестр Добросовестных Поставщиков Системы Добровольной Сертификации Поставщиков продукции РФ.



Спектрофотометр UV-1800

AA-спектрометр AA-7000



ICP-спектрометр ICPE-9000



ГХ GC-2010Plus



ГХМС QP-2010Ultra



ВЭЖХ LC-30



Тройной квадруполь LCMS-8030



Электронный микрозонд EPMA-1720





Продажа, инсталляция, консультации и ремонт.

Официальный представитель Dionex Corp. в России и СНГ
Московское представительство «Абакус Аналитические Системы
ГмбХ»

127106, Россия, Москва, Гостиничный проезд, д.4Б, офис 413
тел.: (495) 726-55-40, факс: (495) 726-55-41

WEB: www.abacus-lab.ru E-mail: lab@abacus-lab.ru

Наша компания более 20 лет успешно сотрудничает с российскими научными организациями и промышленными предприятиями. Мы являемся официальными представителями таких мировых лидеров в производстве сложного аналитического оборудования, как Dionex (США) и Elementar (Германия). Мы осуществляем продажу оборудования на территории России и СНГ, инсталляцию, консультации пользователей и ремонт оборудования.



Корпорация Dionex разрабатывает и изготавливает хроматографические системы и системы для экстракции, которые используются для разделения, извлечения и идентификации компонентов химических смесей.



Системы для ВЭЖХ.

- Комплексные системы начального уровня
- Комплексные системы для двойной, двухмерной и препаративной хроматографии
- Большой выбор отдельных модулей (насосов, детекторов, кранов, термостатов, автосамплеров и др)
- Аналитические колонки

Системы для ионной хроматографии.

- Надежные и простые в эксплуатации одноканальные системы для изократического или градиентного разделения
- Двухканальная хроматографическая система ICS-5000 для одновременного определения катионов и анионов, аминов, аминокислот, углеводов и др.

Пробоподготовка.

- Ускоренная экстракция растворителем
- Автоматическая система для твердофазной экстракции



Компания Elementar является ведущим немецким производителем глерод, водород, азот, сера или кислород в различных образцах.м полностью автоматизированных элементных анализаторов для определения содержания элементов: у

- Классические элементные анализаторы для CHNS-анализа продуктов органического синтеза
- Анализаторы общего органического углерода (TOC) для анализа воды высокой степени очистки
- Анализаторы азота/белка по методу Дюма для анализа продуктов питания
- Анализаторы следовых концентраций серы и/или азота для испытания нефтепродуктов
- Масс-спектрометры для определения соотношения стабильных изотопов (используются в геологии для определения возраста и места происхождения породы; при допинг-контроле для определения природы гормонов; при выявлении фальсифицированных продуктов питания и др.)



**Современное оборудование компании «Термо Техно»
для исследования объектов окружающей среды**

Еремин А.В., Лобанов М.В., Чижов П.С., Евтушенко Е.Г., Картавцева М.С., Мамулат С.Л.
ООО «Термо Техно»

Исследования природных объектов требуют привлечения широкого спектра современных аналитических методов и подходов. Внедрение новейших технических решений, реализованных в оборудовании компании «Термо Техно», позволяет повысить точность и экспрессность анализа, а применение современных методов обработки данных – определить ранее недоступные для изучения характеристики образцов.

Как правило, для характеристики исследуемых объектов необходимо знание как элементного, так и фазового (минералогического) состава. Для решения этих задач компания «Термо Техно» предлагает широкую линейку специализированных приборов.

Рентгенофлуоресцентные (XRF) спектрометры «Thermo ARL» позволяют определять содержание практически всех элементов Периодической системы (от Be до трансурановых элементов) в диапазоне 0.1 ppm – 100%. Линейка XRF-спектрометров «Thermo ARL» включает энергодисперсионный спектрометр (QUANT'X) и ряд приборов с волновой дисперсией: OPTIM'X, ADVANT'X, ARL 9900. Новейшая модель ARL PERFORM'X укомплектована модулем для проведения локального рентгеноспектрального анализа и картирования поверхности с отображением распределения элементов с шагом 0.1 мм.

Применение порошкового дифрактометра ARL X'TRA дает возможность быстро и с высокой точностью определять фазовый состав минералов, уточнять кристаллическую структуру отдельных соединений и исследовать текстурирование фаз. Прибор получил заслуженную популярность благодаря его высоким техническим характеристикам при сравнительно доступной цене, а широкий набор дополнительного оборудования позволяет оптимизировать конфигурацию прибора для решения практически любых задач порошковой дифракции.

Уникальный аналитический комплекс ARL 9900 Workstation предоставляет возможность реализовать фазовый (XRD) и элементный (XRF) анализ в одном приборе. В нём реализована комбинированная конструкция "рентгенофлуоресцентный спектрометр с верхним расположением трубки + θ - θ дифрактометр". Минимизация поглощения излучения за счет проведения анализа в вакууме приводит к высокой интенсивности дифракционного сигнала.

ООО «Термо Техно» также предлагает широкий выбор оборудования для исследования дисперсных систем. При этом используется широкий спектр методов, и выбор конкретного метода определяется задачами заказчика, в зависимости от исследуемого диапазона размеров частиц, концентрации и т.п. Для анализа нанодисперсных систем возможно использование как «классических» методов динамического светорассеяния (представленных линейкой приборов производства компании «Brookhaven»), так и методов анализа траекторий наночастиц («Nanosight»). Для высококонцентрированных систем используются ультразвуковые методы («Dispersion Technology»).

Компания «Термо Техно» обеспечивает всестороннюю техническую и аналитическую поддержку пользователей, активно развивает новые формы сотрудничества в части совместной разработки новых аналитических методов, создания и утверждения методик анализа, разработки соответствующего программного обеспечения.



ARL OPTIM'X
Рентгенофлуоресцентный
спектрометр



ARL X'TRA
Порошковый
дифрактометр



ARL 9900 WS
Рентгенофлуоресцентный
спектрометр со
встроенным
дифрактометром



NANOSIGHT LM10
Анализатор
наночастиц

ТЕХНОАНАЛИТ

Основные направления деятельности:

- автоматический химический контроль производственных процессов (водного режима ТЭС и АЭС, водоподготовка и т.д.);
- автоматический контроль количества и состава жидких и газовых выбросов;
- коммерческий учет и регулирование природного газа.



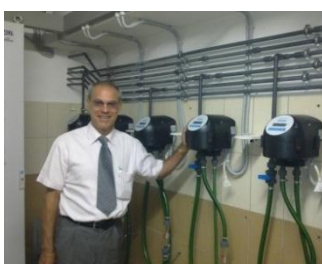
Оборудование поставляется от лучших производителей Европы и США, работы выполняются "под ключ", начиная от предпроектной проработки и заканчивая передачей в эксплуатацию, с полным комплектом технической и разрешительной документации, гарантийным и послегарантийным сервисом и обучением эксплуатационного персонала. Для осуществления комплексного подхода и обеспечения качественной технической поддержки компания имеет штат высококвалифицированных инженеров, проходящих ежегодное обучение на заводах-производителях.



Наши системы успешно работают на многих электростанциях РАО "ЕЭС России"

и концерна "РОСЭНЕРГОАТОМ", металлургической, нефтехимической, пищевой и целлюлозобумажной промышленности а также на предприятиях МУП "ВОДОКАНАЛ".

С октября 2002 года "ТЕХНОАНАЛИТ" является членом "Российской Ассоциации Водоснабжения и Водоотведения"



Все оборудование сертифицировано РОСТЕХРЕГУЛИРОВАНИЕМ, внесено

в Государственный Реестр средств измерений, разрешенных к использованию

на территории РФ, и имеет другие необходимые разрешения для применения

в электроэнергетике, газовой и нефтеперерабатывающей промышленности.

Компания "ТЕХНОАНАЛИТ" сотрудничает с ведущими проектными институтами

и Инженерными центрами РФ и является постоянным участником международных

и региональных выставок, как "ЭКВАТЭК", "ВЭЙСТ-ТЭК", "RUSSIA-POWER", "ХИМИЯ" и др

С 2010 года компания ЗАО «АВРОРА Лаб» являемся исключительным дистрибьютором компании METROHM AG (Швейцария), более 60 лет европейского и мирового лидера в разработке и производстве современных средств контроля воды и водных сред.

Мы поставляем на рынок России следующие виды анализаторов состава:

- ионные хроматографы
- автоматические титраторы общего назначения, по Карлу Фишеру и кулонометры
- вольтамперометрические анализаторы
- средства автоматизации лабораторного анализа (автоматические дозаторы, автосэмплеры, устройства пробоподготовки и другие)
- лабораторные рН-метры, кондуктометры, ионометры, и многое другое.

Для всех анализаторов имеется огромная база отработанных методик анализа, отвечающая потребностям практически любой сферы исследований и производства.

Оборудование компании METROHM AG широко применяется для комплексного анализа вод различных типов, но также для контроля качества напитков и продуктов питания, фармацевтических препаратов, нефтепродуктов и др.

Среди наших клиентов – ведущие научные центры и корпорации Европы и России, в том числе Coca-Cola, Nestle, Pfizer, BASF и многие другие.

Все оборудование внесено в Госреестр РФ средств измерения.

Мы представляем также промышленные анализаторы компании APPLIKON (Голландия), входящей в состав METROHM Group, для непрерывного контроля состава водных потоков любой сложности и в любых отраслях промышленности.

Почтовый адрес: 119071 Россия, Москва, а/я 33
Тел. (495) 258-83-06, Факс (095) 958-2940
Интернет: <http://www.metrohm.ru>
Электронная почта: metrohm@avrora-lab.com



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 экоаналитической химии.

Мероприятия, осуществляемые Ассоциацией, получают широкий отклик и во многом способствуют развитию и укреплению экологической аналитической службы.

Ассоциация одновременно является комиссией по анализу объектов окружающей среды Научного совета РАН по аналитической химии, тесно связана с государственными структурами, занимающимися аналитическим контролем объектов окружающей среды.

Всероссийская конференция по анализу объектов окружающей среды “ЭКОАНАЛИТИКА”

проводились на базе:



1994 г. — Кубанского государственного университета;
1996 г. — Кубанского государственного университета;
1998 г. — Кубанского государственного университета;
2000 г. — Кубанского государственного университета



2003 г. - Санкт-Петербургского государственного университета



2006 г. — Самарского государственного технического университета



2009 г. - Марийского государственного университета