

Министерство образования и науки Российской Федерации  
КУБАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

№ госрегистрации АААА-А17-117111020049-5



УТВЕРЖДАЮ  
Ректор ФГБОУ ВО «Кубанский  
государственный университет»

М.Б. Астапов

г.

ОТЧЕТ  
О ВЫПОЛНЕННЫХ РАБОТАХ

Развитие центром коллективного пользования научным оборудованием комплексных исследований в обеспечении реализации приоритетов научно-технологического развития

по теме:

**АНАЛИЗ КОНКУРЕНТОСПОСОБНОСТИ ЦКП НА РЫНКЕ ИССЛЕДОВАНИЙ И  
РАЗРАБОТОК КАК ОБЪЕКТА НАУЧНОЙ ИНФРАСТРУКТУРЫ, ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕГО  
ЭФФЕКТИВНОГО ФУНКЦИОНИРОВАНИЯ**

(промежуточный отчет)

Этап 1

ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям  
развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы»

Соглашение о предоставлении субсидии от 28.08.2017 г. № 14.593.21.0008  
с дополнительным соглашением от 21.12.2017 г. № 1

Руководитель проекта,  
профессор, д-р хим. наук

29.12.2017

З.А. Темердашев

Краснодар 2017

## СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ


Руководитель проекта,  
профессор, д-р хим. наук

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017

З.А. Темердашев  
(введение, заключение,  
раздел 1, подраздел 1.4)

Исполнители:

вед. научный сотрудник,  
д-р физ.-мат. наук

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017


М.В. Зарецкая  
(раздел 1, подразделы  
1.1, 1.3)

ст. научный сотрудник,  
канд. хим. наук

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017


А.М. Васильев  
(раздел 1, подраздел 1.2)

инженер-исследователь

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017

Л.В. Васильева  
(раздел 2, подраздел 2.2)

инженер-исследователь

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017

Е.Ф. Галай  
(раздел 3)

ст. научный сотрудник,  
канд. хим. наук

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017


А.З. Темердашев  
(раздел 2, подраздел 2.1)

инженер-исследователь

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017

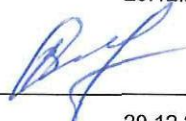
А.Г. Абакумов  
(раздел 3)

ст. научный сотрудник,  
канд. хим. наук

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017

К.А. Романовский  
(раздел 3)

мл. научный сотрудник

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017


В.В. Милевская  
(раздел 2, подраздел 2.2)

ст. научный сотрудник,  
канд. хим. наук

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017

В.В. Коншин  
(раздел 3)

ст. научный сотрудник,  
канд. хим. наук

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017

Т.Н. Мусорина  
(раздел 2, подраздел 2.1)

ст. научный сотрудник,  
канд. хим. наук

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017


А.А. Каунова  
(раздел 3)

научный сотрудник,  
канд. хим. наук

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017

П.В. Анисимович  
(раздел 3)

инженер-исследователь

  
\_\_\_\_\_  
29.12.2017

И.Ю. Елецкий  
(раздел 3)

научный сотрудник,  
канд. хим. наук



В.О. Титаренко  
(раздел 3)

29.12.2017

Нормоконтролер



О.Б. Воронова

29.12.2017

## РЕФЕРАТ

Отчет 92 с., 71 источник, 17 табл., 8 рис., 3 прил.

ЦЕНТР КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ, ОКАЗАНИЕ УСЛУГ, ЭКОЛОГИЯ, ЭКОСИСТЕМА, МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЯ, ПРИОРИТЕТНЫЕ ТОКСИКАНТЫ, КОМПЛЕКСНЫЙ ПОКАЗАТЕЛЬ, МОДЕЛЬ ДОСТУПА, ВОЗДЕЙСТВИЕ НА ОКРУЖАЮЩУЮ СРЕДУ, ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИЕ АРОМАТИЧЕСКИЕ УГЛЕВОДОРОДЫ, ГАЗОВАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ, МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ ДЕТЕКТОР, ЖИДКОСТЬ-ЖИДКОСТНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ

Целью проекта является:

- развитие ЦКП «Эколого-аналитический центр» (далее – ЦКП) для обеспечения поддержки реализации приоритетов научно-технологического развития, в том числе в кооперации с ведущими отечественными и мировыми научными центрами;
- расширение перечня и комплексности оказываемых услуг, круга пользователей для обеспечения максимальной загрузки оборудования ЦКП и обеспечения эффективного участия в реализации приоритетов научно-технологического развития Российской Федерации;
- обеспечение внедрения упрощенной модели доступа и использования оборудования ЦКП научными и образовательными организациями вне зависимости от их ведомственной принадлежности и формы собственности;
- разработка научно-методических основ комплексной оценки воздействий на окружающую среду предприятий нефтегазовой отрасли в условиях их перехода к технологиям экологически чистой и ресурсосберегающей энергетики, повышения эффективности добычи и глубокой переработки углеводородного сырья;
- разработка оригинальной технологии оценки состояния водной экосистемы в рамках рационального природопользования предприятиями нефтегазовой отрасли.

Цель первого этапа проекта: анализ конкурентоспособности ЦКП на рынке исследований и разработок как объекта научной инфраструктуры, обеспечение его эффективного функционирования.

Для выполнения поставленной цели необходимо решение задач:

- 1) Реализация мероприятий по развитию ЦКП, предусматривающие доступность и востребованность оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ по заявкам третьих лиц;



2) Дооснащение приборно-аналитической базы ЦКП современным научным и метрологическим оборудованием для проведения экспериментальных исследований, направленных на расширение перечня и комплексности оказываемых услуг;

3) Обеспечение достижения значений индикаторов и показателей выполнения работ.

На 1 этапе выполнения проекта техническое задание выполнено в полном объеме в полном соответствии с Планом-графиком. Программные индикаторы достигнуты.

За время выполнения этапа проекта выполнены мероприятия по развитию материально-технической базы ЦКП. Выполнены работы по дооснащению приборно-аналитической базы ЦКП современным научным и метрологическим оборудованием для проведения экспериментальных исследований, направленных на расширение перечня и комплексности оказываемых услуг. Проведены работы по подготовке конкурсов по закупке оборудования: формирование и анализ коммерческих предложений потенциальных поставщиков; составление Плана финансово-хозяйственной деятельности вуза (ПФХД); составление и размещение Плана закупок в единую информационную систему (ЕИС); формирование Плана-графика закупок; формирование заявок на приобретение. В соответствии с условиями заключенных государственных контрактов все оборудование поставлено в срок.

Перед установкой закупленного оборудования произведена инженерно-техническая подготовка выделенного помещения. Оборудование установлено. В соответствии с условиями государственного контракта с поставщиком произведены пробные пуски. Оборудование отвечает требованиям по качеству и комплектации поставки, неполадки в работе не выявлены. Специалистами фирм-поставщиков и производителей произведено обучение персонала ЦКП и студентов работе с новым оборудованием.

На 1 этапе выполнения проекта реализованы мероприятия по развитию ЦКП, способствующие доступности и востребованности оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ по заявкам третьих лиц: внедрена упрощенная модель доступа и использования оборудования ЦКП, включающая подачу заявки через сайт; возможность заключения договора через сайт; дистанционную выдачу результатов.

Подготовлены и опубликованы в российских и иностранных научных журналах, индексируемых в базах данных Web of Science или Scopus, 6 научных статей. Поданы 5 заявок на получение правовой охраны РИД в Российской Федерации.

Научное оборудование ЦКП и вычислительные ресурсы используются в образовательном процессе.

Защищены 2 диссертации на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальностям 02.00.02 – аналитическая химия и 03.02.08 – экология.

Проведены научные исследования. Выполнено изучение особенностей определения полициклических ароматических углеводородов в водных объектах с применением способов концентрирования и извлечения.

Приведены результаты исследования мониторинга содержания полициклических ароматических углеводородов в водных объектах, основное внимание уделяется бенз(а)пирену, часто используемому как индикатор содержания ПАУ. Обсуждаются вопросы канцерогенности ПАУ, например, дибенз(а,һ)антрацен проявляет большую канцерогенную активность, чем бенз(а)пирен. Приводятся результаты исследований, связанных с определением содержания полициклических ароматических углеводородов в водных объектах с учетом способов концентрирования и извлечения.

Результаты могут быть использованы для проведения мониторинга содержания полициклических ароматических углеводородов в водных экосистемах.

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение .....	9
1 Работы Получателя субсидии, выполняемые за счет финансирования из средств субсидии .....	13
1.1 Реализация мероприятий по развитию ЦКП, предусматривающие доступность и востребованность оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ по заявкам третьих лиц .....	13
1.2 Закупка на конкурсной основе современного дорогостоящего научного и/или метрологического оборудования .....	22
1.3 Обеспечение достижения значений индикаторов и показателей выполнения работ ...	28
1.4 Реализация комплекса мероприятий, направленных на обеспечение максимальной загрузки оборудования ЦКП и привлечение третьих лиц .....	34
2 Работы Получателя субсидии, выполняемые за счет внебюджетных средств .....	36
2.1. Разработка новых методик выполнения измерений .....	36
2.2 Подготовка и переподготовка высококвалифицированных кадров с учетом переоснащения материально-технической базы ЦКП .....	41
2.2.1 Защиты 2 кандидатских диссертационных исследований с привлечением научного оборудования ЦКП .....	41
2.2.2 Вовлечение в работу ЦКП молодых учёных, специалистов, преподавателей, аспирантов, студентов и др. представителей высшей школы .....	45
3 Выполнение научных исследований. Хромато-масс-спектрометрическое определение приоритетных ПАУ в водах .....	52
3.1 Аналитический обзор .....	52
3.1.1 Полициклические ароматические углеводороды и их химические, физические и токсикологические свойства .....	52
3.1.2 Происхождение, источники поступления и распределение ПАУ в биосфере .....	57
3.1.3 Нормативные документы, регламентирующие содержание ПАУ в объектах окружающей среды .....	62
3.1.4 Особенности отбора, подготовки к анализу проб воды .....	63
3.1.5 Выводы к аналитическому обзору .....	66
3.2 Экспериментальная часть .....	67
3.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы .....	67
3.2.2 Оптимизация режимов хроматографирования .....	69
3.2.3 Определение 16 приоритетных полициклических ароматических углеводородов в пробах воды .....	70
3.3 Результаты и их обсуждения .....	73
3.3.1 Хроматографическое определение ПАУ в водах .....	73
3.3.2 Оптимизация подготовки и анализа природной воды .....	74
Заключение .....	78
Список использованных источников .....	80
Приложение А .....	87
Приложение Б .....	88
Приложение В .....	91

## УСЛОВНЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

- ПАУ – полициклические ароматические углеводороды
- ГХ – газовая хроматография
- МСД - масс-спектрометрический детектор
- ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография
- УФД – ультрафиолетовый детектор
- ФЛД – флуориметрический детектор
- ДМД – диодно-матричный детектор
- ПИД – пламенно-ионизационный детектор
- ЖЖЭ – жидкость-жидкостная экстракция
- УЗ - ультразвук
- ТФЭ – твердофазная экстракция
- ТФМЭ – твердофазная микроэкстракция
- УЗЖЖЭ – ультразвуковая жидкость-жидкостная экстракция
- ЖЖМЭ – жидкость-жидкостная микроэкстракция
- МЭ – микроэмульсия
- ОБУВ – ориентировочный безопасный уровень воздействия
- ПДК – предельно допустимая концентрация
- ОДК – ориентировочно допустимая концентрация А – аналитический сигнал
- М – масса вещества
- ППУ – пенополиуретан
- ПДМС – полидиметилсилоксан
- US EPA – United Environmental Protection Agency
- БаП – бенз(а)пирен
- НФ – неподвижная фаза
- ПФ – подвижная фаза

## ВВЕДЕНИЕ

Нефтегазовая промышленность является одной из потенциально опасных отраслей по уровню загрязнения окружающей среды, ее источники и характер воздействия отличаются многообразием, интенсивностью, значительными масштабами и многофункциональностью, что обусловлено высокой токсичностью природных углеводородов, большим разнообразием химических веществ, используемых в производственных процессах разведки, бурения, сбора, транспортировки, хранения, переработки нефти и газа, их миграционной способностью, а также возрастающим объемом добычи, что нередко способствует превышению пороговых техногенных нагрузок на трудно восстанавливаемые экосистемы и приводит к необратимым негативным последствиям. Существующая экологическая обстановка в регионах свидетельствует о недостаточности мер регулирования природопользования на уровне законодательства, а классический механизм основного инструмента контроля уровня воздействия нефтегазовых предприятий - экологический мониторинг - позволяет только наблюдать и регистрировать изменения параметров и процессов в окружающей среде, но не обеспечивает в полной мере проведения экологической оценки состояния экосистем и диагностики дальнейшего развития событий. Требуется создание и внедрение новых инструментов, принципов и надстроек в системе мониторинговых исследований предприятий нефтегазовой отрасли в целях повышения экологической безопасности.

Переход к технологиям экологически чистой и ресурсосберегающей энергетики, повышения эффективности добычи и глубокой переработки углеводородного сырья является одним из основных приоритетов и перспектив развития научно-технологического развития Российской Федерации (п.20б Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации), приоритетного направления развития науки и технологий (Рациональное природопользование) и нескольких направлений критических технологий.

Деятельность предприятий нефтегазового комплекса, с точки зрения экологической безопасности, регламентируется нормативными документами и соответствующими нормативами, определяющими требования к экологическому состоянию природных объектов в виде ПДК. Нормативно-методическое обеспечение экологического мониторинга включает документы, определяющие порядок проведения работ, методы их выполнения, пробоотбор, методики выполнения измерений, нормативные документы по метрологическому обеспечению экологического контроля. Для их обоснования определяют виды и объекты техногенного воздействия, а также приоритетные контролируемые показатели; при этом руководствуются критериями:

уровень воздействия на окружающую среду, токсичность, количество. Программа работ формируется с учетом количества станций наблюдения, горизонтов, периодичности съемки так, чтобы обеспечить необходимость и достаточность информации (полноту описания), ее своевременность и объективность.

Для определения состава и свойств экологических объектов используют разнообразные физико-химические методы, достоверность которых определяется точностью, чувствительностью, селективностью; важную роль играет экспрессность. В свою очередь, все это определяет требования к планируемым к применению методикам выполнения измерений: адекватность объекту, уровень метрологической аттестации, наличие стандартных образцов. Метрологическое обеспечение и пригодность методики выполнения измерений становятся основой надежности аналитической информации и получаемых на ее основе выводов и рекомендаций. Требования к аналитическому оборудованию сводятся к следующим характеристикам: аттестация средства измерения (внесение в государственный реестр средств измерений), поверка, градуировка (по государственным стандартным образцам), приемлемая чувствительность, точность.

Все результаты измерений должны быть воспроизводимы, и перед их усреднением проводят процедуру оценки их приемлемости (в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2002) по сравнению с нормативом повторяемости или воспроизводимости, который можно рассчитать из значения погрешности используемой методики выполнения измерений для определения конкретного показателя, если соответствующий норматив в методике не приведен. Однако, хорошая воспроизводимость результатов не гарантирует их правильности и даже при положительном результате оценки вопрос о достоверности результатов исследований, полученных конкретным исполнителем, остается открытым.

Одним из вариантов ее проверки может быть проведение межлабораторных сравнительных измерений, однако их организация также требует определенных (а чаще значительных) временных и материальных затрат, а проведение их на объектах мониторинга непосредственно в период его реализации сопряжено с некоторыми трудностями временного характера. Кроме того участники межлабораторных сравнительных измерений должны располагать необходимым оборудованием и методиками выполнения измерений, чтобы можно было рассчитать критерии приемки результатов, а это ограничивает их круг. Тем не менее, подобные эксперименты широко используются в международной практике в независимых исследованиях для оценки квалификации аналитических лабораторий в разных областях деятельности, и участники



мониторинговых работ должны периодически проводить сличительные эксперименты по контролируемым объектам и показателям в рамках своей компетентности.

Другим вариантом контроля качества получаемых результатов является оценка измерений показателей стандартных образцов, которыми должна располагать любая лаборатория, претендующая на участие в подобных работах и других, выполняемых для целей оценки соответствия, в том числе для целей государственного экологического контроля. Но в этом случае возникает другая проблема – отсутствие стандартных образцов объектов измерений: морской воды, биологических объектов. До некоторой степени это решается за счет использования добавок в анализируемые пробы государственных образцов растворов определяемых компонентов, но получаемые результаты не вполне адекватны, так как распределение микроэлементов в природной матрице, безусловно, отличается от внесенных искусственно.

Важнейшим аспектом экологических исследований является их обеспеченность нормативными документами на методы аналитических работ. Основная трудность в том, что при всем их многообразии методик все же меньше, чем определяемых показателей, многие из них носят исследовательский характер, а отсутствие точностных характеристик даже при наличии надежного аналитического алгоритма не позволяет оценить достоверность результатов анализа, а значит и мониторингового исследования в целом. Методические проблемы при анализе морской воды объясняются ее сложным составом и мощным солевым фоном, который надо отделять и учитывать, что выделяет ее в отдельную группу от других типов природных вод. Требования к аналитическим методикам по чувствительности определяются значениями ПДК, которые, как правило, установлены для рыбохозяйственных водоемов и не всегда отвечают требованиям реальности. Временно установленные нормативы периодически устаревают и пересматриваются, а разработчики методик выполнения измерений и утверждающие их организации не вносят необходимых корректив, а иногда возникают обратные ситуации; все это осложняется финансовыми проблемами.

Значительно больше проблем возникает при определении органических и неорганических токсикантов как из-за их разнообразия, так и вследствие низких уровней нормируемых содержаний. Это требует наличия в лабораториях дорогостоящих приборов, высокого уровня подготовки специалистов, современной методической базы на основе различных вариантов хроматографии – газовой и жидкостной. В области методического обеспечения контроля органических компонентов в морской воде имеет место значительное отставание от международной практики. Большинство лабораторий опирается на научные статьи, книги, собственные разработки, международные стандарты,

не прошедшие процедуру утверждения и метрологической аттестации, при этом далеко не всегда необходимые процедуры по контролю качества результатов количественного химического анализа выполняются в полном объеме. Метод хромато-масс-спектрометрии до сих пор остается экзотикой из-за его высокой стоимости, хотя его информативность и чувствительность трудно переоценить. Другой проблемой является отсутствие единства в методических подходах к процедуре пробоотбора и пробоподготовки, так как по разным источникам для разных методов может быть рекомендована своя консервация, а это еще более затрудняет сопоставление результатов анализа.

Еще хуже дело обстоит с аналитическим обеспечением контроля донных отложений и гидробионтов. В этой области нормативная база разработана крайне слабо и определения выполняют, опираясь на нормативные документы, ориентированные на водные объекты, руды, минералы и почвы, для гидробионтов – пищевые продукты. Безусловно, инструментальное окончание будет похожем, но возникают проблемы консервации, хранения, представительности пробы и полноты извлечения целевых компонентов, которые каждая лаборатория решает для себя индивидуально в соответствии с собственным опытом или опираясь на литературные источники. Стабильность результатов в этом случае также можно оспорить.

Обобщая вышеизложенное можно заключить, что для обеспечения мониторинговых работ надежной аналитической информацией необходима глубокая теоретическая и экспериментальная проработка методик выполнения измерений и их сравнительный анализ, документирование и стандартизация всех этапов анализа, разработка новых и адаптация существующих методик к анализу природных объектов, внедрение в практику высокочувствительных и точных методов физико-химического анализа на базе современного аналитического оборудования, совершенствование метрологического обеспечения количественного химического анализа на основе широкого использования алгоритмов оперативного и статистического контроля по оценке стабильности и подконтрольности процедуры анализа, разработка стандартных образцов исследуемых объектов.

# 1 РАБОТЫ ПОЛУЧАТЕЛЯ СУБСИДИИ, ВЫПОЛНЯЕМЫЕ ЗА СЧЕТ ФИНАНСИРОВАНИЯ ИЗ СРЕДСТВ СУБСИДИИ

1.1 Реализация мероприятий по развитию ЦКП, предусматривающие доступность и востребованность оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ по заявкам третьих лиц

На первом этапе выполнения проекта были проведены работы по модернизации сайта ЦКП «Эколого-аналитический центр» с целью его приведения в соответствие Типовым требованиям к официальным сайтам ЦКП, утвержденным приказом Минобрнауки России от 18 июля 2016 г. № 871.

Были реализованы мероприятия по развитию ЦКП, предусматривающие доступность и востребованность оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ по заявкам третьих лиц. В частности, была внедрена упрощенная модель доступа и использования оборудования ЦКП, включающая:

1) подачу заявки через сайт (рисунок 1).

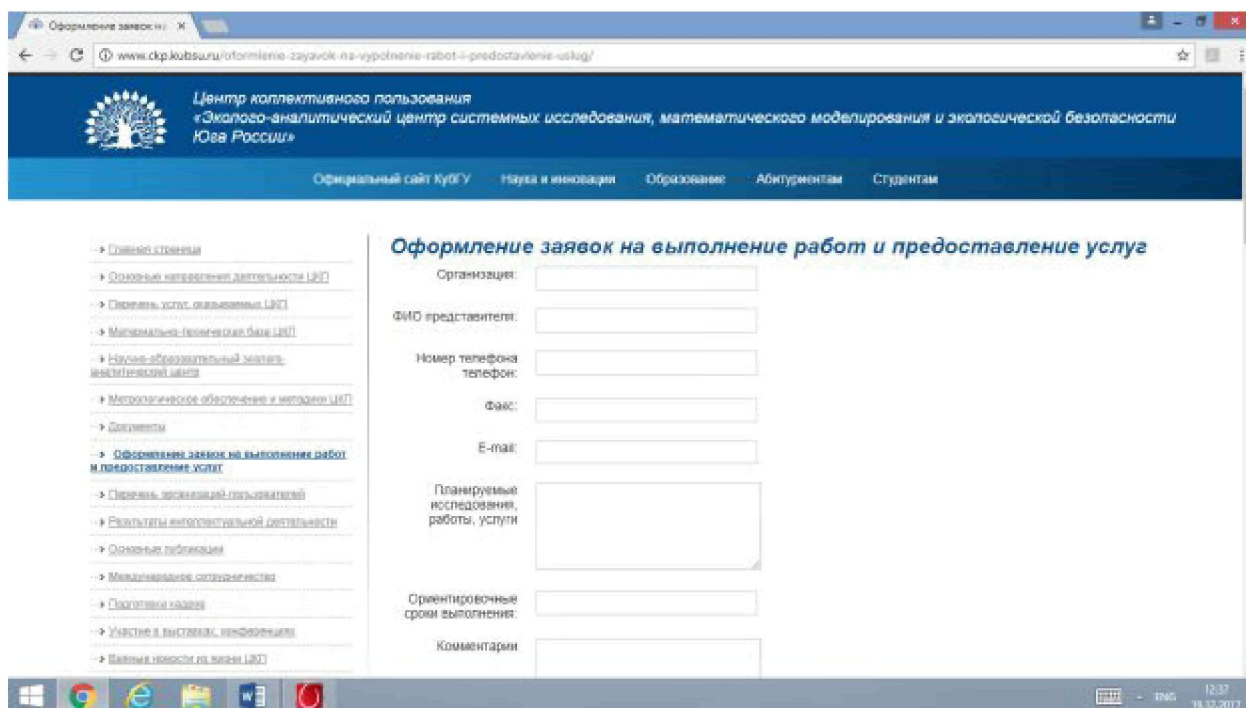


Рисунок 1 – Подача заявки через сайт

2) возможность заключения договора через сайт.

Осуществляется посредством прикрепления файла договора на странице формирования заявки. Возможно согласование текста договора через электронную почту.

3) дистанционную выдачу результатов.

В настоящее время осуществляется выдача результатов на электронный адрес заказчика. Ведутся работы по реализации возможности выдачи результатов через сайт ЦКП.

4) метрологическое обеспечение деятельности ЦКП.

В ЦКП в настоящее время применяются 59 аттестованных методик, стандартных или разработанных сотрудниками ЦКП (рисунок 2, таблица 1).

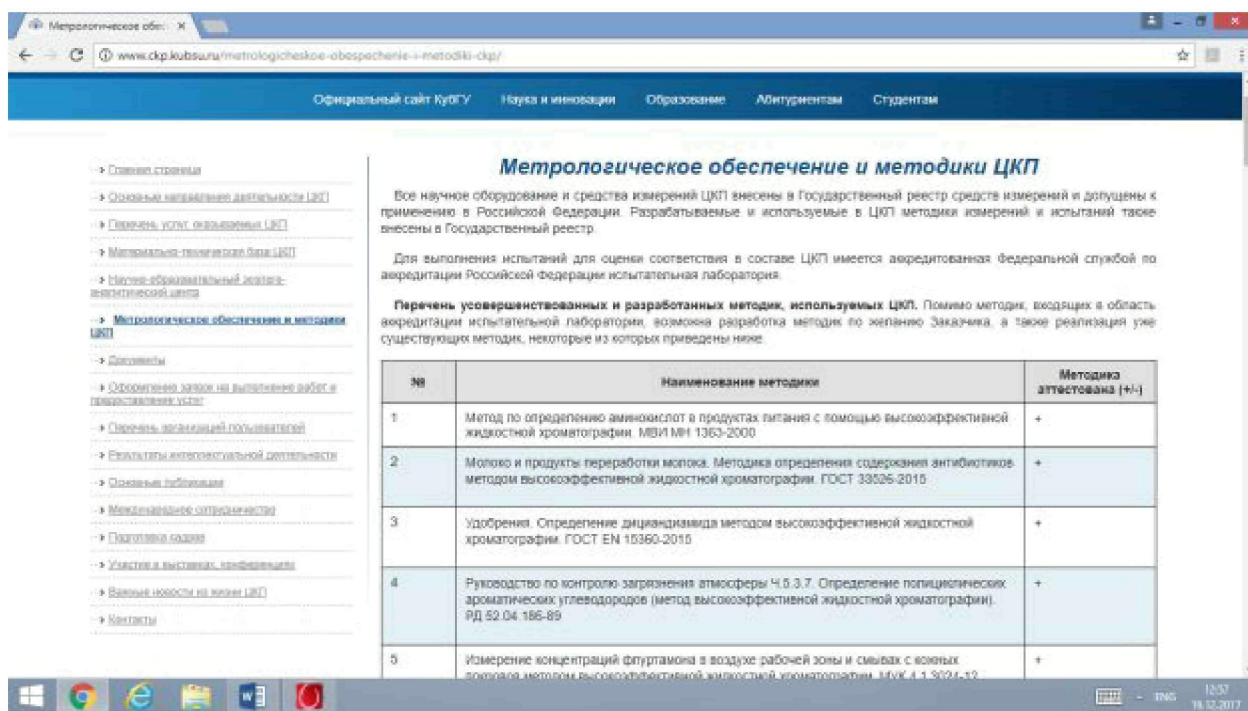


Рисунок 2 – Методическое обеспечение работы ЦКП.

Таблица 1 – Перечень усовершенствованных и разработанных методик, используемых ЦКП

№	Наименование методики	Методика аттестована (+/-)
1	Метод по определению аминокислот в продуктах питания с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии. МВИ МН 1363-2000	+
2	Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. ГОСТ 33526-2015	+
3	Удобрения. Определение дициандиамида методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. ГОСТ EN 15360-2015	+

№	Наименование методики	Методика аттестована (+/-)
4	Руководство по контролю загрязнения атмосферы Ч.5.3.7. Определение полициклических ароматических углеводородов (метод высокоэффективной жидкостной хроматографии). РД 52.04.186-89	+
5	Измерение концентраций флуртамона в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.3024-12	+
6	Мясо и мясные продукты. Определение содержания жирорастворимых витаминов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. ГОСТ 32307-2013	+
7	Продукция соковая. Определение водорастворимых витаминов: тиамин (В(1)), рибофлавин (В(2)), пиридоксин (В(6)) и никотинамида (РР) методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии. ГОСТ 32903-2014	+
8	Продукты переработки фруктов и овощей. Определение массовой доли сорбиновой и бензойной кислот методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. ГОСТ 33332-2015	+
9	Продукция безалкогольная, слабоалкогольная, винодельческая и соковая. Определение содержания органических кислот методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. ГОСТ 33410-2015	+
10	Измерение концентраций бензойной кислоты в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.3071-13	+
11	Методика выполнения измерений массовых концентраций металлов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой в питьевой, природной и сточной водах и атмосферных осадках. ПНД Ф 14.1:2:4.135-98	+
12	Методика выполнения измерений содержания металлов в твердых объектах методом спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой. ПНД Ф 16.1:2:3:3.11-98	+
13	Методика выполнения измерений массовой доли нефтепродуктов в почвах и донных отложениях методом ИК-спектроскопии. ПНД Ф 16.1:2.2.22-98	+
14	Методика выполнения измерений массовых концентраций бериллия, ванадия, висмута, кадмия, кобальта, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, сурьмы, хрома в питьевых, природных и сточных водах	+



№	Наименование методики	Методика аттестована (+/-)
	методом атомно-абсорбционной спектрометрии. ПНД Ф 14.1:2:4.140-98	
15	Пищевые продукты и продовольственное сырье. Методы инверсионно-вольтамперометрического анализа на содержание токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка). ГОСТ Р 51301-99	+
16	Методика выполнения измерений массовых концентраций хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов в питьевых, природных и сточных водах газохроматографическим методом. ПНД Ф 14.1:2:3:4.204-04	+
17	Методика выполнения измерений массовой доли летучих фенолов в пробах почв, осадках сточных вод и отходов фотометрическим методом после отгонки с водяным паром. ПНД Ф 16.1:2:3:3.44-05	+
18	Методика выполнения измерений массовых долей полициклических ароматических углеводородов в почвах, донных отложениях, осадках сточных вод и отходах производства и потребления методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. ПНД Ф 16.1:2:2:2:3:3.62-09	+
19	Нефтепродукты жидкие. Определение следовых количеств хлоридов, фторидов и бромидов методом ионной хроматографии со сжиганием образца (СИС). ГОСТ Р 57033-2016	+
20	Воздух рабочей зоны. Определение неорганических кислот методом ионной хроматографии. Часть 1. Нелетучие кислоты (серная и фосфорная). ГОСТ Р ИСО 21438-1-2011	+
21	Воздух рабочей зоны. Определение неорганических кислот методом ионной хроматографии. Часть 3. Фтороводородная кислота и твердые фториды. ГОСТ Р ИСО 21438-3-2012	+
22	Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение натрия и магния с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с предварительной минерализацией пробы в микроволновой печи. ГОСТ EN 15505-2013	+
23	Средства лекарственные для ветеринарного применения, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли кобальта методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии. ГОСТ 33445-2015	+



№	Наименование методики	Методика аттестована (+/-)
24	Методика измерений массовой концентрации нефтепродуктов в питьевых, поверхностных и сточных водах методом ИК-спектрометрии. ПНД Ф 14.1:2:4.5-95	+
25	Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара с предварительной минерализацией пробы под давлением. ГОСТ Р 53183-2008	+
26	Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара с предварительной минерализацией пробы под давлением. ГОСТ Р 53183-2008 (ЕН 13806:2002)	+
27	Массовая концентрация тяжелых металлов в атмосферном воздухе. Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии с беспламенной атомизацией. РД 52.44.593-2015	+
28	Покрyтия на основе цинка и/или алюминия на стали. Определение химического состава и массы покpытия на единицу площади поверхности. Методы: гравиметрический, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии. ГОСТ Р ИСО 17925-2012	+
29	Методика выполнения измерений массовой доли элементов в пробах почв, грунтов и донных отложениях методами атомно-эмиссионной и атомно-абсорбционной спектрометрии. М-МВИ-80-2008	+
30	Массовая концентрация тяжелых металлов в атмосферном воздухе. Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии с беспламенной атомизацией. РД 52.44.593-2015	+
31	Сплавы никелевые. Определение содержания тантала. Спектрометрический метод атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой. ГОСТ Р ИСО 22725-2014	+
32	Масла смазочные. Метод определения фосфора, серы, кальция и цинка энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектроскопией. ГОСТ 33305-2015	+
33	Нефтепродукты. Определение содержания серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрии.	+

№	Наименование методики	Методика аттестована (+/-)
	СТБ ИСО 8754-2004.	
34	Нефтепродукты. Определение содержания серы в автомобильных топливах методом рентгенофлуоресцентной энергодисперсионной спектрометрии. ГОСТ Р ЕН ИСО 20847-2010	+
35	Нефть и нефтепродукты. Определение содержания серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрии. ГОСТ 32139-2013	+
36	EPA Method 200.8. Revision 5.4: Determination of Trace Elements in Waters and Wastes by Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry (Определение микроэлементов в водах и отходах индуктивно связанной плазмой - масс-спектрометрией).	+
37	Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении. ГОСТ 31671-2012.	+
38	Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение натрия и магния с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с предварительной минерализацией пробы в микроволновой печи. ГОСТ EN 15505-2013.	+
39	Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение общего мышьяка и селена методом атомно-абсорбционной спектрометрии с генерацией гидридов с предварительной минерализацией пробы под давлением. ГОСТ 31707-2012.	+
40	Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара с предварительной минерализацией пробы под давлением. ГОСТ EN 14083-2013.	+
41	Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение свинца, кадмия, хрома и молибдена с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией в графитовой печи с предварительной минерализацией пробы при повышенном давлении. ГОСТ EN 14083-2013.	+
42	Средства лекарственные для животных, корма и кормовые добавки. Определение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии. ГОСТ 31650-2012.	+

№	Наименование методики	Методика аттестована (+/-)
43	Средства лекарственные для животных, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли селена методом атомно-абсорбционной спектрометрии. ГОСТ 31651-2012.	+
44	Методика выполнения измерений массовой доли элементов в пробах почв, грунтов и донных отложениях методами атомно-эмиссионной и атомно-абсорбционной спектрометрии. М-МВИ-80-2008.	+
45	ПНД Ф 16.1:2.3:3.11-98. Количественный химический анализ почв. Методика выполнения измерений содержания металлов в твёрдых объектах методом спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой.	+
46	Вода питьевая. Методы определения содержания полифосфатов. ГОСТ 18309-2014	+
47	Методика измерений массовой концентрации органических кислот в напитках, винах, жидких биологически активных добавках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. М-02-1200-13.	+
48	Вода. Методы определения азотсодержащих веществ. ГОСТ 33045-2014	+
49	Методика выполнения измерений массовой доли углеводов и подсластителей в пробах пищевых продуктов и биологически активных добавок методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. М-02-2107-09.	+
50	Биологически активные добавки, премиксы, корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методика выполнения измерений массовой доли жирорастворимых витаминов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. М-02-1006-08.	+
51	Методика выполнения измерений массовой концентрации нитрит, нитрат, хлорид, фторид, бромид, сульфат, фосфат ионов в пробах природной, питьевой и сточной воды методом ионной хроматографии. М-02-1805-09.	+
52	Методика измерений массовой доли органических кислот в пищевых продуктах, твердых биологически активных добавках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. М-02-3001-14.	+
53	Вода питьевая. Определение содержания элементов методом инверсионной вольтамперометрии. ГОСТ Р 52180-2003	+

№	Наименование методики	Методика аттестована (+/-)
54	Руководство по химическому анализу морских вод. РД 52.10.243-92	+
55	Методика измерений массовой концентрации пыли каменного угля в атмосферном воздухе ренгенофлуоресцентным методом. ФР.1.31.2012.13346 .	+
56	Массовая концентрация фосфатов в морских водах. Методика измерений фотометрическим методом. РД 52.10.738-2010	+
57	Вода. Определение содержания 62 элементов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. ГОСТ 56219-2014	+
58	Методика выполнения измерений массово концентрации полициклических ароматических углеводородов в пробах природных (пресных и морских) и очищенных сточных вод методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. ФР 1.31.2007.03947	+
59	Методика измерений массовых концентраций индивидуальных конгенов полихлорбифенилов в пробах природных (пресных и морских), питьевых и очищенных сточных вод методом хромато-масс-спектрометрии. ФР 1.31.2011.10538	+

Помимо методик, входящих в область научных интересов ЦКП, возможна разработка методик по желанию Заказчика, а также реализация уже существующих методик.

5) актуализация перечня услуг, оказываемых ЦКП.

Анализ перечня имеющегося научного оборудования, освоенных методик и научно-методических наработок позволил расширить перечень услуг, предлагаемых ЦКП «Эколого-аналитический центр» (таблица 2):

Таблица 2 – Перечень услуг, оказываемых ЦКП

№ п/п	Наименование услуги
1.	Измерение содержания (концентрации) тяжелых металлов, пестицидов, гербицидов, органических и неорганических поллютантов, биогенных элементов в жидких средах
2.	Проведение испытаний для целей входного, приемочного контроля продукции, (металлы, сплавы и изделия из них; горные породы, минералы, пески, почвы;



№ п/п	Наименование услуги
	технологического контроля состава, свойств веществ и материалов изделия из стекла, фарфора и фаянса)
3.	Анализы промышленных выбросов, отходов производства предприятий, организаций для целей государственного, производственного экологического контроля, мониторинга состояния и загрязнения окружающей среды
4.	Агрохимические исследования почв, донных отложений (определение тяжелых металлов, пестицидов, гербицидов, органических и неорганических загрязнителей, биогенных элементов, свойств, характеристик объектов)
5.	Испытание и контроль качества веществ и материалов различного назначения
6.	Исследования и анализ биологических объектов, проведение экспертиз (определение тяжелых металлов, пестицидов, гербицидов, органических и неорганических загрязнителей, биогенных элементов, свойств, характеристик объектов)
7.	Научно-методическое и инструментальное сопровождение выполнения курсовых, выпускных квалификационных работ студентов, диссертационных исследований аспирантов и докторантов в различных областях науки и техники
8.	Подготовка и переподготовка кадров исследовательских и испытательных лабораторий, центров
9.	Научно-методическое и организационное сопровождение проведения конференций, семинаров, школ молодых ученых в области экоаналитического контроля и анализа
10.	Консультационные услуги в области организации и проведения экологического мониторинга
11.	Разработка методик в целях контроля качества лекарственных средств и препаратов
12.	Консультационные услуги в области оснащения лабораторий «под ключ», в т.ч. исследовательские и испытательные
13.	Разработка методик контроля содержания инсектицидов, гербицидов и других препаратов в соответствующих средствах при их производстве
14.	Разработка методик определения действующих веществ в биологических жидкостях в целях изучения фармакокинетики, допинг-контроля, контроль качества продуктов спортивного питания

1.2 Закупка на конкурсной основе современного дорогостоящего научного и/или метрологического оборудования

В 2017 г. за счет бюджетных средств предусмотрено дооснащение ЦКП следующим специальным и технологическим прецизионным научным оборудованием, предназначенным для обеспечения работ (таблица 3).

Таблица 3 – Перечень закупленного оборудования

№ п/п	Наименование оборудования (материалов)	Количество	Обоснование приобретения, назначение	Технические характеристики
	Хроматографический комплекс на базе газового хромато-масс-спектрометра и сверхвысокоэффективного жидкостного хроматографа (позиции 1, 2)			
1	Система для жидкостной хроматографии на основе диодно-матричного и флуориметрического детекторов на базе хроматографа Shimadzu LC-30	1	Расширение спектра выполняемых научно-образовательных и наукоемких услуг, замена выработавшего свой ресурс аналогичного прибора. Данная система имеет современные возможности по определению различных витаминов, суперэкоксикантов, пестицидов, ПАУ в различных объектах окружающей среды и продуктах питания. Совместное применение флуориметрического и диодно-матричного детекторов позволяет определять широкий круг соединений. Может быть использована при анализе живых систем (в частности, токсикологические исследования)	Максимальное рабочее давление системы – 130 МПа; Срок службы дейтериевой лампы – 2000 ч; Диапазон спектра, снимаемого дейтериевой лампой – 190–700 нм; Ширина щели диодно-матричного детектора в режиме высокого разрешения – 1 нм; Срок эксплуатации ксеноновой лампы – 2000 ч; Формирование градиента на стороне высокого давления, объем миксера – 40 мкл; Охлаждаемый лоток автосамплера; Воздушный термостат колонок, обеспечивающий возможность установки длинных (до 25 см) колонок.
2	Система для газовой хромато-	1	Расширение спектра выполняемых научно-	Производительность турбомолекулярного



№ п/п	Наименование оборудования (материалов)	Количество	Обоснование приобретения, назначение	Технические характеристики
	масс-спектрометрии на основе квадрупольного масс-спектрометра (ГХ Shimadzu GC-2010 с МСД Shimadzu QP-2020)		образовательных и наукоемких услуг, замена выработавшего свой ресурс аналогичного прибора. Данная модель является к тому же более современной версией имеющегося в ЦКП аналогичного оборудования, обладает более совершенной аппаратной и методической базой. Применение масс-спектрометрического детектора позволяет существенно снизить риск ложноположительного или ложноотрицательного результатов различных клинических испытаний.	насоса – 360 л/с; Металлические стержни квадруполья; Диапазон изменения энергии ионизации – 10–200 эВ; Возможность регулировки температуры источника ионизации в диапазоне 140–300 °С; Диапазон изменения температуры переходной линии: 50–350 °С; Диапазон изменения тока эмиссии: 5–250 мкА; Диапазон регистрируемых масс: 1,5–1090 а.е.м. Скорость сканирования – 20000 а.е.м./сек; Диапазон температур газового хроматографа – от +4 °С к комнатной до 450 °С; Максимальное давление газа-носителя на входе в хроматограф – 970 кПа
3	Система микроволновой пробоподготовки MARS 6	1	Расширение спектра выполняемых научно-образовательных и наукоемких услуг, замена выработавшего свой ресурс аналогичной системы пробоподготовки. Существенно позволит интенсифицировать процедуру подготовки испытуемых образцов, повышает экспрессность и производительность элементного анализа, обеспечивает более полное извлечение аналитов из	Рабочая мощность микроволновой системы нагрева – 1800 Вт; Максимальное количество одновременно устанавливаемых в рабочую камеру сосудов объемом 100 мл – 12 шт; Встроенные датчики для автоматического определения системой типа установленных сосудов и подсчета их

№ п/п	Наименование оборудования (материалов)	Количество	Обоснование приобретения, назначение	Технические характеристики
			объектов окружающей среды и объектов растительного и животного происхождения	количества для автоматического выбора системой оптимальной мощности нагрева.
4	Атомно-абсорбционный спектрометр с источником сплошного света и ртуть-гидридной приставкой Analytic Jena contrAA 800 D	1	Расширение спектра выполняемых научно-образовательных и наукоемких услуг, замена выработавшего свой ресурс аналогичного прибора. Данный прибор позволяет проводить не только элементные определения в различных объектах, но и проводить сложные исследования в режиме многоэлементного анализа.	Спектральный диапазон: 185–900 нм; Оптическая схема, состоящая из двойного монохроматора Эшелле с кварцевой призмой в качестве предмонохроматора; Источник света – лампа сплошного спектра (ксеноновая лампа); Автоматическая неоновая коррекция длины волны; 512 элементов в составе диодно-матричного ПЗС-детектора; Повышенная чувствительность в УФ-области; Высокий квантовый выход; До 5 одновременно определяемых элементов.
ICP комплекс для многоэлементного анализа (позиции 5, 6)				
5	Атомно-эмиссионный спектрометр на основе индуктивно связанной плазмы Thermo iCap 7400 Duo	1	Расширение спектра выполняемых научно-образовательных и наукоемких услуг, замена выработавшего свой ресурс аналогичного прибора. Данная модель является более современной версией имеющегося в ЦКП аналогичного оборудования, практически выработавшего свой ресурс, обладает более совершенной аппаратной и	Одновременное (параллельное) измерение всех аналитических линий; Эшелле-полихроматор; Двойное (аксиальное и радиальное) наблюдение плазмы; Горизонтальное расположение горелки; Спектральный диапазон 166–847 нм; Полупроводниковый (безламповый) высокочастотный

№ п/п	Наименование оборудования (материалов)	Количество	Обоснование приобретения, назначение	Технические характеристики
			методической базой. Применение масс-спектрометрического детектора позволяет существенно снизить риск ложноположительного или ложноотрицательного результатов различных экологических и клинических испытаний.	генератор плазмы; Диапазон регулировки мощности генератора: 750–1350 Вт; Предел обнаружения по кадмию – 0.1 мкг/л
6	Масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой Thermo iCap RQ	1	Расширение спектра выполняемых научно-образовательных и наукоемких услуг, замена выработавшего свой ресурс аналогичного прибора. Данная модель является более современной версией имеющегося в ЦКП аналогичного оборудования, обладает более совершенной аппаратной и методической базой. Прибор предназначен для одновременного определения широкого спектра элементов в объектах окружающей среды на следовом и ультраследовом уровне. Может быть использован для определения изотопного состава различных материалов (в т.ч. и высокочистых). Незаменим при изучении живых систем, поскольку позволяет проводить определение распределения элементов в различных частях растений, животных и т.д..	Базовая частота генерации плазмы – 27 МГц; Максимальная мощность генератора – 1600 Вт; Диапазон определяемых масс – 4–290 а.е.м.; Линза-дефлектор, отклоняющая ионы на 90 градусов; Возможность работы ячейки в режиме напуска газа с дискриминацией по кинетической энергии; Возможность работы ячейки в режиме напуска газа без дискриминации по кинетической энергии
7	Система для газовой хромато-масс-	1	Расширение спектра выполняемых научно-образовательных и	Чувствительность при вводе 1 мкл пробы октафторнафталина с

№ п/п	Наименование оборудования (материалов)	Количество	Обоснование приобретения, назначение	Технические характеристики
	спектрометрии на основе квадрупольного масс-спектрометра (ГХ Хроматэк Кристалл-5000.2 с МСД Хроматэк)		научно-исследовательских услуг. Применение масс-спектрометрического детектора позволяет существенно снизить риск ложноположительного или ложноотрицательного результатов различных клинических испытаний, экологического мониторинга, токсикологических исследований.	концентрацией 1пг/мкл в режиме регистрации полного ионного тока – не менее 1500:1; Максимальное давление газа-носителя на входе в хроматограф – 1,25 МПа; Диапазон температур газового хроматографа – от +3 °С к комнатной до 450 °С; Диапазон изменения тока эмиссии – 0–500 мкА; Нагрев источника ионизации до 350 °С; Нагрев переходной линии масс-спектрометра до 400 °С; Максимальная скорость сканирования – 20000 а.е.м./сек; Диапазон сканирования масс – 1–1200 а.е.м. Производительность турбомолекулярного насоса – 240 л/с.
8	Система для газовой хроматографии на основе газового хроматографа Хроматэк Кристалл-5000.2 с электронно-захватными детекторами	1	Расширение спектра выполняемых научно-образовательных и научно-исследовательских услуг, замена выработавшего свой ресурс аналогичного прибора. Данная система имеет современные возможности по определению суперэкоотоксикантов и пестицидов в различных объектах окружающей среды и продуктах питания.	Максимальное давление газа-носителя на входе в хроматограф – 1,25 МПа; Диапазон температур газового хроматографа – от +3 °С к комнатной до 450 °С; Скорость охлаждения термостата колонок с 400 до 50 °С – 3,3 мин; Возможность ввода проб в режимах с делением и без деления потоком; Наличие программируемого инжектора,

№ п/п	Наименование оборудования (материалов)	Количество	Обоснование приобретения, назначение	Технические характеристики
				возможностью ввода больших объемов жидких проб с последующей отдувкой растворителя; Наличие электрозахватного детектора с микроячейкой, обеспечивающего предл детектирования по линдану не менее $4,4 \times 10^{-15}$ г/сек
9	УФ-Вид спектрометр Shimadzu UV-2600	1	Расширение спектра выполняемых научно-образовательных и наукоемких услуг. Позволяет проводить исследования в области контроля качества объектов окружающей среды, оценки качества пищевой продукции, антиоксидантной активности, изучения кинетики протекания реакций с использованием спектра поглощения в видимой или ультрафиолетовой области спектра	Спектральный диапазон – 185–900 нм; Возможные значения ширины оптической щели: 0,1; 0,5; 1; 2; 5 нм; Фотометрический диапазон: –5–5 е.о.п.; Двухлучевая оптическая схема; Монохроматор по схеме Черни-Тернера; Скорость сканирования до 4000 нм /мин.

Для приобретения были подготовлены комплекты документации на проведение электронных торгов, запроса котировок. Конкурсная документация размещена на сайте [www.zakupki.gov.ru](http://www.zakupki.gov.ru).

В соответствии с условиями заключенных государственных контрактов все оборудование поставлено в срок.

Перед установкой закупленного оборудования произведена инженерно-техническая подготовка выделенного помещения. Оборудование установлено. В соответствии с условиями государственного контракта с поставщиком произведены пробные пуски. Оборудование отвечает требованиям по качеству и комплектации поставки, неполадки в работе не выявлены. Специалистами фирм-поставщиков и

производителей произведено обучение персонала ЦКП и студентов работе с новым оборудованием.

При подготовке к установке оборудования в данной аудитории выполнены следующие виды работ: корректировка фрагментов планов 2-го этажа главного корпуса КубГУ, ремонт аудиторий с заменой окон, полового покрытия. Выполнен монтаж водоснабжения и канализации, монтаж электропроводки с учетом энергопотребления оборудования. Произведена инженерно-техническая подготовка помещения. Оборудование поставлено, установлено и введено в эксплуатацию. Произведены тестовые пуски. Оборудование отвечает установленным требованиям по качеству и комплектации поставки, неполадки в работе не выявлены. Специалисты производителей организовали и провели практический семинар для сотрудников ЦКП, аспирантов, студентов магистратуры и старших курсов бакалавриата и специалитета по обучению работе на научном оборудовании специализированной лаборатории по изучению перспективных материалов. Всего в занятиях приняли участие 16 человек. Были освоены современные физические и физико-химические методы исследований, измерений и испытаний.

После проведения пуско-наладочных работ и обучения персонала проводилась метрологическая поверка закупленного научного оборудования с участием представителей Госстандарта, поставщиков и специалистов ЦКП.

### 1.3 Обеспечение достижения значений индикаторов и показателей выполнения работ

На первом этапе выполнения проекта были запланированы следующие значения индикаторов и показателей:

Количество публикаций в российских и иностранных научных журналах, индексируемых в базах данных Web of Science или Scopus, в которых имеется ссылка на выполнение работы с использованием оборудования ЦКП – 6;

Количество результатов интеллектуальной деятельности, полученных с использованием оборудования центра, в отношении которых подана заявка на получение правовой охраны в Российской Федерации и (или) за рубежом, не менее – 5;

Количество разработанных (освоенных) новых методик измерений, не менее – 3;

Доля исследователей в возрасте до 39 лет в общей численности исследователей, выполняющих работы с использованием оборудования ЦКП, не менее – 55 %;

Число организаций-пользователей оборудованием ЦКП, в том числе негосударственного сектора, включая компании – участников Национальной технологической инициативы, не менее – 25 (5);

Удельный вес лабораторного и аналитического оборудования в возрасте до 5 лет в общей стоимости лабораторного и аналитического оборудования ЦКП, не менее – 70 %;

Объем привлеченных внебюджетных средств, не менее – 27,25 млн. руб.;

Отношение фактического времени работы оборудования ЦКП к максимально возможному времени работы оборудования ЦКП за год, не менее – 80 %;

Отношение фактического времени работы оборудования ЦКП в интересах третьих лиц к фактическому времени работы оборудования ЦКП за год, не менее – 50 %.

За отчетный период были опубликованы статьи в изданиях, индексируемых в базах данных Web of Science и/или Scopus:

1. Тищенко Е.А, Цюпко Т.Г., Милевская В.В., Темердашев А.З. Идентификация и хроматографическое определение биоактивных компонентов в образцах растворимого кофе // Аналитика и контроль. 2017. Т. 21. № 3. С. 251-261.

Scopus: Tishchenko E.A., Tsiupko T.G., Milevskaia V.V., Temerdashev A.Z. Identification and chromatographic determination of bioactive components in the instant coffee samples // Analitika i Kontrol. Volume 21, Issue 3, 2017, Pages 251–261.

2. Temerdashev A.Z., Azaryan A.A., Labutin A.V., Dikunets M.A., Zvereva I.O., Podol'skii I.I., Berodze G.T., Balabaev I.A. Application of chromatography–mass spectrometry methods to the control of sport nutrition and medicines marketed via internet // Journal of Analytical Chemistry. Volume 72, Issue 11, 1 November 2017, Pages 1184-1192 (Scopus, WoS);

3. Azaryan A.A., Temerdashev A.Z., Dmitrieva E.V. Determination of Meldonium in human urine by HPLC with tandem mass spectrometric detection // Journal of Analytical Chemistry. Volume 72, Issue 10, 1 October 2017, Pages 1057–1060 (Scopus, WoS);

4. Temerdashev Z.A., Pavlenko L.F., Korpakova I.G., Skrypnik G.V., Klimenko T.L., Votnova T.V., Ermakova Y.S. On the limitation of the term petroleum products in the determination of the oil pollution of bottom sediments // Journal of Analytical Chemistry. Volume 72, Issue 10, 1 October 2017, Pages 1120–1125 (Scopus, WoS);

5. Anisimovich P.V., Pochinok T.B., Tokareva E.V. Spectrophotometric determination of proteins in biological fluids // Journal of Analytical Chemistry. Volume 72, Issue 12, 1 December 2017, Pages 1212–1218 (Scopus, WoS)

6. Iosifov V.V., Almastyan N.A., Figus A., Chepurko Y.A., Hiên N.H., Krotova M.A. The problem of harmonizing the environmental priorities of electricity generating companies

and regional socio-economic systems: Dea-Based approach // International Journal of Energy Economics and Policy. Volume 7, Issue 5, 2017, Pages 159-165 (Scopus).

Всего опубликовано 6 статей, значение индикатора выполнено.

Поданы заявки на получение правовой охраны в Российской Федерации:

- 1) Заявка на изобретение «Способ получения (1-адамантил)фуранов»;
- 2) Заявка на изобретение «ИК-спектрометрический способ определения неуглеводородной смазочно-охлаждающей жидкости в сжатом воздухе»;
- 3) Заявка на изобретение «Способ получения производных 5Н-фуоро[3,2-с]изохромен -5-она».

Получены охранные документы на РИД:

1) Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2017663410 «Расчет численных характеристик фитопланктона и определение его структуры по классификации в соответствии с сайтом «AlgaeBase». Заявка № 2017660269. Дата поступления 12 октября 2017 г. Дата государственной регистрации в Реестре программ для ЭВМ 01 декабря 2017 г.

2) Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2017662841 «Классификационная оценка качества вин нейронными сетями». Заявка № 2017619506. Дата поступления 22 сентября 2017 г. Дата государственной регистрации в Реестре программ для ЭВМ 17 ноября 2017 г.

Значение индикатора выполнено.

В результате выполнения проекта разработаны три методики.

1) Методика измерений ИК-спектрофотометрическим и люминесцентным методами «Массовая концентрация углеводов и смолистых веществ в природных (пресных и морских), очищенных сточных и питьевых водах»;

2) Методика измерений люминесцентным методом «Массовая доля углеводов и смолистых веществ в почвах и донных отложениях пресных и морских водных объектов»;

3) Методика измерений методом ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием «Массовая концентрация мельдония в моче человека».

Методики аттестованы федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт». Свидетельство об аттестации методики измерений получены.

Значение индикатора выполнено.



В работе над проектом принимали участие исследователи (таблица 4).

Таблица 4 – Исполнители проекта

№	ФИО исполнителя-участника проекта	Год рождения	Должность	Ученая степень
1.	Темердашев Зауаль Ахлоович	1956	Руководитель УНПК «Аналит», руководитель проекта	д-р хим. наук
2.	Зарецкая Марина Валерьевна	1965	ведущий научный сотрудник	д-р физ.-мат. наук
3.	Васильев Александр Михайлович	1960	ст. научный сотрудник	канд. хим. наук
4.	Васильева Лада Виленовна	1968	инженер-исследователь	
5.	Галай Евгений Федорович	1991	инженер-исследователь	
6.	Темердашев Азамат Зауалевич	1989	ст. научный сотрудник	канд. хим. наук
7.	Абакумов Алексей Геннадьевич	1994	инженер-исследователь	
8.	Романовский Константин Андреевич	1988	ст. научный сотрудник	канд. хим. наук
9.	Милевская Виктория Васильевна	1987	мл. научный сотрудник	
10.	Коншин Валерий Викторович	1983	ст. научный сотрудник	канд. хим. наук
11.	Мусорина Татьяна Николаевна	1967	ст. научный сотрудник	канд. хим. наук
12.	Каунова Анастасия Александровна	1982	ст. научный сотрудник	канд. хим. наук
13.	Анисимович Полина Владимировна	1989	научный сотрудник	канд. хим. наук
14.	Елецкий Игорь Юрьевич	1994	инженер-исследователь	
15.	Титаренко Виктория Олеговна	1989	научный сотрудник	канд. хим. наук

Общее число исполнителей – 15;

Число исполнителей в возрасте до 39 лет – 10.

Доля исполнителей в возрасте до 39 лет – 66 %.

Значение индикатора выполнено.

На отчетном этапе выполнения проекта были оказаны услуги в интересах внешних пользователей (таблица 5).

Таблица 5 – Организации-пользователи оборудованием ЦКП

№	Наименование организации, которой оказаны услуги, город нахождения организации	Номер и дата договора на оказание услуг	Номер и дата акта	Период использования (дата начала – дата окончания)
1	2	3	4	5
1.	ООО «БОНАКА», г. Краснодар	17/41ц от 09.02.2017 г.	№ 00004411 от 10.10.2017 № 00005892 от 25.12.2017	01.10.2017-10.10.2017 15.12.2017-25.12.2017
2.	ООО «СИТЕКРИМ», г. Москва	16/237ц от 27.09.2016 г.	№ 00004205 от 15.09.2017 № 00004970 от 23.11.2017 № 00004969 от 23.11.2017	05.09.2017-15.09.2017 15.11.2017-23.11.2017 01.11.2017-23.11.2017
3.	ООО «ИнжЭкоПроект», г. Краснодар	16/28ц от 28.01.2016 г.	№ 00004207 от 15.09.2017 № 00004208 от 15.09.2017 № 00004385 от 02.10.2017 № 00004420 от 18.10.2017 № 00005876 от 15.12.2017 № 00005895 от 25.12.2017	03.09.2017-15.09.2017 05.09.2017-15.09.2017 28.09.2017-02.10.2017 12.10.2017-18.10.2017 05.12.2017-15.12.2017 10.12.2017-25.12.2017
4.	ООО «ВторМ-А», г. Москва	16/245ц от 12.10.2016 г.	№ 00004226 от 28.09.2017 № 00005893 от 25.12.2017	26.09.2019-28.09.2017 21.12.2017-25.12.201
5.	ООО «ФРИМПЕКС РУС», г. Краснодар	16/158ц от 22.04.2016 г.	№ 00004379 от 30.09.2017 № 00004503 от 31.10.2017 № 00004698 от 01.11.2017	27.09.2017-30.09.2017 23.10.2017-31.10.2017 25.10.2017-01.11.2017
6.	ООО «Седрус», г. Москва	5 от 06.07.2017 г.	№ 00004410 от 10.10.2017	02.10.2017-10.10.2017
7.	ООО «Казьминский молочный комбинат», с. Казьминское Ставропольского края	7 от 27.09.2017 г.	№ 00004409 от 09.10.2017	02.10.2017-09.10.2017
8.	ООО «НПК «ЭКСБУРГ-К», г. Краснодар	9 от 02.10.2017 г.	№ 00004490 от 30.10.2017 г.	20.10.2017-30.10.2017
9.	ПАО «ФСК ЕЭС», г. Краснодар	10/3-22/36-17/10 от 13.10.2017 г.	№ 1 от 17.10.2017	13.10.2017-17.10.2017
10.	ООО «Кубань-	12 от 09.10.2017г.	№ 00005896 от	15.12.2017-

	Гидроспецгеология», г. Краснодар		25.12.2017	25.12.2017
11.	ООО «СИГМА-ТРЕЙД» ТД, г. Краснодар	13 от 14.11.2017 г.	№ 00005900 от 25.12.2017 г.	14.11.2017- 25.12.2017
12.	ООО «ХимАгро Сидс», г. Краснодар	17/53ц от 01.03.2017 г.	№ 00004418 от 17.10.2017	09.10.2017- 17.10.2017
13.	ООО «МК Каргон», г. Краснодар	16/223ц от 08.07.2016 г.	№ 00004433 от 20.10.2017 № 00005898 от 25.12.2017 г.	10.10.2017- 20.10.2017 15.12.2017- 25.12.2017
14.	ЗАО «Краснодарзооветснаб», г. Краснодар	16/44ц от 03.03.2016 г.	№ 00004829 от 08.11.2017	01.11.2017- 08.11.2017
15.	ООО «Евротек», г. Тимашевск Краснодарского края	16/277ц от 09.11.2016 г.	№ 00004836 от 14.11.2017 № 00005300 от 30.11.2017	10.11.2017- 14.11.2017 20.11.2017- 30.11.2017
16.	ООО «Комбинат стеновых материалов Кубани», г. Краснодар	405/16/229ц от 23.08.2016 г.	№ 00004837 от 14.11.2017	01.11.2017- 14.11.201
17.	ООО «Сельта», г. Краснодар	16/196ц от 16.05.2016 г.	№ 00005899 от 25.12.2017	20.12.2017- 25.12.2017
18.	ОАО «Славянский кирпич», г. Славянск на Кубани Краснодарского края	16/140ц от 15.04.2016 г.	№ 00005901 от 25.12.2017	15.12.2017- 25.12.2017
19.	ИП Ковалевская Наталья Александровна, г. Краснодар	6 от 10.07.2017 г.	№ 00004378 от 30.09.2017	25.09.2017- 30.09.2017
20.	Лаки Хаус Профешнл, г. Краснодар	17/3ц от 11.01.2017	№ 00005910 от 27.12.2017	27.11.2017- 27.12.2017
21.	ООО "АЛМА ПРОДАКШН", г. Абинск Краснодарского края	17/39ц от 03.02.2017	№ 00005913 от 29.12.2017	26.12.2017- 29.12.2017
22.	ООО «Дефотек», г. Мытищи Московской области	16/241ц от 04.10.2016	№ 00005911 от 27.12.2017	18.12.2017- 27.12.2017
23.	ООО «Вита-Колор», г. Краснодар	16/58ц от 28.03.2016	№ 00005912 от 28.12.2017	25.12.2017- 28.12.2017
24.	ООО «НК «Приазовнефть», г. Краснодар	15/60-98/15 ПН от 21.05.2015 г.  16/226-96/16 ПН от 29.07.2016 г.  17/234 от 21.11.2017 г. 17/235 от 28.11.2017 г.	№ 3 от 10.10.2017 № 4 от 20.12.2017 №3 от 15.11.2017 № 4 от 20.12.2017 № 1 от 15.12.2017 № 1 от 15.12.2017	16.07.2017- 10.10.2017 11.10.2017- 20.12.2017 26.08.2017- 15.11.2017 16.11.2017- 20.12.2017 21.11.2017- 15.12.2017 28.11.2017- 15.12.2017.
25.	ООО «РН-	2161317/0475Д(17	Без № от 20.09.2017	16.08.2017-

	Краснодарнефтегаз»	/154) от 19.06.2017 г.	Без № от 15.11.2017	20.09.2017
			Без № от 14.12.2017	21.09.2017- 15.11.2017
			Без № от 14.12.2017	17.10.2017- 14.12.2017
			Без № от 14.12.2017	16.11.2017- 14.12.2017

По остальным индикаторам и показателям были достигнуты значения:

Число организаций-пользователей оборудованием ЦКП, в том числе негосударственного сектора, включая компании – участников Национальной технологической инициативы – 27;

Удельный вес лабораторного и аналитического оборудования в возрасте до 5 лет в общей стоимости лабораторного и аналитического оборудования ЦКП – 73,5 %;

Объем привлеченных внебюджетных средств – 27,25 млн. руб.;

Отношение фактического времени работы оборудования ЦКП к максимально возможному времени работы оборудования ЦКП за год – 84,8 %;

Отношение фактического времени работы оборудования ЦКП в интересах третьих лиц к фактическому времени работы оборудования ЦКП за год – 64,3 %.

Значения индикаторов выполнены.

1.4 Реализация комплекса мероприятий, направленных на обеспечение максимальной загрузки оборудования ЦКП и привлечение третьих лиц

Для целей повышения открытости, доступности и востребованности ЦКП для третьих лиц специалисты ЦКП принимали участие в работе III съезда аналитиков России (сентябрь 2017 г.) с докладами. Участие в работе съезда способствовало ознакомлению с новыми методическими разработками ведущих ученых, разработчиками научного оборудования, современными тенденциями развития аналитической химии и аналитического приборостроения, совершенствованием методов анализа и их применением в анализе и испытании различных объектов, контроле качества продукции и др. Мероприятия сопровождались выставкой и демонстрацией аналитических приборов ведущих производителей аналитических приборов.

Перечень докладов на Третьем съезде аналитиков России (ГЕОХИ РАН, Москва. 8-13 октября 2017):

- 1) Тищенко Е.А., Цюпко Т.Г., Ачмиз Б.А., Гуцаева К.С., Милевская В.В. Создание визуального профиля растворимого кофе по данным ВЭЖХ-анализа;

- 2) Темердашев З.А., Дмитриева Е.В., Азарян А.А., Лабутин А.В., Печников А.Л. Применение методов хромато-масс-спектрометрии в целях определения новых допинг-агентов;
- 3) Азарян А.А., Темердашев А.З., Дмитриева Е.В., Гашимова Э.М. Изучение возможности применения предколоночной дериватизации для ОФ-ВЭЖХ-МС/МС определения мельдония в моче;
- 4) Темердашев А.З., Азарян А.А., Дмитриева Е.В., Гашимова Э.М. Применение методов хромато-масс-спектрометрии для определения некоторых эндогенных стероидов и кортикостероидов в биологических жидкостях человека;
- 5) Дмитриева Е.В., Темердашев А.З., Азарян А.А., Гашимова Э.М. Применение метода СВЭЖХ-МС/МС в целях количественного анализа селективных модуляторов андрогенных рецепторов (SARM) в моче;
- 6) Шилько Е.А., Милевская В.В., Темердашев З.А., Киселева Н.В., Подстречная Е.К. Экстракция фенольных соединений лекарственного растительного сырья на различных типах сорбентов;
- 7) Милевская В.В., Темердашев З.А., Бутыльская Т.С., Шилько Е.А., Рябоконт Л.П. Стабильность вещественного состояния некоторых БАВ лекарственных растений как показатель их качества;
- 8) Бурьлин М.Ю., Анашкин Р.А., Галай Е.Ф., Кокарев Р.К., Ткачева Е.Н. Электротермическое атомно-абсорбционное определение Cu, Hg и Pd в природных и питьевых водах после концентрирования модифицированными силикагелями и дозирования их в виде суспензий;
- 9) Бурьлин М.Ю., Анашкин Р.А., Галай Е.Ф., Кокарев Р.К. Электротермическое атомно-абсорбционное определение свинца в суспензиях почв;
- 10) Романовский К.А., Бурьлин М.Ю., Мюнц А.В. Техника фотохимической генерации паров для определения элементов в природной воде методом ИСП-МС.

Разработана и издана рекламная брошюра, предлагаемая представителями ЦКП участникам конференций, выставок и других публичных научных мероприятиях (Приложение В).

## 2 РАБОТЫ ПОЛУЧАТЕЛЯ СУБСИДИИ, ВЫПОЛНЯЕМЫЕ ЗА СЧЕТ ВНЕБЮДЖЕТНЫХ СРЕДСТВ

### 2.1. Разработка новых методик выполнения измерений

В результате выполнения проекта разработаны три методики.

1) Методика измерений ИК-спектрофотометрическим и люминесцентным методами «Массовая концентрация углеводов и смолистых веществ в природных (пресных и морских), очищенных сточных и питьевых водах»

Настоящая методика предназначена для измерений массовой концентрации основных нефтяных компонентов – углеводов и смолистых веществ (смола и асфальтенов) в природных (пресных и морских), очищенных сточных водах и питьевой воде ИК-спектрофотометрическим и люминесцентным методами по измерению поглощения углеводов в инфракрасной области спектра и интенсивности люминесценции, смола и асфальтенов – по интенсивности люминесценции. Диапазон измеряемых массовых концентраций углеводов ИК-спектрофотометрическим методом составляет от 0,01 до 0,60 мг/дм<sup>3</sup>, люминесцентным методом – от 0,005 до 0,700 мг/дм<sup>3</sup>. Диапазон измеряемых массовых концентраций смолистых веществ люминесцентным методом составляет от 0,002 до 0,130 мг/дм<sup>3</sup>.

Допускается выполнение измерений в пробах воды с массовой концентрацией углеводов и смолистых компонентов превышающей 0,60 мг/дм<sup>3</sup> и 0,130 мг/дм<sup>3</sup>, соответственно, при использовании уменьшенной аликвоты пробы или разбавлении элюата.

Национальные и международные программы по защите окружающей среды, предусматривают оценку уровня нефтяного загрязнения как один из важнейших параметров состояния водных экосистем. В этой связи определение нефтепродуктов входит в обязательный перечень показателей, подлежащих систематическому наблюдению и контролю. В большинстве лабораторий, занимающихся мониторингом нефтяного загрязнения водных объектов, определение нефтепродуктов ограничивается измерением только углеводородной фракции, отделенной от других компонентов сырых нефтей и продуктов их переработки хроматографическими способами. Однако, по мере накопления данных о составе нефтяного загрязнения в различных водных объектах все чаще поднимается вопрос о необходимости учета других компонентов нефти и нефтепродуктов – смола и асфальтенов, которые в силу своей устойчивости к процессам деградации и лучшей растворимости в воде по сравнению с углеводородами,

накапливаются в водной среде и в большей степени в донных отложениях. Другой проблемой оценки уровня нефтяного загрязнения является сложность состава углеводородной фракции, компоненты которой обладают различными оптическими свойствами. Измерение только одной оптической характеристики сложной смеси углеводородов может привести к ошибочным выводам о степени загрязненности исследуемого водного объекта.

Методика выполнения измерений массовой концентрации углеводородов и смолистых веществ в пробах природных (пресных и морских), очищенных сточных и питьевых вод предусматривает определение углеводородов ИК-спектрофотометрическим и люминесцентным методами с использованием унифицированной стандартной смеси и суммарного содержания смол и асфальтенов люминесцентным методом. Унифицированная стандартная смесь углеводородов позволяет использовать её как для градуировки ИК-спектрофотометров, так и флуориметров. Смесь включает гексадекан, изооктан, бензол и флуорантен, взятых в соотношении, при котором коэффициент поглощения в ИК-области спектра равен коэффициенту поглощения Государственного стандартного образца состава раствора нефтепродуктов (смесь гексадекана, изооктана и бензола) в четыреххлористом углероде (ГСО 7424-97), а интенсивность люминесценции соответствует параметрам углеводородов, наиболее близким по составу углеводородов, присутствующих в воде водных объектов. Коэффициент поглощения в ИК-области спектра и интенсивность люминесценции углеводородов занимают промежуточное положение между наиболее различающимися по этим параметрам тяжелыми и легкими нефтепродуктами (мазутом и дизельным топливом).

Одновременное измерение углеводородов ИК- спектрофотометрическим и люминесцентным методами позволяет по полученным результатам оценивать характер нефтяного загрязнения (свежее или хроническое) и присутствие биогенных углеводородов.

Для водных объектов рыбохозяйственного назначения предельно допустимая концентрация (ПДК) нефти и нефтепродуктов в растворенном и эмульгированном состоянии составляет 0,05 мг/дм<sup>3</sup>. Для водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения установлены ПДК на нефть многосернистую 0,1 мг/дм<sup>3</sup>, прочие нефти - 0,3 мг/дм<sup>3</sup>.

Методика предназначена для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных (пресных и морских), очищенных сточных вод и питьевой воды.

Методика аттестована федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт». Свидетельство об аттестации методики измерений №С32. МИ 02067847.01.RA.RU.311345–2017.

2) Методика измерений люминесцентным методом «Массовая доля углеводов и смолистых веществ в почвах и донных отложениях пресных и морских водных объектов».

Методика предназначена для определения углеводов и смолистых веществ в донных отложениях и почвах при мониторинге нефтяного загрязнения объектов природной среды.

Настоящая методика предназначена для измерений массовой доли углеводов и смолистых веществ в пробах почв и донных отложений пресных и морских водных объектов люминесцентным методом в диапазоне массовых долей углеводов от 0,010 до 1,2 г/кг сухой массы, смолистых веществ – от 0,005 до 0,300 г/кг сухой массы. При анализе проб донных отложений с массовой долей углеводов и смолистых компонентов, превышающей соответственно, 1,2 г/кг и 0,3 г/кг, необходимо использование пробы донных отложений уменьшенной навески или разбавление элюатов, подлежащих измерению.

Методика измерения углеводов и смолистых веществ основана на выделении их из влажных донных отложений и почв последовательной экстракцией ацетоном и хлороформом, концентрировании экстракта и хроматографическом разделении углеводов и смолистых веществ в тонком слое оксида алюминия в системе растворителей гексан : четыреххлористый углерод : уксусная кислота.

Количественное определение выделенных углеводов проводят люминесцентным методом, который основан на измерении интенсивности люминесценции элюата углеводов при  $\lambda_{\text{возб}} = 370$  нм и  $\lambda_{\text{люм}} = 460$  нм. Количество углеводов определяют по градуировочному графику, построенному по аттестованным смесям углеводов.

Количественное определение выделенных смолистых веществ проводят люминесцентным методом, который основан на измерении интенсивности люминесценции элюата смолистых веществ при  $\lambda_{\text{возб}} = 450$  нм и  $\lambda_{\text{люм}} = 500$  нм. Количество смолистых веществ определяют по градуировочному графику, построенному по аттестованным смесям смолистых веществ.

При экологической оценке состояния водных экосистем наиболее информативным объектом исследования являются донные отложения, так как они на протяжении продолжительного периода аккумулируют соединения, поступающие как с водосбора, так



и продуцируемые в самом водоёме. Доля сорбированных донными отложениями нефтепродуктов при наличии хронических источников загрязнения может достигать 50 и более процентов от их общей суммы в водоеме. При определенных условиях (ветровое взмучивание, изменение рН, минерализации, водности, проведении дноуглубительных работ и т.д.) токсиканты из донных отложений могут переходить в водную толщу, вызывая ее вторичное загрязнение. Загрязненные донные отложения обычно токсичны и, являясь средой обитания разнообразных донных животных, влияют на их видовой состав, численность, накопление ими опасных веществ, нарушение пищевой цепи биоценоза и т.д. Учитывая важность наблюдений за состоянием донных отложений, Министерство природных ресурсов и экологии РФ в 2014 г. утвердило методические указания, согласно которым экологический мониторинг донных отложений водных объектов суши является составной частью общего экологического мониторинга водных объектов, предназначенного для их изучения и охраны.

Высокая сорбционная способность основных компонентов нефти, особенности их фракционирования при попадании в водный объект, биохимическая устойчивость, способствуют накоплению в донных отложениях стойких к процессам деградации полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) и высокомолекулярных гетероциклических соединений - смол и асфальтенов. При анализе донных отложений без учета содержания смолистых веществ оценка загрязнения может быть существенно занижена.

В составе углеводородной фракции донных отложений доля ПАУ значительно выше, чем в водной среде, поэтому стандартная смесь, используемая для построения градуировочной зависимости при анализе донных отложений, должна отличаться от стандартной смеси для воды большей долей люминесцирующих компонентов.

Донные отложения водных объектов с высокой трофностью содержат биогенные углеводороды, присутствие которых фиксируется по наличию хлорофилла, проявляющегося в ходе анализа исследуемых проб в виде красного свечения на стадии хроматографического разделения нефтяных компонентов.

Методика измерений массовой доли углеводородов и смолистых веществ в пробах почв и донных отложений природных (пресных и морских), предусматривает определение углеводородов и смолистых веществ люминесцентным методом в сочетании с тонкослойной хроматографией. В качестве стандарта для определения углеводородов используется смесь углеводородов различных классов, включая флуорантен, обеспечивающего интенсивность люминесценции стандарта, сопоставимую с интенсивностью люминесценции углеводородов, полученную на основании многолетнего

опыта анализа донных отложений пресных и морских водных объектов. В качестве стандарта для определения смолистых веществ используются смолы и асфальтены, выделенные из льяльных вод, являющихся одним из основных источников нефтяного загрязнения водных объектов.

Методика аттестована федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт». Свидетельство об аттестации методики измерений № МИ С34. 02067847.03.RA.RU.311345–2017.

3) Методика измерений методом ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием «Массовая концентрация мельдония в моче человека»

Разработанная методика определяет порядок измерения массовой концентрации мельдония в моче человека в диапазоне концентраций от 100 до 2500 нг/см<sup>3</sup> методом ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием.

Для определения мельдония в моче использован метод УВЭЖХ-МС/МС (ЭРИ), сущность которого состоит в разделении компонентов смеси, основанном на разном сродстве веществ к сорбенту, использованному в колонке, и, как следствие, разной эффективностью удерживания в потоке подвижной фазы, смывающей вещества с сорбента.

Пробу мочи разбавляют детергентом, осаждающим белок, содержащийся в моче, с последующим центрифугированием и отбором жидкой фазы на анализ. В жидкой фазе проводят идентификацию и количественное определение мельдония.

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры); контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности, среднеквадратичного отклонения повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, погрешности). Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

Методика предназначена для применения в лабораториях, осуществляющих анализ биологических жидкостей человека.

Методика аттестована федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт». Свидетельство об аттестации методики измерений № С33. 02067847.02.RA.RU.311345–2017.

## 2.2 Подготовка и переподготовка высоко квалифицированных кадров с учетом переоснащения материально-технической базы ЦКП

### 2.2.1 Защиты 2 кандидатских диссертационных исследований с привлечением научного оборудования ЦКП

В 2017 г. с применением оборудования ЦКП «Эколого-аналитический центр» были выполнены исследования и защищены 2 диссертации на соискание ученой степени кандидата химических наук.

1. Диссертационная работа Милевской Виктории Васильевны «Определение биологически активных веществ в лекарственном растительном сырье антидепрессантного и противовоспалительного действия», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Цель данной диссертационной работы – обоснование и разработка аналитических схем идентификации и определения биологически активных веществ в лекарственных растениях антидепрессантного и противовоспалительного действия.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

- 1) изучение и оптимизация процессов экстракции БАВ из ЛРС в условиях различных способов их извлечения;
- 2) идентификации БАВ фенольного происхождения в ЛРС;
- 3) разработка методик определения БАВ с учетом их структурного и химического разнообразия в ЛРС;
- 4) оптимизация аналитических схем идентификации и определения биологически активных веществ в исследуемых образцах;
- 5) анализ лекарственных растений антидепрессантного и противовоспалительного действия, а также препаратов на их основе с применением разработанных аналитических схем идентификации и определения аналитов.

Научная новизна определяется тем, что разработаны комплексные хроматографические схемы идентификации и определения фенольных соединений в экстрактах лекарственных растений семейств Яснотковых (шалфея лекарственного, чабреца ползучего, душицы обыкновенной и мелиссы лекарственной) и Зверобойных (зверобоя продырявленного) в условиях различных способов их экстрагирования.

Рассмотрены проблемы и особенности получения кинетических характеристик экстракции БАВ фенольного ряда в разных условиях их извлечения из анализируемой растительной матрицы.

Основные результаты диссертационной работы:

1) Изучены и оптимизированы способы экстракции БАВ из ЛРС в условиях различных способов их извлечения для целей их идентификации и определения методами хроматографии. Наибольшая эффективность извлечения БАВ из растительных объектов достигается с учетом химического «средства» экстрагента и извлекаемого компонента, а также экстрагирования ЛРС при повышенных температуре и давлении в динамических условиях.

2) Проведен скрининг БАВ фенольного происхождения в ЛРС в условиях различных способов их извлечения, идентифицированы 17 соединений в составе образцов трав семейств Зверобойные и 26 соединений в образцах трав семейства Яснотковые.

3) Изучены способы жидкофазного и твердофазного концентрирования аналитов. Показано, что при сверхкритической флюидной экстракции БАВ из сырья зверобоя в CO<sub>2</sub>-экстракт переходят лишь незначительные количества гиперфорина, рутина и кверцетина. При твердофазной экстракции с использованием патронов на основе октадецилсилана происходит концентрирование фитокомпонентов из экстрактов ЛРС, а также очистка извлечений от соэкстрактивных веществ.

4) Проведены кинетические исследования процессов извлечения БАВ из сырья на основе анализа кривых выхода компонентов от времени. Показана возможность дифференциации веществ по классам фенольных соединений на основе анализа их констант скоростей экстракции. Показано, что для получения констант скорости экстракции нестабильных БАВ из ЛРС требуется введение стабилизатора в экстракционную систему.

5) Разработаны хроматографические методики определения БАВ в экстрактах трав Зверобойных и Яснотковых с учетом их структурного и химического разнообразия. На основе этих методик разработаны аналитические схемы идентификации и определения биологически активных веществ в исследуемых образцах. Показано, что для анализа травы зверобоя оптимально определение БАВ по двум различным схемам: первая обеспечивает определение фенолкарбоновых кислот и флавоноидов и проводится на колонке с привитой октадецильной фазой, вторая – гиперцинонов и гиперфоринов на колонке с монолитной структурой сорбента. Установлены метрологические

характеристики разработанных методик определения БАВ в лекарственных растениях и препаратах на их основе.

б) Проведен анализ лекарственных растений антидепрессантного и противовоспалительного действия, а также препаратов на их основе с применением разработанных аналитических схем идентификации и определения аналитов, установлены их содержания и соотношения. Показана возможность использования соотношений содержаний рутин/гиперфорин и гиперфорин/фурогиперфорин для установления качества и подлинности ЛРС.

Работа была представлена в диссертационный совет Д 212.101.16 и принята к защите советом 26 сентября 2017 г., протокол № 2.

Защита состоялась 7 декабря 2017 г. Решением диссертационного совета Милевской Виктории Васильевне присвоена ученая степень кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Ссылки на полный текст диссертации и автореферат на сайте организации:

URI: <http://docspace.kubsu.ru/docspace/handle/1/1080>

URI: <http://docspace.kubsu.ru/docspace/handle/1/1062>

2. Диссертационная работа Васильевой Лады Виленовны «Формирование элементного и фазового состава отложений в теплоэнергетическом оборудовании в условиях различных схем водоподготовки и способы их удаления», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 03.02.08 – Экология (химические науки).

Цель данной диссертационной работы – исследование закономерностей образования элементного и фазового состава отложений на внутренних поверхностях нагрева теплоэнергетического оборудования, изучение и оптимизация схем и способов их удаления с минимальным воздействием на окружающую среду.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие задачи:

1) изучение элементного состава, структуры и формы отложений, образованных на внутренних поверхностях нагрева водоподогревателей, трубопроводов, водогрейных и паровых котлов при разных водно-химических режимах (на примере предприятий Краснодарского края);

2) оценка влияния качества природной и подготовленной воды на состав формирующихся отложений;

3) изучение и оптимизация схем и способов удаления отложений, образованных на внутренних поверхностях нагрева теплоэнергетического оборудования;

4) обоснование и реализация наиболее экологически обоснованного способа удаления труднорастворимых отложений с внутренних поверхностей паровых котлов.

Научная новизна работы связана с установлением взаимосвязи между элементным и фазовым составом отложений в теплообменниках систем горячего водоснабжения, на внутренних поверхностях водогрейных жаротрубных и паровых котлов с качественными характеристиками природной воды и способами ее обработки (на примере предприятий Краснодарского края).

Выявлены особенности накопления макро- и микроэлементов в отложениях образованных в теплообменниках систем горячего водоснабжения Черноморского побережья и предгорья Краснодарского края (Лабинского и Мостовского районов), на основании которых составлена карта районирования однотипных отложений.

Методами рентгеноспектрального и рентгенофазового анализа изучен процесс карбонизации высокоплотных силикатных труднорастворимых либо нерастворимых в минеральных кислотах отложений, образующихся в паровых котлах средней и малой мощности.

Основные результаты диссертационной работы:

1) Изучен макро- и микроэлементный составы отложений в теплоэнергетическом оборудовании в условиях различных схем водоподготовки. Обоснован и реализован комплекс современных методов физико-химического анализа (методы рентгенофазового, рентгеноспектрального анализа, ИСП-АЭС- спектрометрии) для идентификации и проведения анализа отложений различного состава. Методы контроля соответствуют требованиям универсальности определения разных классов соединений, содержащихся в отложениях и анализируемых водах, экспрессны и обладают высокой информативностью.

2) Изучена связь процессов образования, элементного и фазового составов отложений, коррозии конструкционных материалов оборудования с составом природной воды и способами ее обработки. Идентифицированы основные фазы, входящие в состав отложений, представленных смесью карбонатов кальция и магния, силикатов и фосфата, основу которых составляют кальцит, арагонит, магнезит, диопсид, тремолит, волластонит, гидроксипатит, а также смесью оксидов железа в виде гетита, магнетита, вюститита и гематита.

3) Установлено, что фазовый состав отложений зависит от молярного соотношения элементов, содержащихся в исходной природной воде. При наличии одних и тех же элементов в исходной воде, в зависимости от выбранной схемы подготовки воды и условий эксплуатации оборудования, возможно образование как легко удаляемых отложений (карбонаты кальция и магния), так практически нерастворимых соединений

(диопсид и тремолит), а также появление отложений, вызванных различными коррозионными процессами.

4) Изучены отложения, образованные в паровых котлах в условиях различных схем водоподготовки, установлены их фазовый и элементный составы, а также обоснованы условия их растворения и разложения. Проведены экспериментальные исследования динамики растворения труднорастворимых компонентов отложений – волластонита, диопсида, тремолита, гидроксипатита кальция, карбонатов кальция и магния подготовленной водой после Na-катионирования с добавлением комплексона трилона Б и реагента HydroChem 160. Рассмотрены способы химической очистки и предложен экологичный способ удаления труднорастворимых термически и химически устойчивых отложений, образованных в паровых котлах (на примере котлов низкого и среднего давления).

5) По результатам проведенных исследований состава отложений и особенностей их образования, анализа способов их разрушения и удаления предложены экспериментальные установки по очистке теплообменников и жаротрубных водогрейных котлов. Предложенные схемы также позволяют провести очистку теплообменников без демонтажа непосредственно в котельной предприятия. Данные устройства успешно использованы для очистки полностью забитых кожухотрубных теплообменников и водогрейных жаротрубных котлов типа «Dakon» и «Ecomax».

Работа была представлена в диссертационный совет Д 212.101.16 и принята к защите советом 26 сентября 2017 г., протокол № 2.

Защита состоялась 7 декабря 2017 г. Решением диссертационного совета Васильевой Ладе Виленовне присвоена ученая степень кандидата химических наук по специальности 03.02.08 – Экология.

Ссылки на полный текст диссертации и автореферат на сайте организации:

URI: <http://docspace.kubsu.ru/docspace/handle/1/1081>

URI: <http://docspace.kubsu.ru/docspace/handle/1/1063>

2.2.2 Вовлечение в работу ЦКП молодых учёных, специалистов, преподавателей, аспирантов, студентов и др. представителей высшей школы

На базе ЦКП осуществляется образовательная деятельность по подготовке бакалавров и магистров по следующим направлениям подготовки:

«Химия» (профиль «Аналитическая химия»);

«Стандартизация и метрология» (профили «Стандартизация и сертификация» и «Метрология, стандартизация и сертификация»);

«Техносферная безопасность» (профиль «Охрана природной среды и ресурсосбережение»).

Сотрудники ЦКП обеспечивают учебный процесс на смежных (экономическом, биологическом, географическом и геологическом) факультетах.

Сотрудники ЦКП осуществляет активную образовательную деятельность по программам послевузовского профессионального образования в рамках аспирантуры и докторантуры, участвуют в подготовке кадров высшей квалификации по научным специальностям: 02.00.02 – аналитическая химия, 03.02.08 - экология (химические науки) и 05.02.23 – стандартизация и управление качеством продукции.

Имеется магистратура, аспирантура и докторантура по специальностям 02.00.02 – аналитическая химия, 03.02.08 – экология (Химия) (химические науки), 05.02.23 – стандартизация и управление качеством продукции (технические науки). За последние пять лет сотрудниками ЦКП выпущено 15 учебных пособий, 7 из них имеют грифы УМО по классическому и политехническому университетскому образованию в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений.

Для вовлечения в работу ЦКП молодых учёных, специалистов, преподавателей, аспирантов, студентов в штатном режиме выполняются следующие мероприятия:

1) Научно-методическое и инструментальное сопровождение выполнения курсовых и дипломных работ, магистерских диссертаций, лабораторных работ и практических занятий студентов.

2) Модернизация специальных курсов для направлений подготовки бакалавриата и магистратуры с учетом новых возможностей ЦКП, внедрение в учебный процесс новых методических разработок.

3) Привлечение студентов профильных направлений для выполнения научно-исследовательских работ.

4) Обучение персонала, научных работников, студентов и аспирантов специалистами фирм-поставщиков научного оборудования в процессе технического переоснащения и расширения научной приборной базы ЦКП.

На первом этапе выполнения проекта в штатном режиме были проведены практические занятия для аспирантов, студентов магистратуры и студентов старших курсов бакалавриата по обучению работе на современном, специальном и технологическом прецизионном научном оборудовании, имеющемся в распоряжении



ЦКП. Всего в занятиях приняли участие 19 человек. Были освоены методы спектрометрии (молекулярной и атомной), хроматографии (газовой и жидкостной), хромато-масспектрометрии, ряд термических, электрохимических и рентгеновских методов исследования объектов различного происхождения. Целью занятий было научить студентов в зависимости от задач, стоящих перед потребителем (сертификация продукции, оценка ее соответствия, экспертиза, идентификация объекта) выбирать схемы испытаний, места их проведения и др. Для студентов сформулированы темы дипломных работ и магистерских диссертаций (таблица 6), нацеленные на освоение современных физических, механических и физико-химических методов исследований, измерений и испытаний, с привлечением их в перспективе к работе в ЦКП.

Таблица 6 – Темы выпускных квалификационных работ (2017/2018 учебный год)

<b>04.04.01 – Химия, магистерская программа – аналитическая химия (Магистратура)</b>			
№	Темы работ	Научный руководитель	ФИО студента
1	Электротермическое атомно-абсорбционное определение Cu, Pd и Hg в природных водах с предварительным их концентрированием на модифицированном силикагеле	Бурьлин М.Ю.	Анашкин Р.
2	Хроматографическая идентификация онкомаркеров в выдыхаемом воздухе	Темердашев А.З.	Гашимова Э.
3	Сорбенты на основе желатиновых пленок, модифицированных тригидроксифлуороами: свойства и аналитическое применение	Починок Т.Б.	Кривокосова А.
4	Оценка возможности применения анионообменников на основе азолиевых солей в ионной хроматографии	Коншина Дж.Н.	Мицкевич А.
5	Некоторые аналитические характеристики алкинилсодержащих азолиевых солей и материалов на их основе	Коншина Дж.Н.	Пономарева Н.
6	Сорбционно-спектроскопическое и спектрофотометрическое определение белков в биологических жидкостях по реакции с бромпирогалловым красным	Починок Т.Б.	Токарева Е.
7	Изучение сорбционных характеристик различных материалов для твердофазной экстракции фитокомпонентов лекарственного растительного сырья	Киселева Н.В.	Шилько Е.

<b>27.04.01 Стандартизация и метрология (ОФО) (Магистратура)</b>			
№	Темы работ	Научный руководитель	ФИО студента
1	Формирование мультиэлементного образа в различных условиях стадии оклейки вин	Темердашев З.А.	Абакумов А.

2	Анализ мирового опыта стимулирования микрогенерации на основе возобновляемых источников энергии: нормативно-правовые и организационно-экономические аспекты	Ратнер С.В.	Аксюк Т.
3	Разработка системы ХАССП на предприятии ООО «Новые технологии»	Верниковская Н.А.	Алексеева Н.
4	Анализ функций управления качеством в сфере услуг физической культуры	Боровик В.Н.	Алешкин А.
5	Аналитическое решение вопросов обеспечения ожиданий потребителями качества банковских услуг на примере филиала Сбербанка России № 8619	Боровик В.Н.	Болдырева Е.
6	Анализ влияния качества производственных отношений в ПАО «Кубаньэнерго» на качество предоставляемых услуг	Боровик В.Н.	Буланова А.
7	Производственный контроль качества продукции на парфюмерно-косметическом предприятии	Верниковская Н.А.	Каптур Ю.
8	Системный анализ управления качеством измерений в аккредитованных лабораториях ФГБУ «ЦЛАТИ по ЮФО»	Киселева Н.В.	Назаренко Д.
9	Оценка результативности интегрированной системы менеджмента ООО "Краснодарзернопродукт" и поиск путей ее повышения	Лаптева О.Г.	Паранук М.
10	Разработка методики оценки удовлетворенности потребителей качеством энергоснабжения южных регионов России	Ратнер С.В.	Плетнева А.
11	Оценка системы менеджмента безопасности продукции в ООО «Крымский винный завод»	Киселёва Н.В.	Плосконенко Т.
12	Экспериментальная проверка и анализ НТД, научно-технических материалов оценки соответствия виноградных вин	Киселёва Н.В.	Рогачева Д.
13	Разработка методики оценки эффективности региональных программ энергосбережения	Ратнер С.В.	Сокольская Е.

<b>27.04.01 – Стандартизация и метрология (ЗФО) (Магистратура)</b>			
№	Темы работ	Научный руководитель	ФИО студента
1	Аккредитация в РФ: основные проблемы и перспективы развития	Киселёва Н.В.	Гаранжа Е.
2	Внешний контроль качества текстильных материалов при определении прогностных характеристик	Боровик В.Н.	Горбова В.
3	Инновационные технологии в обеспечении качества обслуживания на предприятиях общественного питания (на примере ресторана «Екатеринодар» г. Краснодар)	Воронова О.Б.	Кирпенко Я.
4	Обоснование системы оценки качества сухих красных вин по суммарным показателям (на примере вин «Мерло» ОАО АПФ «Фанагория»)	Цюпко Т.Г.	Куликова Е.
5	Исследование барьеров диффузии стандартов «зеленого» строительства	Ратнер С.В.	Леонова В.

6	Обоснование показателей, обеспечивающих удовлетворенность качества обслуживания (на примере предприятия «Т-КАФЕ»)	Цюпко Т.Г.	Малышев Д.
7	Оптимизация ключевых факторов, обеспечивающих качество продукции и обслуживания в столовой ГБУ КК «Комбинат питания №1»	Воронова О.Б.	Морозова А.
8	Исследование факторов роста уровня проникновения ИСО 14001 на предприятиях различных отраслей промышленности	Ратнер С.В.	Москвина Г.
9	Разработка и внедрение системы менеджмента качества ФГУП «Кореновское» КНИИСХ им. Лукьяненко	Воронова О.Б.	Потудинская В.
10	Анализ системы управления документацией ФБУ «Краснодарский ЦСМ» на соответствие критериям аккредитации	Цюпко Т.Г.	Сахно М.

Утверждены на заседании кафедры аналитической химии от 30.08.2017 г., протокол № 1

<b>Стандартизация и метрология (Бакалавриат)</b>			
	Темы работ	Научный руководитель	ФИО студента
1	Анализ и оптимизация системы управления сокращения негативного воздействия на электростанциях	Алмастьян Н.	Кулиш Ю.
2	Инструменты реализации функций территориального экологического менеджмента	Алмастьян Н.	Гонке Е.
3	Организация системы управления рисками в рамках требований стандарта ИСО 9001:2015 (на примере ООО «АГМА»)	Лаптева О.Г.	Холодная А.
4	Метрологическая аттестация методики выполнения измерений ионного состава питьевой воды методом ионной хроматографии	Чупрынина Д.А.	Гайворонская А.
5	Разработка проекта методики определения арнозина в мясе	Пиль Л.И.	Хмель Г.А.
6	Оптимизация условий спектрофотометрического определения аминокислот в винах с нингидрином	Пиль Л.И.	Колесникова О.
7	Совершенствование системы производственного контроля качества кондитерских изделий на предприятии ООО «Золотой фазан»	Верниковская Н.А.	Агирова И.
8	Экспериментальная проверка и анализ НТД, научно-технических материалов оценки соответствия иодированной соли	Воронова О.Б.	Бережинский П.
9	Влияния комплексантов на определение антиоксидантов с использованием системы Fe(III) – <i>o</i> -фенантролин	Воронова О.Б.	Бурчакова А.
10	Оценка качества чая по содержанию фторид-ионов	Воронова О.Б.	Глазкова П.
11	Разработка системы экологического менеджмента ООО «Казьминский молочный комбинат»	Ратнер С.В.	Кичигина В.
12	Оценка применимости подхода Сометса к оценке качества красных сухих вин	Цюпко Т.Г.	Красильникова Е.

13	Робастность регрессионной модели классификации черного чая по происхождению на основе его элементного состава	Цюпко Т.Г.	Минко Д.
14	Суммарное содержание флавоноидов в белых винах, как показатель их качества	Цюпко Т.Г.	Сачкова М.
15	Внутренний аудит как инструмент повышения качества продукции ООО «Нестле Кубань»	Верниковская Н.А.	Сорочан А.
16	Определение качества глинистого сырья ОАО «Славянский кирпич» по содержанию водорастворимых солей	Васильев А.М.	Ткаченко О.
17	Разработка руководства по процессу «Анализ результативности СМК «МИП “Микровиноделие”»	Ильина И.А.	Чернуцкий А.
18	Оценка качества винодельческой продукции по содержанию аминокислот	Пиль Л.И.	Потапов О.

### Прикладной бакалавриат (Химия)

1.	Получение новых сорбционных материалов на основе 5-этинилхинолин-8-ола	Коншин В.В.	Галкина М.С.
2.	Особенности газохромато-масс-спектрометрического определения ПАУ в природных водах	Киселева Н.В.	Червонная Т.
3.	Синтез 2-формилфенилуксусных кислот и их реакции с некоторыми С-нуклеофилами	Коншин В.В.	Аманова В.
4.	Источники ошибок определения серы в глинистом сырье гравиметрическим и рентгенофлуоресцентным методами	Васильев А.М.	Базык А.
5.	Определение функциональных присадок в турбинном масле ТП-22с методом ВЭЖХ	Колычев И.А.	Ватулина Е.
6.	Особенности подготовки образцов косметики при определении диоксида титана методом ИСП-МС отдельных частиц	Романовский К.А.	Галицкая О.
7.	Влияние природы сорбента на сорбцию пищевого красителя синего патентованного V (E131)	Анисимович П.В.	Головина Н.
8.	Особенности пробоподготовки строительных смесей при установлении элементного состава рентгенофлуоресцентным методом	Васильев А.М.	Желтоухова А.
9.	Электротермическое атомно-абсорбционное определение As, Bi и Sb в меди и медных сплавах	Бурылин М.Ю.	Копейко Е.
10.	Исследование сорбционной способности желатиновой матрицы по отношению к анионным пищевым красителям	Анисимович П.В.	Халанская Ю.
11.	Оценка коррозионной стойкости латуни Л-68 в ингибированных растворах соляной кислоты и биологических растворах, применяемых при очистке теплоэнергетического оборудования	Васильев А.М.	Павленко В. (Хохлова)

### Академический бакалавриат (Химия)

1	Получение и некоторые аналитические характеристики мезопористых силикагелей с ковалентно иммобилизованными формазами	Коншина Дж.Н.	Сергеев Д.
---	--	---------------	------------

2	Некоторые сорбционные характеристики золь-гель материала с импрегнированным тиосемикарбазоном 3-гидроксибензальдегида в условиях конкурентной сорбции	Коншина Дж.Н.	Галушко А.
3	Некоторые сорбционные характеристики золь-гель материала с импрегнированным тиосемикарбазоном 4-гидроксибензальдегида по отношению к Cu(II), Ni(II), Co(II), Cd(II)	Коншина Дж.Н.	Долоян О.
4	Определение антиоксидантной активности некоторых специй семейства Zingiberaceae(Имбирные) методом FRAP	Чупрынина Д.А.	Бринцева О.
5	Изучение термokatалитических превращений углеводов в составе природного газа на сорбционных материалах	Киселева Н.В	Костина А.
6	Электротермическое атомно-абсорбционное определение As, Pb и Pb в никеле, алюминии и сплавах на их основе	Бурылин М.Ю.	Вартанян М.
7	Установление состава эфирных масел лекарственного сырья и препаратов методом хромато-масс-спектрометрии	Милевская В.	Рябокoнь Л.
8	Извлечение основных компонентов лекарственных трав на сорбентах с гидрофильно-липофильным балансом	Милевская В.	Подстречная Е.
9	Матричные влияния при ИСП-МС-анализе природных объектов с фотохимической генерацией паров	Романовский К.А.	Сирота К.
10	Сорбенты на основе модифицированного желатинового геля для сорбционно-спектроскопического определения тяжелых металлов	Починок Т.Б.	Фоменко Е.
11	Применение отвержденного желатинового геля для сорбционно-спектроскопического определения пищевого красителя индигокармина	Починок Т.Б.	Шабалтас Е.
12	Суммарное содержание антиоксидантов в пищевых продуктах с использованием системы Cu(II) – неocupроин	Воронова О.Б.	Мороз Е.

Утверждены на заседании кафедры аналитической химии от 30.08.2017 г., протокол № 1

### 3 ВЫПОЛНЕНИЕ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ. ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИОРИТЕТНЫХ ПАУ В ВОДАХ

#### 3.1 Аналитический обзор

##### 3.1.1 Полициклические ароматические углеводороды и их химические, физические и токсикологические свойства

Первые доказательства развития химического канцерогенеза у человека в результате воздействия полиароматических углеводородов были отмечены еще в 1775 году в Англии. Хирург Персиваль Потт описал происхождение рака репродуктивных органов, также называемого «болезнью трубочистов», у ряда пациентов, трубочистов, постоянно контактирующих с сажой. На основе своих наблюдений доктор предположил химическую причину развития опухолей. Дымоходы чистили мальчики 7-8 лет, и значительная часть этих детей поражалась раком по достижении 20-25-летнего возраста. В дальнейшем, на основании полученных заключений было положено начало профилактики профессионального рака на государственном уровне, а также изучения причин химического канцерогенеза [1]. Примерно через столетие высокая частота рака кожи была замечена у немецких рабочих, постоянно контактирующих с каменноугольной смолой [2], а в начале XX-го столетия были выявлены частые случаи рака легких у работающих с пеком на брикетных фабриках [3].

В 1923 году английские ученые установили и доказали канцерогенное действие полученных с помощью пиролиза высококипящих фракций каменноугольного дегтя и искусственных дегтей [4]. Затем, в 1932 году из онкогенных смол был получен 1,2,5,6-дибензантрацен [5], а в 1933 году был выделен 3-4-бенз(а)пирен.

ПАУ являются канцерогенами как локального, так и удаленного от места их аппликации действия [6]. Это наиболее опасная группа веществ среди множества различных токсикантов, которая содержится не только в саже и каменноугольной смоле, а также в сигаретном дыме, копченых продуктах и даже в шоколаде, чае, обжаренных семенах и т.д. Огромные количества образуются при производстве энергии с помощью неполного сжигания различных видов топлива, производствах химической, нефтехимической, металлургической, целлюлозно-бумажной промышленности. ПАУ также содержатся в асфальте, при изнашивании которого образуется пыль, загрязняющая атмосферу.

В итоге, эти соединения обнаруживаются практически везде — в водах мирового океана, на дне морей, в почве, атмосферном воздухе, в растениях, пищевых продуктах. Особенно значительное содержание ПАУ отмечено в почве и донных отложениях, что объясняется их сорбцией и аккумуляцией.

Эти вещества являются наиважнейшими загрязнителями в списках ЕС, ЕРА и в России, в список приоритетных включены наиболее 16 токсичных соединений: нафталин, аценафтилен, аценафтен, флуорен, фенантрен, антрацен, флуорантен, пирен, бенз(а)антрацен, хризен, бенз(б)флуорантен, бенз(к)флуорантен, бенз(а)пирен, дибенз(а, h)антрацен, бенз(г, h, i)перилен, индено(1, 2, 3-с, d)пирен.

Присутствие этих соединений в окружающей среде — не всегда следствие техногенных загрязнений. Согласно результатам исследования грунта в зоне вечной мерзлоты, тысячи лет назад концентрация бенз(а)пирена в почвах была такой же, как и сейчас (1—5 мкг/кг сухой почвы) [7]. На основании этих работ была сформулирована концепция природного (естественного) фона ПАУ по аналогии с естественным радиационным фоном, согласно которой ПАУ образуются постоянно и всегда присутствуют во внешней среде независимо от хозяйственной деятельности человека. Основным природным источником ПАУ является вулканическая деятельность. Ежегодно с вулканическим пеплом в атмосферу выбрасывается несколько тонн данных суперэкоксикантов. Однако, количество природных выбросов невелико по сравнению с эмиссиями техногенного происхождения.

Многие из представителей полиаренов обладают выраженным канцерогенным действием, поэтому необходим постоянный мониторинг их содержания в объектах окружающей среды. На данный момент считается, что наиболее канцерогенный представитель этой группы — бенз(а)пирен, и именно его выбирают в качестве индикатора загрязнения. Однако, для более полной картины, необходимо определять хотя бы 16 приоритетных веществ, формирующих фоновое содержание ПАУ в атмосферном воздухе.


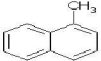
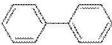




С химической точки зрения полициклические ароматические углеводороды — вещества, для которых характерно наличие в структуре молекулы двух и более конденсированных бензольных колец. В природе существуют тысячи ПАУ — соединений, каждое из которых отличается по количеству и расположению ароматических колец, а также наличием и позицией заместителей (гетероциклических или метильных групп).

Доказано, что незамещенные ПАУ соединения с низкой молекулярной массой, содержащие от 2-3 колец, показывают значительную токсичность, не являются

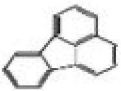
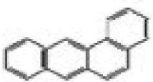

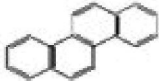
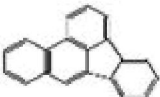

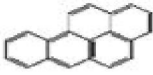
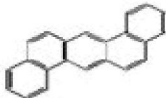
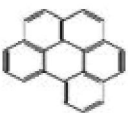
канцерогенными; ПАУ с более высокой молекулярной массой, содержащие от 4 до 7 колец, значительно менее токсичны, но многие ПАУ с числом бензольных колец более 5 являются канцерогенными, мутагенными или тератогенными в отношении широкого ряда организмов, включая рыбу и другие водные организмы, амфибий, птиц и млекопитающих [6, 8].

На канцерогенные свойства ПАУ оказывает влияние наличие так называемых «бэй»- и «фьорд-областей», т. е. полостей или выступов в структуре молекулы, характерных для канцерогенных веществ [9]. Рассмотрим подробнее химические, физические и токсикологические свойства некоторых представителей ПАУ, которые послужат объектами нашего изучения, а именно нафталина, аценафтена, флуорена, фенантрена, антрацена, флуорантена, пирена, бенз(а)антрацена, хризена, бенз(б)флуорантена, бенз(к)флуорантена, бенз(а)пирена, дибенз(а, h)антрацена и бенз(г, h, i)перилена, основные физико-химические характеристики которых представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Основные физико-химические характеристики исследуемых ПАУ

Название вещества	Структурная формула	Брутто-формула	М, г/моль	t <sub>кип</sub> , °С	t <sub>пл</sub> , °С
Нафталин		C <sub>10</sub> H <sub>8</sub>	128.2	217.7	80.3
2-метилнафталин		C <sub>11</sub> H <sub>10</sub>	142.2	241	35.0
Бифенил		C <sub>12</sub> H <sub>10</sub>	154.2	254-255	69,2
Аценафтен		C <sub>12</sub> H <sub>10</sub>	154.2	279.0	96.0
Флуорен		C <sub>13</sub> H <sub>10</sub>	166.2	293.0-295.0	116.0-117.0
Фенантрен		C <sub>14</sub> H <sub>10</sub>	178.2	340.0	101.0
Антрацен		C <sub>14</sub> H <sub>10</sub>	178.2	340.0	218.0



Флуорантен		$C_{16}H_{10}$	202.3	375.0	110.8
Бенз(а)антрацен		$C_{18}H_{12}$	228.3	438.0	158.0
Пирен		$C_{18}H_{12}$	202.3	400.0-404.0	145.0-148.0
Хризен		$C_{18}H_{12}$	228.3	448.0	254.0
Бенз(б)флуорантен		$C_{20}H_{12}$	252.0	481.0	168.0
Бенз(к)флуорантен		$C_{20}H_{12}$	262.0	480.0	168.0
Бенз(а)пирен		$C_{20}H_{12}$	252.3	495.0	179.0
Дибенз(а, h)антрацен		$C_{20}H_{14}$	278.4	490.0	269.5
Бенз(g,h,i)перилен		$C_{22}H_{12}$	276.3	550.0	272.0

В настоящее время не установлены единые критерии оценки канцерогенной, тератогенной и мутагенной опасности ПАУ. Агентством по охране окружающей среды США (US Environmental Protection Agency, US EPA) был разработан подход относительной характеристики токсичности некоторых приоритетных ПАУ, согласно которому канцерогенность каждого индивидуального ПАУ может быть установлена относительно бенз(а)пирена [10]. Классификация канцерогенности и эквиваленты токсичности ПАУ (основанные на канцерогенности) согласно US EPA приведены в табл. 8.

Таблица 8 – Классификация канцерогенности и эквиваленты токсичности для некоторых приоритетных ПАУ

ПАУ	Эквивалент токсичности	Классификация канцерогенности US EPA
Бенз(а)пирен	1	Возможная канцерогенность
Дибенз(а)антрацен	5	Возможная канцерогенность
Бенз(б)флуорантен	0.1	Возможная канцерогенность
Бенз(к)флуорантен	0.1	Возможная канцерогенность
Индено(1,2,3-сd)пирен	0.1	Возможная канцерогенность
Бенз(а)антрацен	0.1	Возможная канцерогенность
Антрацен	0.01	Не классифицируется как канцероген
Хризен	0.01	Возможная канцерогенность
Бенз(g,h,i)перилен	0.01	Не классифицируется как канцероген
Аценафтилен	0.001	Не классифицируется как канцероген
Флуорен	0.001	Не классифицируется как канцероген
Фенантрен	0.001	Не классифицируется как канцероген
ПАУ	Эквивалент токсичности	Классификация канцерогенности US EPA
Флуорантен	0.001	Не классифицируется как канцероген
Пирен	0.001	Не классифицируется как канцероген

После попадания в организм и ряда ферментативных химических реакций, примеры которых указаны на рисунке 3 и рисунке 4, они превращаются в активные канцерогенные формы – эпоксиды, которые воздействуют на генетический аппарат клеток, превращая их в опухолевые.

Эпоксид, возникающий в процессе метаболизма, может подвергаться неферментативному гидролизу с образованием нафтанола, либо, взаимодействуя с эпоксидгидролазой, превращаться в дигидродиол [11-13].

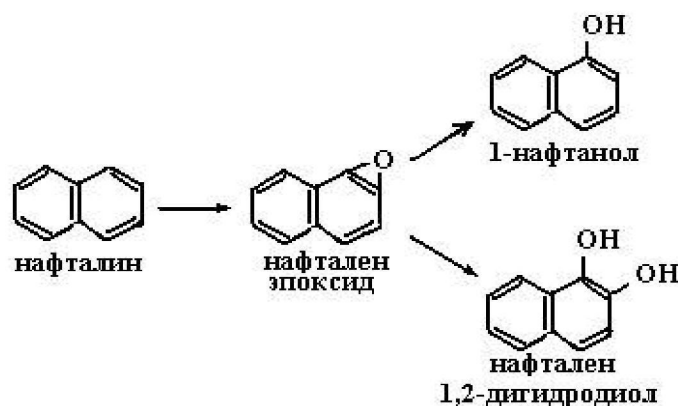


Рисунок 3 – Метаболические превращения нафталина

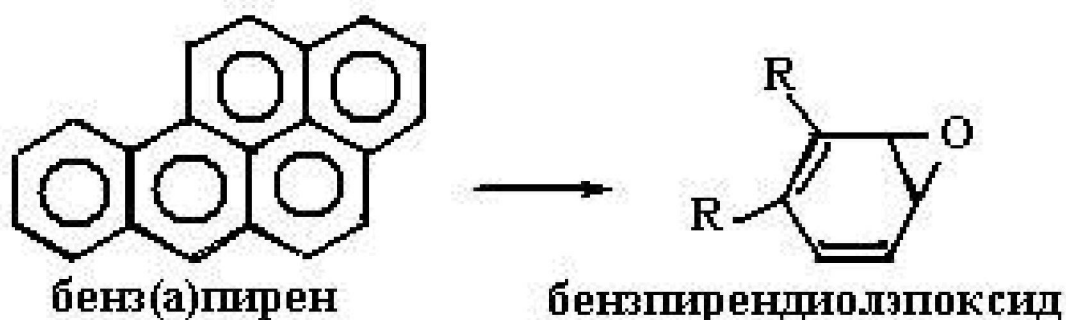


Рисунок 4 – Метаболические превращения бенз(а)пирена

Результат – мутации, ведущие к злокачественной трансформации клеток и развитию опухолей.

Поскольку все соединения данного класса обладают низкой реакционной способностью и гидрофобными свойствами, то они имеют тенденцию к аккумуляции в природных объектах, в продуктах питания и в организме [14]. Повсеместное присутствие данных ПАУ обуславливает необходимость анализа широкого спектра природных объектов: воздуха, воды, донных отложений, почв, биоты, продуктов питания, а низкие концентрации аналитов и мешающее влияние компонентов матрицы требуют применения высокочувствительных и селективных методов анализа в сочетании с их предварительным эффективным извлечением и концентрированием.

### 3.1.2 Происхождение, источники поступления и распределение ПАУ в биосфере

ПАУ образуются при неполном сгорании углеводородного жидкого, твёрдого и газообразного топлива, в меньшей степени при сгорании газообразного [15, 16]. Данные поллютанты образуются также в процессе приготовления пищи, в частности, в тех случаях, где требуется ее термическая обработка [17] Полиарены находятся в межзвездном пространстве, в кометах, метеоритах, они также являются молекулярными

маркерами в основе самых ранних форм жизни и даже служат в качестве индикатора процессов звездообразования [18,19].

Поступившие в воздушный бассейн с продуктами сгорания топлив ПАУ адсорбируются пылью, оседают на почву, растительность, а затем, смытые атмосферными осадками, загрязняют водный бассейн. Эти соединения накапливаются преимущественно в почве, меньше в воде. Хотя полиарены практически нерастворимы в воде, увеличению их растворимости способствует присутствие в воде ряда таких соединений, как ацетон, пурины, поверхностно-активные вещества и др. При сопоставлении содержания ПАУ, обнаруженных в поверхностных водоемах и ливневых стоках, оказалось, что в реальных условиях загрязненных водоемов некоторые вещества (например, антрацен, бенз(а)пирен) обнаруживаются в концентрациях, превышающих их растворимость в чистой воде [20].

Попадая в водоем, ПАУ накапливаются в донных отложениях или аккумулируются некоторыми гидробионтами или растениями. Их поведение в водных объектах во многом зависит от их физико-химических свойств, так, например, более летучие могут довольно скоро испаряться в атмосферу после загрязнения, а соединения с более высокой массой молекулы – оседать и аккумулироваться в донных отложениях. Также не стоит забывать о возможном распространении загрязнений из-за конвекции и течений [21].

Из почвы экотоксиканты поступают в ткани растений и продолжают своё движение дальше в трофической цепи, при этом на каждой её ступени их содержание в природных объектах возрастает на порядок [22].

Содержание бенз(а)пирена в воздухе сельской местности составляет в среднем  $0.1 \text{ нг/м}^3$ , городском воздухе варьируется от  $0.2$  до  $20 \text{ нг/м}^3$ , а в воздухе комнаты, наполненной табачным дымом —  $100 \text{ нг/м}^3$  [23].

Основными причинами загрязнения атмосферы промышленными выбросами, содержащими полиароматические углеводороды, являются использование в производстве легколетучих и высокотоксичных продуктов, низкая эффективность работы газопылеулавливающих установок, большое количество газов, поступающих в атмосферу без очистки (40-50%), осуществление выбросов в атмосферу на небольшой высоте.

В 1999 г. в Италии проводились исследования для определения содержания бенз(а)пирена в воздушном пространстве. По результатам предварительных анализов были отмечены колебания в концентрациях загрязнителя по высоте над уровнем земли, а также накопление его в течение месяца. Замечено более высокое содержание бенз(а)пирена летом по сравнению с зимним периодом [24].

Стоит заметить, что эти выбросы представляют относительно меньшую опасность для окружающей среды. Многие исследования показали, что основным из источников их поступления в атмосферу являются эмиссии выхлопных газов автотранспорта или заводских дымов, они всё же способствуют глобальному загрязнению среды канцерогенными ПАУ [25].

Считается, что наибольшие эмиссии канцерогенов поступают в окружающую среду именно вследствие многочисленных выхлопов различного транспорта [26]. Так, например, отработавшие газы дизельного топлива являются источниками углеводородов, в молекулы которых входят 2, 3 и 4 бензольных кольца и 12–20 атомов углерода. Наиболее представительные из них – это слаботоксичный хризен, неканцерогенные пирен, флуорантен, а наиболее опасные и имеющие сравнительно высокую концентрацию в отработавших газах – фенантрен, бензо(b)флуорантен, бензо(j)флуорантен и бенз(a)пирен. Доля бенз(a)пирена в суммарном выбросе ПАУ составляет до 3.7 % у дизельных и 2.1–3.3 % у бензиновых двигателей. В камере сгорания дизеля ПАУ адсорбируются в виде твердых иглообразных образований на поверхности сажи, частицы которой, попадая в атмосферу, перед оседанием способны мигрировать на огромные расстояния [27].

Исследования загрязнения воздушной среды выбросами автотранспорта, объектом которых является «Петербургская кольцевая автомобильная дорога» КАД, проходящая вокруг Санкт-Петербурга еще раз доказали, что крупные автотрассы с непрерывным оживленным движением — сильнейшие очаги загрязнения окружающей среды. С помощью специально разработанной модели расчета выбросов был получен сценарий чрезвычайной транспортно-метеорологической ситуации воздействия автомобильно-транспортной системы на жителей кварталов, прилегающих к КАД. Ниже приведена таблица 9, в которой указаны значения пробеговых выбросов (г/км) для различных групп автомобилей [28].

Таблица 9 – Значения пробеговых выбросов (г/км) для различных групп автомобилей

Наименование группы автомобилей	Выброс, г/км	
	Сажа	Бенз(a)пирен
Легковые: отечественные и зарубежные	0.03	$0.4 \cdot 10^{-4}$
	0.02	$0.2 \cdot 10^{-4}$
Микроавтобусы и автофургоны	0.08	$0.8 \cdot 10^{-4}$
Автобусы бензиновые	-	$1.2 \cdot 10^{-4}$
Автобусы дизельные	0.3	$2.0 \cdot 10^{-4}$
Грузовые бензиновые свыше 3.5 т	-	$4.0 \cdot 10^{-4}$

Грузовые дизельные до 12 т	0.4	$2.0 \cdot 10^{-4}$
Грузовые дизельные свыше 12 т	0.5	$2.4 \cdot 10^{-4}$

Следует особо отметить о значении выбросов ПАУ производимых предприятиями алюминиевой [29], угле- и нефтедобывающей промышленности [30], процессами сельского хозяйства, и даже износом шин [31].

Одним из ярких примеров загрязненности почв по причине транспортных и промышленных выбросов является город Пекин (Китай), в образцах почвы центральных и пригородных районов которого в 2010 году были обнаружены достаточно большие количества ПАУ, среди которых был как бенз(а)пирен, так и другие высокомолекулярные канцерогенные соединения. Исследования подтвердили, что одним из основных источников их поступления в почву является эмиссия выхлопных газов автомобильного транспорта [32].

Еще в одном китайском городе Шуйтоу, известном своей широкомасштабной кожевенной промышленностью, которая долгое время не подвергалась контролю со стороны соответствующих отраслей, из-за чего со временем возникли проблемы с системой водоснабжения, также проводились исследования на наличие 15 ПАУ в почвах и донных отложениях. Концентрации ПАУ не превышали значений в образцах других природных объектов на территории Китая, но тем не менее были высокими для текущей численности населения и водопользования [33].

В 2003 г. в городе Новочеркаске и его окрестностях (Ростовская область) был также подтвержден техногенный характер загрязнения окружающей среды, т.к. в 6 из 10 специально отобранных образцах поверхностного слоя почвы было обнаружено превышение содержания бенз(а)пирена и других ПАУ, выбрасываемых Новочеркасской ГРЭС [34].

В ходе исследований, проводившихся в г. Казани было установлено, что атмосферный воздух загрязнен бенз(а)пиреном, наибольшая концентрация его обнаружена в промышленном районе, где размещены нефтехимические и химические предприятия, кроме того, крупным источником загрязнения окружающей среды бенз(а)пиреном также является автотранспорт. Была установлена прямая связь между интенсивностью движения автотранспорта и его концентрацией в атмосферном воздухе. Для более полной характеристики загрязнения окружающей среды БаП проводились исследования почвы на территории города и пригородной области. Характерно, что БаП обнаружен во всех изученных образцах почвы города, и его содержание колеблется в пределах от 3.3 до 190 мкг/кг. В пригородах уровень БаП колеблется от 2.1 до 12 мкг/кг.

Проведенные исследования позволили сопоставить уровень загрязненности канцерогенными углеводородами почвы города и выявить роль некоторых промышленных предприятий в загрязнении почвы БаП. Так, вокруг промышленных предприятий, загрязняющих атмосферный воздух, обнаружено значительное локальное загрязнение почвы БаП. При этом с удалением от производства до 1500 метров загрязненность почвы увеличивается, а затем закономерно уменьшается. Это уменьшение происходит в различных направлениях по-разному, что обусловлено как господствующей розой ветров, так и наличием локальных источников загрязнения [35].

Сельское хозяйство также может вносить свой вклад в процессы загрязнения окружающей среды ПАУ. Например, в Японии в период с 1959г. по 2002 г. с помощью хромато-масс-спектрометрического метода контролировалось содержание ПАУ в почве рисовых плантаций. Было выяснено, что до середины 70-х годов в данных районах источником ПАУ служило сжигание сельскохозяйственных отходов [36].

Также некоторый вклад в загрязнение окружающей среды полиаренами вносят явления природного характера, такие как лесные пожары и вулканические выбросы [37,38].

Для оценки «индекса техногенности» во многих исследованиях используется соотношение между углеводородами антропогенного и природного генезиса. Так, к углеводородам техногенного происхождения относятся соединения переконденсированного типа – пирены, бензпирены – являющиеся продуктами пиролиза органических веществ, а также есть предположение, что флуорантен и бензфлуорантены распространены в природных объектах, подверженных антропогенному воздействию.

К полиаренам геохимического фона относят фенантрен и хризен. Вопрос о биогенном синтезе полиаренов остается дискуссионным. Изначально предполагалось, что некоторые ПАУ синтезируют бактерии, водоросли и высшие растения. Но в более поздних работах авторы все больше склонны к тому, что некоторые количества полиаренов в определенных видах наземных растений обусловлены загрязнениями воздуха, а для анаэробных бактерий биоаккумуляцией. Более того, существует мнение, что аэробные морские и почвенные бактерии способны уничтожать ПАУ.

В зависимости от физико-химических свойств и концентраций исследуемых веществ, применяется несколько способов расчета «индекса техногенности» [39]. По мнению Скрыпник, Павленко и др. [40], наиболее корректно использование отношения суммы концентраций пирена и флуорантена к сумме концентраций фенантрена и хризена. Нецелесообразно учитывать при данных расчетах бенз(а)пирен и нафталин [41], т.к. их

концентрации в природных объектах, в большинстве случаев, отличаются на несколько порядков (содержание нафталина выше), а также физико-химические особенности (для бенз(а)пирена характерна низкая растворимость в воде, частичная сорбция на аэрозолях и пылевых частицах в атмосфере, нафталин обладает высокой летучестью и более растворим). При получении значений «индекса техногенности» более 1 отмечается преобладание ПАУ техногенного характера.

### 3.1.3 Нормативные документы, регламентирующие содержание ПАУ в объектах окружающей среды

По мере того, как совершенствуются технологии в области контроля токсикантов в окружающей среде и продуктах питания, развивается и нормативно-методическое обеспечение измерений. Для получения точнейших результатов анализа необходимо беспрекословно следовать соответствующим ГОСТам, ПНДФ и другим нормативным документам. Например, такие документы, как «ГОСТ 17.4.3.03-85.Охрана природы. Почвы. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ», СанПиН 2.1.7.1287-03«Санитарно-эпидемиологические требования к качеству почвы», «ГН 2.1.7.2041-06. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в почве», «ГН 2.1.7.2511-09. Ориентировочно допустимые концентрации (ОДК) химических веществ в почве», «МУ 2.1.7.730-99. Гигиеническая оценка качества почвы населенных мест» регламентируют состояние и качество почв и методы их оценки.

Отбор проб природных объектов (атмосферный воздух, вода, почва, донные отложения, растительные материалы и гидробионты) для анализа на содержание ПАУ регламентируется методическими указаниями [42- 46], которые, как правило, учитываются в методиках определения ПАУ [47-56]. В них тщательно описывается процедура отбора, транспортировки, хранения, предварительной подготовки проб. С учетом возможности потерь низких содержаний ПАУ в объектах рекомендуется консервация проб, минимизация времени хранения.

Большой латентный период между первым воздействием и проявлением симптомов, а также многие другие факторы привели к тому, что установление пороговых значений для ПАУ оказалось задачей трудной и затянувшейся.

Нормативы содержания некоторых полициклических ароматических углеводородов для различных водных объектов, установленные на данный момент на территории Российской Федерации, представлены в таблице 10.



Таблица 10 – Нормативы содержания некоторых полиаренов в воде, установленные на территории РФ

ПАУ	ПДК, мкг/л
Бенз(а)пирен	1 [58]
	0,5 [59]
Нафталин	10 [58, 59]
Бифенил	1 [59]

### 3.1.4 Особенности отбора, подготовки к анализу проб воды

Анализ проб водных объектов на содержание полициклических ароматических углеводородов сводится к экстрагированию ПАУ и последующему их определению методом ГХ и ВЖЭХ с применением различных детекторов.

В Российской Федерации бенз(а)пирен в питьевой воде определяют по методике [60] с применением ВЭЖХ-ФД или вольтамперометрии с использованием методики [61] на уровне 0.002 мкг/мл и 0,005 мкг/мл соответственно. Определение 15 приоритетных полициклических ароматических углеводородов питьевой и природных водах с применением жидкость-жидкостной микроэкстракции (гексан) в сочетании с высокоэффективной жидкостной хроматографией описано в методике [62].

Европейские методики сводятся к определению 16 приоритетных ПАУ, предварительно извлеченных из воды с помощью либо твердофазной (модифицированный силикагель), либо жидкость-жидкостной экстракции (метиленхлорид), а анализ экстракта регламентируется выполнять методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с ультрафиолетовым или флуориметрическим детектированием или газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием. Американские методики не менее надежны и предполагают использование той же техники анализа, но пробоподготовка представляет собой твердофазную экстракцию или твердофазную микроэкстракцию (С18) в сочетании с вышеупомянутыми методами анализа [63].

Основными трудностями при анализе водных объектов являются необходимость максимального извлечения ПАУ в органические растворители для газохроматографического разделения, т.к. поскольку при попадании водной среды в колонку происходит гидролиз неподвижной жидкой фазы. Также существует

необходимость устранения матричного влияния. Применяется осушение экстракта путем вымораживания или пропускания через безводный сульфат натрия, что является источником потерь аналита. Не менее важен процесс концентрирования экстракта, во некоторых НД РФ рекомендуется упаривать полученный раствор путем его нагревания и обдува потоком азота или воздуха, что также непременно приводит к потере легколетучих ПАУ.

Решением данной проблемы может быть разработка наиболее оптимального способа пробоподготовки, максимально исключая процессы, вызывающие потери аналита.

Одним из наиболее перспективных способов извлечения ПАУ из водных сред считается твердофазная экстракция. Для этих целей успешно применяются как обращено-фазовые [64], так и пористые полимерные сорбенты. Например, авторы работы [65] использовали амберлит XAD-2 для экстракции и предварительного фракционирования 14 ПАУ из водных образцов. Пределы обнаружения варьируются от 0.1 до 4 нг/л.

Следующим автором [66] было предложено использовать диски ENVI-18 DSK с пористой стекловолоконистой матрицей, содержащие силикагель, модифицированные октадецильными группами, для концентрирования из образцов воды полиаренов с молекулярной массой 302. Для идентификации и количественного определения применяли метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим и диодно-матричным детектированием.

В следующей рассмотренной работе [67] успешно проводилось определение 16 полициклических ароматических углеводородов в природных водах методом твердофазной экстракции с использованием молекулярно-импринтированных полимеров в качестве адсорбента. Для анализа применяли газовую хроматографию с масс-спектрометрическим детектированием. Диапазон определения составлял от 5.2–12.6 нг/л.

Известны примеры сочетания твердофазной и жидкость-жидкостной экстракций. Так, в работе [68] предложено экспрессное определение 16 полиаренов в образцах природных вод с последовательным использованием дисперсивной жидкость-жидкостной и дисперсивной твердофазной микроэкстракций. В данном случае как экстрагент применялся 1-октанол (20 мкл на 20 мл пробы воды). Для интенсификации процесса использовали вихревую мешалку (2 мин, 3200 об./мин), затем в образец добавляли 20 мг дереватизированных магнитных наночастиц и продолжали экстракцию. Для изолирования частиц от раствора применяли магнит, а для десорбции ПАУ - 100 мкл ацетонитрила и ультразвуковую обработку (4 мин). Раствор анализировали с

использованием ГХ-МС в режиме селективно заданных масс. Пределы обнаружения для анализов варьируются от 0.05 до 0.21 мкг/л.

В следующей рассмотренной нами работе [69] предложено использование жидкость-жидкостной экстракции 16 ПАУ из образцов воды, для проведения которой требуется 1 мл пробы и 1 мл дихлорметана, в дальнейшем проводилось осушение экстракта добавлением сульфата натрия (1.5 г). Данный метод отличается экспрессностью и простотой, однако не гарантирует низких пределов определения (10 мкг/л), не смотря на использование ГХ-МС и внутренних стандартов. Потери analyта обуславливаются использованием большого количества для данного объема пробы сульфата натрия, который частично связывает не только воду, но и органический экстракт.

В публикации [70] изучено использование гомогенной жидкость-жидкостной экстракции 8 полиаренов из образцов сточных вод. В качестве внутреннего стандарта использовался бифенил. Хлороформ представлял собой экстрагирующий растворитель, метанол – вспомогательный. Для исключения возможности сольватации молекул органических растворителей водой в пробу добавляли хлорид натрия. Интенсификация экстракции производилась путем энергичного встряхивания раствора до получения мутной смеси, которую затем центрифугировали. После осаждения на дно пробирки органической фазы (около 11 мкл), отбирали 1 мкл экстракта для дальнейшего анализа с использованием ГХ-ПВД. Диапазон линейности для данного метода определения составил 0.1 – 400 мкг/л.

Интересен пример экспрессной, эффективной и простой ультразвуковой эмульсионной жидкость-жидкостной микроэкстракции 10 полиаренов из образцов природных вод, представленный в публикации [71]. Бифенил был использован в качестве внутреннего стандарта. Для проведения экстракции необходимо ввести в 12 мл водного образца 11 мкл толуола, подвергнуть раствор 30-секундной ультразвуковой обработке и затем процентрифугировать в течение 10 мин (3500 об./мин) для разделения водной и органической фаз. Экстракт анализировали с использованием ГХ-ПВД. Пределы обнаружения для разных ПАУ варьировались от 0.02 до 0.05 мкг/л.

Для извлечения токсикантов из твердых или жидких проб можно также применять так называемую экстракцию до точки помутнения, для чего необходимо использовать специальные смеси поверхностно-активных веществ в качестве экстрагентов. Подобная экстракция подробно описана в работе [99], где было проведено сравнение и анализ возможности использования нескольких видов смесей ПАВ для извлечения 12 ПАУ из образцов морской воды и последующего анализа методом

высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием. Предел обнаружения данного метода определения составил 23 нг/л.

### 3.1.5 Выводы к аналитическому обзору

Согласно литературным данным, полициклические ароматические углеводороды относятся приоритетным суперэкоксикантам 1-ого класса опасности с возможным канцерогенным, терратогенным, мутагенным действием. Предельные концентрации токсического воздействия на человека для большинства из них не установлены. Помимо воздействия полиаренов на системы функционирования биосферы, они обладают свойствами аккумуляции, а также миграции в природных объектах. Это обуславливает необходимость разработок методик для определения их содержания в следовых количествах.

В ведущих методиках, предназначенных для определения ПАУ в объектах окружающей среды, отдается предпочтение хроматографическим методам анализа с использованием различных методов детектирования, что объясняется их распространенностью, селективностью и высокой чувствительностью. В зависимости от выбранного объекта анализа и природы аналита применяются различные методы отбора проб и количественного извлечения искомым соединений.

Целью данной работы является оптимизация условий пробоподготовки и анализа для комплексной оценки загрязнения в природных водах с учетом их физико-химических параметров и с использованием газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием.

Для решения вышеупомянутой цели были поставлены следующие задачи:

- 1 Оптимизация режимов хроматографирования с учетом свойств изучаемых аналитов.
- 2 Оптимизация отбора и подготовки проб почв, воздуха и воды.
- 3 Апробация разработанных подходов на реальных объектах и оценка содержания ПАУ в окружающей среде.

## 3.2 Экспериментальная часть

### 3. 2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

При проведении исследований использовались следующие оборудование и реактивы:

– хроматографическая система в комплекте: колонка HP-ULTRA 1 (длина – 50 м, толщина - 0.33 мм, диаметр – 0.20 мм); газовый хроматомасс-спектрометр Shimadzu GC 2010 MS QP-2010 Plus,

- весы электронные «Adventurer» AR 2140,
- центрифуга MiniSpin для микропробирок, Eppendorf,
- микрошприцы объемом 10, 100, 250 и 1000мкл
- дозаторы на 5–50, 20–200, 100–1000мкл, 1–5 мл,
- генератор ультразвуковых колебаний,
- дистиллятор,
- тигли,
- аэрозольные фильтры АФА-ХА-20,
- стекловата, промытая,
- Силохром С 120, фракция 0.2–0.355 мм,
- Силасорб С-18, фракция 30 мкм,
- пробоотборный пакет ПП -1-5.0,
- микропробирки,
- мерные колбы вместимостью 1л,
- вials, герметично закрывающиеся, с завинчивающимися крышками вместимостью 1.5, 2см<sup>3</sup>,
- вials, герметично закрывающиеся, с завинчивающимися крышками вместимостью 5 см<sup>3</sup>,
- тигель фарфоровый,
- электроаспиратор ТУ 64-1-862-72,
- поглотительная склянка,
- шкаф сушильный,
- шкаф вытяжной,
- водоструйный насос,
- двугорлая колба вместимостью 1 л,

- компьютер персональный, позволяющий работать с программным обеспечением для сбора информации и обработки хроматограмм,
- холодильник двухкамерный бытовой, обеспечивающий температуру холодильной камеры минус 2-10 °С и морозильной камеры минус (12-24) °С,
- фильтровальная бумага,
- диэтиловый эфир ос.х.ч.,
- ацетонитрил ос,х,ч.,
- гексан ос.х.ч.,
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709,
- образцы почвы,
- СОП № 0109-03 состава раствора нафталина в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0101-03 состава раствора 2-метилнафталина в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0107-03 состава раствора бифенила в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0103-03 состава раствора аценафтена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0113-03 состава раствора флуорена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0111-03 состава раствора фенантрена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0102-03 состава раствора антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0112-03 состава раствора флуорантена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0110-03 состава раствора пирена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0105-03 состава раствора бенз(а)антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0114-03 состава раствора хризена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,
- СОП № 0106-03 состава раствора бенз(а)пирена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/мл,

- СОП № 0115-03 состава раствора бенз(b)флуорантена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/см,
- СОП № 0116-03 состава раствора бенз(b)флуорантена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/см,
- СОП №0108-03 состава раствора дибенз(a,h)антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 100 мкг/мл,
- СОП № 0117-03 состава раствора бенз(g,h,i)перилена в ацетонитриле с массовой концентрацией 100 мкг/мл.

### 3.2.2 Оптимизация режимов хроматографирования

Согласно характеристическим данным аналитов, указанным в Приложении А, были подобраны оптимальные параметры работы для газового хроматографа и масс-спектрометра, представленные в таблицах 11-13.

Таблица 11 – Параметры работы газового хроматографа

Газ-носитель	He
Температура инжектора	290 °С
Режим ввода	Split 1:5
Давление	183.9 кПа
Колонка	HP-ULTRA 1; длина: 50 м; диаметр: 0.2 мм; толщина НЖФ: 0.33мм

Таблица 12 – Параметры работы масс-спектрометра

Температура ионного источника	200 °С
Температура интерфейса	280 °С
Задержка на время выхода растворителя	8.0 мин
Напряжение на детекторе:	Абсолютное 1.2 кВ
Время программы	60 мин
Время старта, мин	08.00
Время остановки, мин	56.33
Режим сбора данных	SIM

Таблица 13 – Температурная программа термостата

Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Время, мин
–	60.0	1.00
15.00	170.0	3.00
10.00	280.0	18.00
10.00	290.0	15.00

### 3.2.3 Определение 16 приоритетных полициклических ароматических углеводородов в пробах воды

1) Приготовление градуировочных растворов и получение градуировочных зависимостей для количественного анализа экстракта, полученного из воды.

Для приготовления исходного градуировочного раствора с концентрацией 2 мкг/мл в колбу вместимостью 2 мл добавляли по 100 мкл растворов дибенз(a,h)антрацена и бенз(g,h,i)перилена, по 50 мкл растворов бенз(a)пирена, бенз(a)антрацена, пирена, флуорантена, флуорена, хризена, бенз(a)антрацена, нафталина, аценафтилена, бенз(b)флуорантена, раствора бенз(k)флуорантена, фенантрена, антрацена и доводили до метки.

Градуировочные растворы с концентрациями  $C_1=1$  мкг/мл,  $C_2=0.5$  мкг/мл,  $C_3=0.25$  мкг/мл,  $C_4=0.1$  мкг/мл,  $C_5=0.05$  мкг/мл,  $C_6=0.025$  мкг/мл,  $C_7=0.01$  мкг/мл,  $C_8=0.005$  мкг/мл готовили методом последовательного разбавления в виалах объемом 1 мл.

Каждый раствор хроматографировали 6 раз, вводя в испаритель хроматографа микрошприцем по 2 мкл полученного раствора.

Градуировочные зависимости представлены в приложении Д.

#### 2) Разработка способа пробоподготовки

При выборе оптимального способа подготовки водных проб для анализа следовых количеств ПАУ было экспериментально опробовано несколько способов извлечения аналитов: твердофазная экстракция, жидкость-жидкостная микроэкстракция и ультразвуковая эмульсионная жидкость-жидкостная экстракция.

Оценку возможности применения опробованных способов проводили по следующим параметрам: длительность и потери аналитов на стадиях пробоподготовки.

##### *Твердофазная экстракция ПАУ*

Готовили модельный раствор в мерной колбе объемом 1 л с концентрацией каждого ПАУ по 0.01 мкг/л.

Для проведения твердофазной экстракции был выбран силикагель С18 с фракцией 30 мкм. В патрон помещали 0.1 г сорбента. Кондиционирование и активацию сорбента проводили, пропуская через него со скоростью 3 мл/мин последовательно 1 мл дистиллированной воды, 1 мл ацетонитрила и 5 мл дистиллированной воды. Модельный раствор пропускали через патрон с постоянной скоростью 3 мл/мин, используя водоструйный насос. Извлечение аналита из патрона осуществлялось элюированием



ацетонитрилом над безводным сульфатом натрия последовательно в несколько виал по 3 мл в каждую. Каждый элюат упаривали и перерастворяли в 25 мкл ацетонитрила и анализировали, вводя в испаритель хроматографа микрошприцем по 2 мкл полученного раствора. Общее время пробоподготовки составило 6 часов.

#### *Жидкость-жидкостная микроэкстракция*

Готовили модельный раствор в мерной колбе объемом 1 л с концентрацией каждого ПАУ по 0.01 мкг/л. К нему приливали дозатором 5 мл гексана и проводили интенсивное перемешивание в течение 30 мин с помощью магнитной мешалки. После окончания перемешивания к раствору добавляли дистиллированную воду таким образом, чтобы гексановый слой собрался в верхней части мерной колбы. Колбу оставляли в покое на 10 мин до полного разделения слоев и затем гексановый экстракт отбирали при помощи дозатора 5 мл и помещали экстракт в виалу на 15 мл с завинчивающейся пробкой. Собранный экстракт выдерживали не менее 2-х часов при температуре минус 18 °С, что гарантировало переход воды, оставшейся в экстракте, в лед. Затем экстракт быстро переливали в чистые колбы того же объема, упаривали, перерастворяли в 25 мкл гексана и анализировали, вводя в испаритель хроматографа микрошприцем 2 мкл полученного раствора.

#### *Ультразвуковая эмульсионная жидкость-жидкостная экстракция*

Готовили модельный раствор в мерной колбе объемом 1 л с концентрацией каждого ПАУ по 0.01 мкг/л. К нему приливали дозатором 30 мл гексана и помещали мерную колбу в генератор ультразвуковых колебаний на 30 мин. После окончания процедуры колбу оставляли в покое до полного разделения слоев и затем гексановый экстракт отбирали при помощи дозатора 5 мл и помещали экстракт колбу с притертой пробкой. Собранный экстракт выдерживали не менее 2-х часов при температуре минус 18 °С, что гарантировало переход воды, оставшейся в экстракте, в лед. Затем экстракт быстро переливали в чистые колбы того же объема, упаривали, перерастворяли в 25 мкл гексана и анализировали, вводя в испаритель хроматографа микрошприцем 2 мкл полученного раствора.

3) Установление оптимального времени экстрагирования при использовании ультразвуковой эмульсионной жидкость-жидкостной экстракции

Готовили 6 модельных растворов в мерных колбах объемом 1 л с концентрацией каждого ПАУ по 0.01 мкг/л. В каждую колбу последовательно приливали 30 мл гексана и затем помещали мерные колбы в генератор ультразвуковых колебаний на 15, 30, 45, 60 мин. После окончания процедуры модельные растворы оставляли в покое до полного разделения слоев и затем органические фазы переносились в индивидуальные колбы с

притертыми пробками. Полученные экстракты вымораживали в течение 2-х часов в при температуре минус 18 °С. Затем экстракты быстро переливали в колбы того же объема, упаривали, перерастворяли в 25 мкл гексана и анализировали, вводя в испаритель хроматографа микрошприцем по 2 мкл.

4) Установление оптимального объема экстрагента при ультразвуковой эмульсионной жидкость-жидкостной экстракции

Готовили 6 модельных растворов в мерных колбах объемом 1 л с концентрацией каждого ПАУ по 0.01 мкг/л. В каждую колбу последовательно добавляли 5, 10, 15, 20, 25, 30 мл гексана и затем помещали мерные колбы в генератор ультразвуковых колебаний на 30 мин. Растворы оставляли в покое до полного разделения слоев. Экстракты упаривали, перерастворяли в 25 мкл гексана и анализировали.

5) Анализ реальных образцов.

Предложенный подход апробирован для пробоподготовки и количественного определения концентрации полиароматических углеводородов в пробах воды, взятых из озера Карасун и старого русла реки Кубань около ТЭЦ г. Краснодара. Результаты апробации методики определения 16 приоритетных ПАУ в пробах природной воды приведены в таблице 14.

Таблица 14 – Определение 16 приоритетных ПАУ в пробах природной воды

Наименование вещества	Концентрация веществ в воде, нг/л	
	Озеро Карасун	Старое русло Кубани
Нафталин	24 ± 5	19 ± 0.5
2-метилнафталин	10 ± 3	6.8 ± 2.3
Бифенил	10 ± 5	2.2 ± 0.6
Аценафтен	2.1 ± 0.5	2.2 ± 0.2
Флуорен	4.2 ± 0.9	2.0 ± 0.1
Фенантрен	14 ± 6	19 ± 3
Антрацен	8.4 ± 3.5	12.4 ± 5
Флуорантен	0.9 ± 0.3	0.9 ± 0.5
Пирен	1.3 ± 0.2	1.2 ± 0.4
Бенз(а)антрацен	-	1.1 ± 0.1
Хризен	-	1.1 ± 0.2
Бенз(б)флуорантен	-	-
Бенз(а)пирен	-	-
Бенз(к)флуорантен	-	-
Бенз(а, h)антрацен	-	-
Бенз(г, h, i)перилен	-	-

### 3.3 Результаты и их обсуждения

#### 3.3.1 Хроматографическое определение ПАУ в водах

При определении содержания полициклических ароматических углеводородов в объектах окружающей среды наиболее важными и, как правило, лимитирующими стадиями являются процессы отбора и подготовки проб, от которых в значительной степени зависит правильность определения аналита в исследуемых объектах.

В ходе проведенной исследовательской работы были разработаны и опробованы методики для хромато-масс-спектрометрического определения ПАУ в пробах воды.

Для одновременного детектирования всех ПАУ были подобраны условия их хроматографического разделения. Для увеличения чувствительности детектирование аналитов проводили в режиме селективно заданных масс.

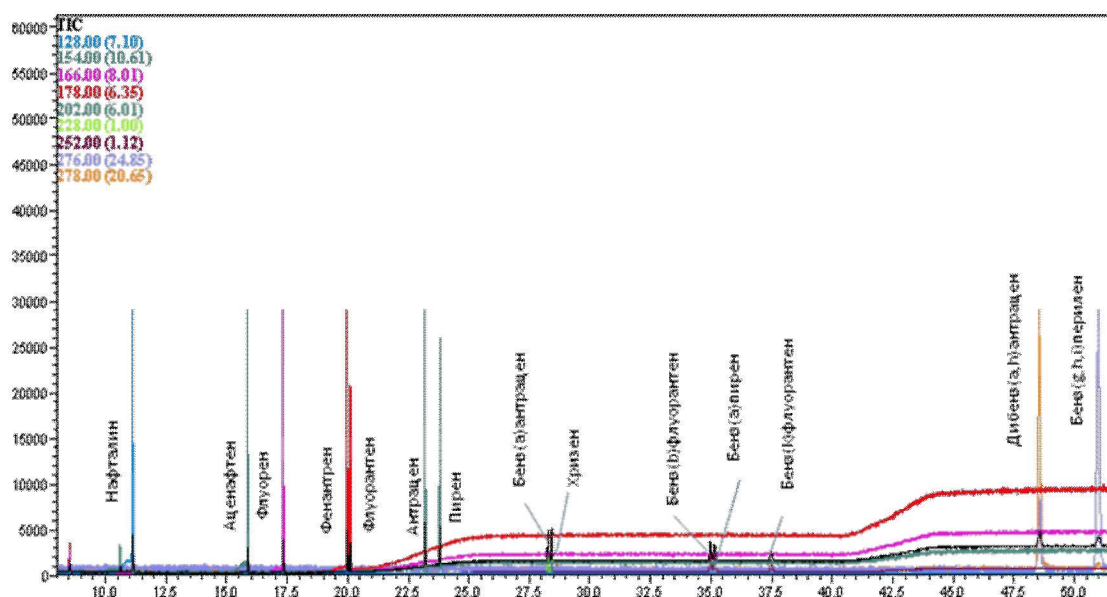


Рисунок 5 – Хроматограмма градуировочного раствора с 14 ПАУ  
(концентрацией каждого 0.5 мкг/мл при вколе 1 мкл)

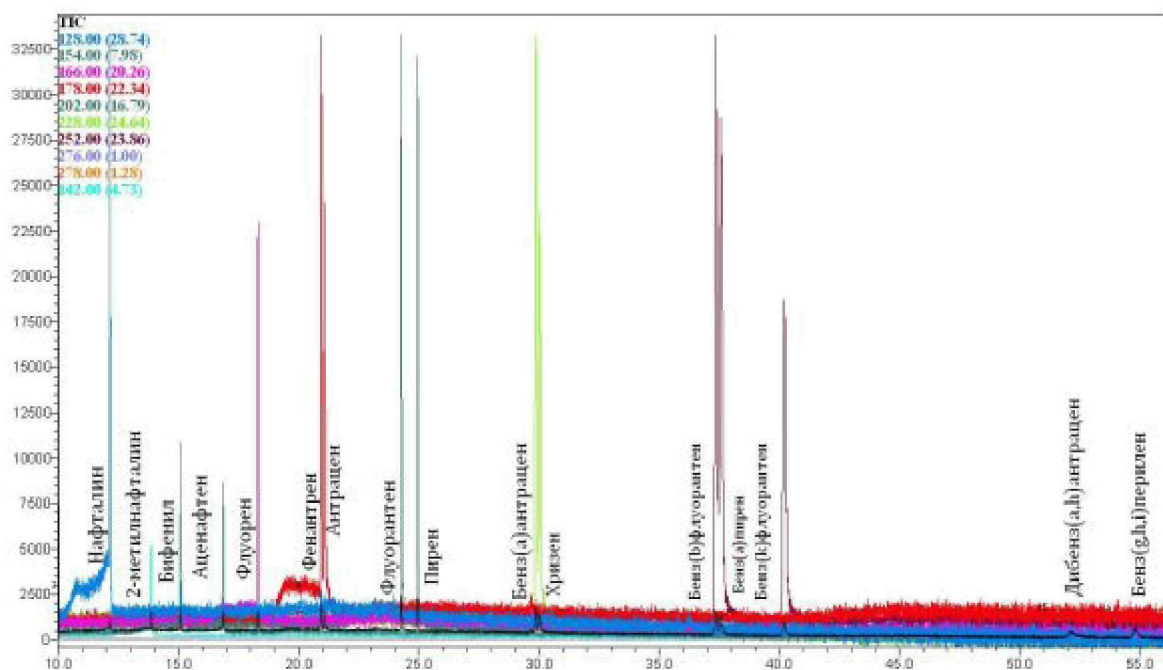


Рисунок 6 – Хроматограмма градуировочного раствора с 16 определяемыми соединениями (концентрация каждого по 0,25 мкг/мл при вколе 2 мкл)

### 3.3.2 Оптимизация подготовки и анализа природной воды

При выборе оптимального способа подготовки водных проб для анализа следовых количеств ПАУ было экспериментально опробовано несколько способов извлечения аналитов: твердофазная экстракция, жидкость-жидкостная микроэкстракция и ультразвуковая эмульсионная жидкость-жидкостная экстракция.

Оценку возможности применения опробованных способов проводили по следующим параметрам: длительность и полнота извлечения аналитов на стадиях пробоподготовки, представленные в таблице 15.

Таблица 15 – Потери аналитов при различных вариантах пробоподготовки

Соединение	Потери, %		
	ЖЖМЭ	УЗЖЖЭ	ТФЭ
Нафталин	34	20	74
2-метилнафталин	41	30	86
Бифенил	35	35	58
Аценафтен	5	19	20
Флуорен	11	6	25
Фенантрен	9	28	12
Антрацен	29	32	52
Флуорантен	2	23	78
Пирен	16	6	83
Бенз(а)антрацен	39	31	79
Хризен	41	28	89
Бенз(б)флуорантен	40	38	85

Бенз(а)пирен	27	18	92
Бенз(к)флуорантен	40	35	87
Бенз(а, h)антрацен	29	16	86
Бенз( g, h, i)перилен	37	26	73

Сравнивая полученные результаты, можно сделать вывод о том, что наибольшего извлечения аналита позволяет достичь использование ультразвуковой обработки, что обуславливается значительным увеличением площади взаимодействия экстрагента с пробой, чем при проведении жидкость-жидкостной микроэкстракции. При применении твердофазного концентрирования мы столкнулись с рядом проблем, таких как, необходимость использования сульфата натрия для осушения экстракта, который, в свою очередь, является одной из причин потерь аналита, проскок некоторых соединений и длительность процедуры (6 часов).

Методом «введено-найдено» было установлено оптимальное время ультразвуковой экстракции (30 минут), а также объем гексана, необходимый для полного извлечения исследуемых ПАУ из проб воды (30 мл), что наглядно представлено на рисунках 7 и 8 на примере нафталина. Для остальных аналитов наблюдается такая же зависимость.

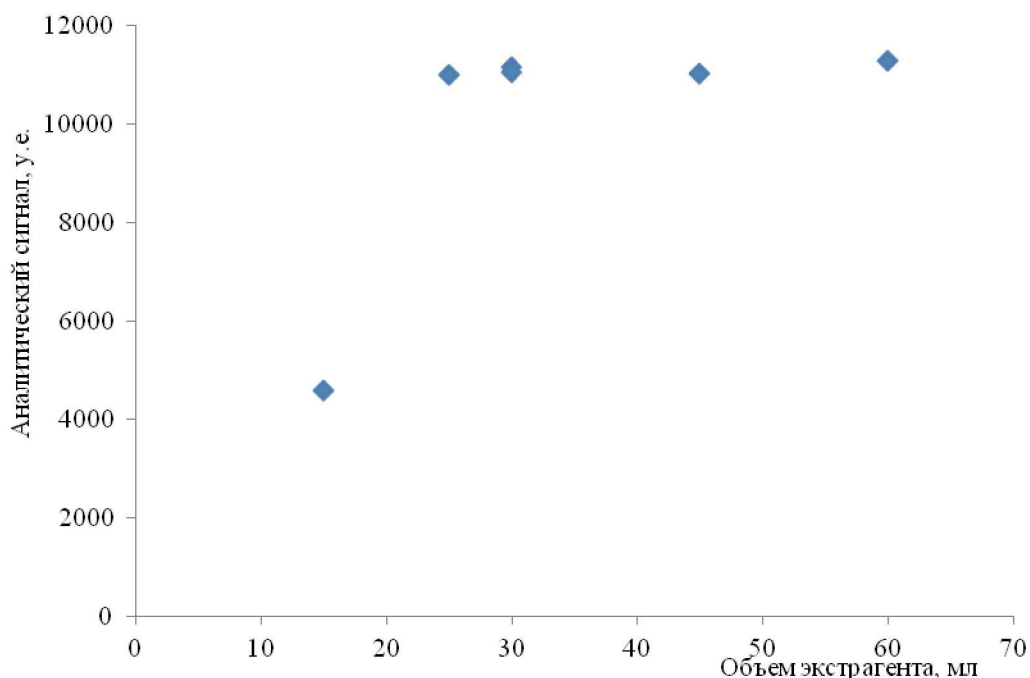


Рисунок 7 – Зависимость аналитического сигнала от объема экстрагента

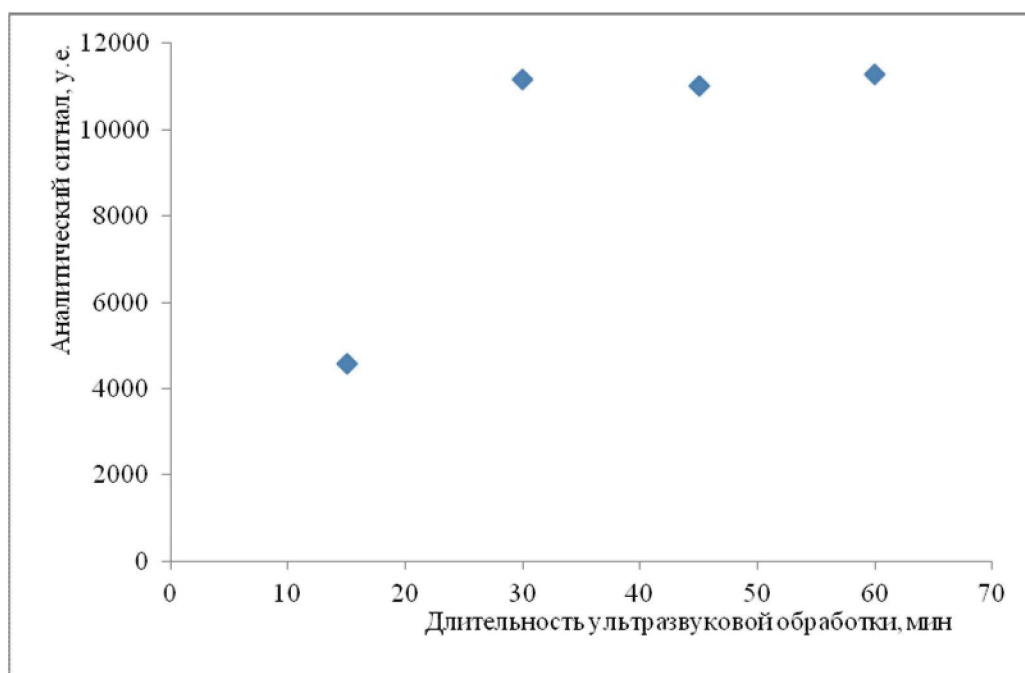


Рисунок 8 – Зависимость аналитического сигнала от длительности ультразвуковой обработки

Для учета потерь при пробоподготовке методом «введено-найдено» была рассчитана степень извлечения для каждого определяемого ПАУ (таблица 16).

Таблица 16 – Степень извлечения ПАУ

Название вещества	Потеря вещества при пробоподготовке, %	Степень извлечения, R
Нафталин	20	0,8
2-метилнафталин	30	0,7
Бифенил	35	0,65
Аценафтен	19	0,81
Флуорен	6	0,94
Фенантрен	28	0,72
Антрацен	32	0,68
Флуорантен	23	0,77
Пирен	6	0,94
Бенз(а)антрацен	31	0,69
Хризен	28	0,72
Бенз(б)флуорантен	38	0,62
Бенз(к)флуорантен	18	0,82
Бенз(а)пирен	36	0,64
Бенз(а, h)антрацен	16	0,84
Бенз( g, h, i)перилен	26	0,74

Были построены градуировочные зависимости для каждого поллютанта. Уравнения регрессии и диапазоны линейности представлены в таблице 17.

Таблица 17 – Диапазоны линейности для определения 16 ПАУ в пробах воды

Наименование вещества	Уравнение регрессии	R <sup>2</sup>	Диапазон линейности, нг/л
Нафталин	$y = (26243 \pm 720)x$	1,00	0,125-25
2-метилнафталин	$y = (20548 \pm 748)x$	0,99	
Бифенил	$y = (20975 \pm 940)x$	0,99	0,25-25
Аценафтен	$y = (29719 \pm 1160)x$	0,99	
Флуорен	$y = (22488 \pm 211)x$	1,00	0,125-25
Фенантрен	$y = (28606 \pm 852)x$	1,00	0,25-25
Антрацен	$y = (21894 \pm 797)x$	0,99	
Флуорантен	$y = (34021 \pm 1202)x$	0,99	0,125-25
Пирен	$y = (34124 \pm 1349)x$	0,99	
Бенз(а)антрацен	$y = (43392 \pm 2331)x$	0,99	0,625-25
Хризен	$y = (29611 \pm 832)x$	1,00	
Бенз(б)флуорантен	$y = (57554 \pm 2451)x$	0,99	
Бенз(а)пирен	$y = (59019 \pm 2731)x$	0,99	
Бенз(к)флуорантен	$y = (52336 \pm 2078)x$	0,99	
Бенз(а, h)антрацен	$y = (89972 \pm 2322)x$	1,00	1,25-25
Бенз(g, h, i)перилен	$y = (78806 \pm 3428)x$	0,99	
Бенз(g, h, i)перилен	$y = (78806 \pm 3428)x$	0,99	

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В процессе выполнения работ были закуплены современные научные приборы и комплексы для проведения и обеспечения исследований и разработок:

- 1) Система для жидкостной хроматографии на основе диодно-матричного и флуориметрического детекторов на базе хроматографа
- 2) Shimadzu LC-30;
- 3) Система микроволновой пробоподготовки MARS 6;
- 4) Система для газовой хромато-масс-спектрометрии на основе квадрупольного масс-спектрометра (ГХ Shimadzu GC-2010 с МСД Shimadzu QP-2020);
- 5) Атомно-абсорбционный спектрометр с источником сплошного света и ртуть-гидридной приставкой Analytic Jena contrAA 800 D;
- 6) Атомно-эмиссионный спектрометр на основе индуктивно связанной плазмы Thermo iCap 7400 Duo;
- 7) Масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой Thermo iCap RQ;
- 8) Система для газовой хромато-масс-спектрометрии на основе квадрупольного масс-спектрометра (ГХ Хроматэк Кристалл-5000.2 с МСД Хроматэк);
- 9) Система для газовой хроматографии на основе газового хроматографа Хроматэк Кристалл-5000.2 с электронно-захватными детекторами УФ-Вид спектрометр Shimadzu UV-2600.

Реализованы мероприятия по развитию ЦКП, способствующие доступности и востребованности оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ по заявкам третьих лиц: внедрена упрощенная модель доступа и использования оборудования ЦКП, включающая подачу заявки через сайт; возможность заключения договора через сайт; дистанционную выдачу результатов.

Подготовлены и опубликованы в российских и иностранных научных журналах, индексируемых в базах данных Web of Science или Scopus, 6 научных статей. Поданы 5 заявок на получение правовой охраны РИД в Российской Федерации.

В результате выполнения проекта разработаны три методики.

1) Методика измерений ИК-спектрофотометрическим и люминесцентным методами «Массовая концентрация углеводов и смолистых веществ в природных (пресных и морских), очищенных сточных и питьевых водах»;

2) Методика измерений люминесцентным методом «Массовая доля углеводов и смолистых веществ в почвах и донных отложениях пресных и морских водных объектов»;



3) Методика измерений методом ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием «Массовая концентрация мельдония в моче человека».

Защищены 2 диссертации на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальностям 02.00.02 – аналитическая химия и 03.02.08 – экология.

Выполнены научные исследования. Проведен анализ литературных данных, посвященных изучению развития проблематики воздействия полициклических ароматических углеводородов на живые организмы, причин их происхождения и распространения в природе. Рассмотрены некоторые современные тенденции развития аналитического контроля суперэкоотоксикантов в объектах окружающей среды. Предложены методические подходы по определению 16 полиароматических углеводородов в природной воде с использованием хромато-масс-спектрометрического анализа.

Подобраны условия хроматографического разделения и одновременного детектирования аналитов с учетом их химических и физических особенностей, определены времена удерживания каждого из 16 приоритетных ПАУ. Для повышения чувствительности детектирование ПАУ проводили в режиме селективно заданных масс.

Для оценки содержания полиаренов в пробах природных вод предложено использовать ультразвуковую обработку для интенсификации экстракции. Выбор данного способа пробоподготовки обусловлен возможностью достижения наибольшей площади соприкосновения пробы и экстрагента при образовании эмульсий. При сравнении с твердофазной экстракцией и жидкость-жидкостной микроэкстракцией, использование ультразвуковой жидкость-жидкостной экстракции позволило добиться наименьших потерь аналита. Установлен необходимый объем экстрагента (гексан) – 30 мл, а также время экстракции – 30 мин для наиболее полного извлечения исследуемых соединений из пробы. Линейный характер градуировочной зависимости сохраняется в диапазоне от 0.125 до 25 нг/л, коэффициент линейной корреляции варьируется от 0.99 до 1.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Влияние внешней среды на возникновение и развитие опухолей. Общая онкология / под ред. Напалкова Н.П. Руководство для врачей Медицина, 1989. 87-118 с.
- 2 Канцерогенез / Под редакцией Д. Г. Заридзе. – М.: Медицина, 1998. – 574 с.
- 3 Tteutschlaender, J. Ueber den Pechkrebs der brikettarbaiter / / Zeitschrift für Krebs / J.Tteutschlaender. –1929. – Н. 58. – С. 905-910.
- 4 Kennaway, E. L. On cancer-producing tars and tar-fractions / E. L. Kennaway // In the journal of industrial hygiene. –1924. –Т. 5. –С. 482-488.
- 5 Cook, J. W. The Production of Cancer by Pure Hydrocarbons. Part I. Proceedings of the Royal Society of London / J. W.Cook et al. //Series B, Cont.Pap.Biol.Char. –1932. – Т. 111. – №. 773. – С. 455-484.
- 6 Едвардс, Н.Т. Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) в наземной окружающей среде – обзор. Качество окружающей среды / Н.Т. Едвардс // Учебник для вузов. – 2012. – 427- 441с.
- 7 Голохваст, К. С. Выбросы автотранспорта и экология человека (обзор литературы) / К. С. Голохваст, В. В. Чернышев, С. М. Угай // Экология человека. – 2016. – №. 1. – 109-120 с.
- 8 Исман, Г. А. Гидростатическое тестирование газовых трубопроводов как источник попадания ПАУ в водную среду. Международный журнал химического анализа окружающей среды. Канд. хим. наук. 20.03.05 1984. Г. А Исман., Б Давани и Д. А. Додсон. – 27-39с.
- 9 Mackay, D. Chemical Properties and Enviromental Fate for Organic Chemacals / D. Mackay, W.Y. Shiu, K.-C. Ma, S.C. Lee // Handbook of Physical-Chem. Prop. Envir. Org. Chem. - 2ed, Vol.1. - CRC Press. –2006. – Т. 2. – P. 796-798.
- 10 Nikolaou, A. Determination of PAHs in marine sediments: analytical methods and environmental concerns / A. Nikolaou, M. Kostopoulou, G. Lofrano, S. Meric // Globalnest j. – 2009. – № 11(4), P. 391–405.
- 11 Mackay, D. Handbook of physical-chemical properties and enviromental fate for organic chemicals / D. Mackay, W.Y. Shiu, K.-C. Ma, S.C. Lee // 2ed, Vol.1. - CRC Press – 2006. – P. 796-798.
- 12 Фелленберг, Г. Загрязнение природной среды. Введение в экологическую химию / Г. Фелленберг. – М.: Мир, 1997. – 232 с.

- 13 Prakasha Gowda, A. S. Mutagenic Replication of N 2-deoxyguanosine benzo(a)pyrene adducts by Escherichia coli DNA polymerase I and Sulfolobus solfataricus DNA polymerase IV/ Prakasha Gowda A. S. et al. // Chemical Research in Toxicology. – 2017.
- 14 Fawell, J.K. Environmental toxicology Organic pollutants / Fawell J.K., Hunt S. // Wiley, Chichester. – 1985. – P. 315.
- 15 Рахманин, Ю. А. Гигиеническое обоснование воздействия дорожно-автомобильного комплекса на атмосферный воздух жилой территории / Ю. А. Рахманин // «Северо-Западный государственный медицинский университет имени И.И.Мечникова» Санкт-Петербург. – 2016.
- 16 Temerdashev, Z. A. О некоторых методических аспектах оценки нефтяного загрязнения водных объектов с учетом деградации нефтепродуктов во времени / Z. A. Temerdashev et al. //Аналитика и контроль. – 2016. – Т. 20. – №. 3. – С. 225-235.
- 17 Кузнецова О. А. Теоретические и практические аспекты анализа и прогнозирования рисков в технологии мяса и мясной продукции : дис. – 2017. ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова» Москва – 2016. С. 78.
- 18 Simonian G. Organic matter in the interstellar medium //gisap: Phys., Math. Chem. – 2017. – №. 8. – P. 56.
- 19 Сивкова, Е. Э. Эволюция пылевых частиц в зонах ионизованного водорода и ударных волнах в остатках сверхновых / Е. Э. Сивкова, Д. З. Вибе, М. Мурга //Физика Космоса: труды 46-й Международной студенческой научной конференции. – Екатеринбург, 2017. – Издательство Уральского университета, 2017. – С. 220-220.
- 20 Sharmila, R. Mater Assesment of PAHs in soil around the International Airport in Delhi, India / R. Sharmila , P. S.Khillare, A. Tripti, Sh. Vijay // 2008. –156. – № 1-3. – С. 9-16.
- 21 Жилин, А. Ю. Алифатические и полициклические ароматические углеводороды в донных отложениях Баренцева моря на разрезе “Кольский меридиан” / А. Ю. Жилин, А. М. Бондарь, Д. Драганов //Труды Кольского научного центра РАН. – 2016. – №. 2-3. – 105 с.
- 22 Бияшева, З. М. Принципы применения методов биоиндикации при определении уровня нарушенности экосистем / З. М. Бияшева и др. //Вестник КазНУ Серия Экологическая. – 2016. – Т. 32. – №. 3. – 86 с.
- 23 Янышева, Н. Я. Онкологические аспекты регламентирования бенз(а)пирена в продуктах питания / Н. Я. Янышева, И. А. Черниченко, Н. В. Баленко // Гигиена и санитария №2. М. : Лань, 2012. – С. 67-70.
- 24 Lopez, N. Niveles debenzo(a)pireno enelvallede Jinamar / M. Lopez, Ch. Hernandes, A. P. Santana, J. J. C.Afinidad. 1999. Т. 480. – С. 113-120.

- 25 Канило, П. М. Канцерогенность отработавших газов автомобилей / П. М. Канило, К. В. Костенко, Н. В. Внукова, С. А. Коверсун // Автомобильный транспорт, Х.: – 2011/ – вып. 29. – 167 с.
- 26 Каташинская, Л. И., Суппес Н. Е. Анализ источников загрязнения атмосферного воздуха в городе Ишиме и влияние химического загрязнения атмосферы на здоровье населения / Л. И. Каташинская, Н. Е. Суппес // Известия Самарского научного центра РАН. –2016. №2-3. – С. 67.
- 27 Альферович, В. В. Токсичность двигателей внутреннего сгорания: в 2 ч. Ч. 1 Анализ состава отработавших газов / В. В. Альферович // Учебно-методическое пособие. Минск, БНТУ.– 2016. – 56 с.
- 28 В. Н. Ложкин. Экспериментально-аналитическое исследование загрязнения атмосферы вблизи КАД Санкт-Петербурга / В. Н. Ложкин, С. В. Лукьянов, О. В. Ложкина. //Технико-технологические проблемы сервиса. Санкт-Петербург, – 2012. – Т. 20. – №. 2. – 8 с.
- 29 Сеница, А. С. и др. Технологическая схема регенерации газоочистных растворов обжига анодов и мокрых хвостов. Уменьшение концентрации сульфат содержащих ионов в содовом растворе / А. С. Сеница и др. // Красноярск, Сибирский федеральный университет. – 2016. – С. 52.
- 30 Замриенко, В. В. Определение содержания нефтепродуктов и продуктов сгорания угля в воде и донных отложениях реки Томь / В. В. Замриенко // Томь: НИТПИ. – 2016. 59 с.
- 31 Провоторов Л. Д. Автомобиль и его негативное воздействие на окружающую среду/ Л. Д. Провоторов, Т. В. Чикачев // И73 Интеграция теории и практики как показатель качества образования. – 2016. – С. 71.
- 32 Ma, L. Polycyclic aromatic hydrocarbon in the surface soils from outskirts of Beijing, China / L. Ma. Chemosphere. – 2005. – №10. – С.1355-1363.
- 33 Jianwang, L. Polycyclic aromatic hydrocarbons in water, sediment, soil, and plants of the Aojiang River waterway in Wenzhou, China / Jianwang Li, Shang Xu, Zhao Zhixu, Tanguay Robert L., Dong Qiaoxiang, Huang Changjiang. J. Hazardous Mater //– 2010. – № 1-3 – С. 75-81
- 34 Миникина, Т.М. Содержание 3,4-бензапирена в почвах, прилегающих к Новочеркасской ГРЭС/ Т.М. Миникина, А. Н. Завгородоний, А. В. Ярошук, О.Н. Горбцова. // Изв. вузов.. Естественные науки 20003. регион Сев.-Кавк., №2. - С.72-73,126.

- 35 Рашитов, Л. З. О поступлении бенз(а)пирена в атмосферный воздух и накоплении его в почве / Л. З. Рашитов, А. Б. Галлямов, А. В. Шулаев, А. Б. Газетдинова // Казань: Казанский медицинский журнал. – 2009 г. – Т. 90, № 4. – С. 190.
- 36 Honda, K. Residue level of polycyclic aromatic hydrocarbons in Japanese paddy soils from 1959 to 2002. / K. Honda, M. Mizukami, Y. Ueda, N. Hamada, N. Seike. Chemosphere. 2007. 68, №95 - С. 1763-1771.
- 37 Белькова, Т. А. Обзор эколого-экономических последствий торфяных пожаров / Т. А. Белькова, В. А. Перминов, Н. А. Алексеев // XXI век. Техносферная безопасность. – 2016. – Т. 1. – №. 3. – 54 с.
- 38 Сиродждинов, Ш. А. Бензапирен как основной загрязнитель воздуха / Ш. А. Сиродждинов, М. С. Нигматов // Прогрессивные технологии и экономика в машиностроении: сборник трудов VII Всероссийской научно-практической конференции для студентов и учащейся молодежи, г. Юрга, 7-9 апреля. – Томск. – 2016. – Т. 2. – С. 481-484.
- 39 Ровинский, Ф. Я. Фоновый мониторинг полициклических ароматических углеводородов. Ф. Я. Ровинский, Т. А. Теплицкая, Т. А. Алексеева // Л.: Гидрометеиздат. – 1988. – 224 с.
- 40 Павленко, Л. Ф. Загрязнение Азовского моря полиароматическими углеводородами / Л. Ф. Павленко, Г. В. Скрыпник, А. А. Кленкин, И. Г. Корпакова // Вопросы рыболовства. – Р.-на-Д.: Вопросы рыболовства – 2008. – Т. 9, № 4 (36). – С. 861-869.
- 41 А. Немировская. Углеводороды в океане (снег-лед-вода-взвесь-донные осадки). Немировская И. А. – М.: Научный Мир, 2004. – 328 с.
- 42 РД 52.04.186-89. 3,4-Бензпирен. Метод квазилинейчатых спектров люминесценции с использованием добавок // Руководство по контролю загрязнения атмосферы. – М.: Госгидромет, МЗ СССР, - 1991. – С. 311–318.
- 43 РД 52.04.186-89. Определение 3,4-бензпирена. Метод квазилинейчатых спектров люминесценции на основе единого стандарта // Руководство по контролю загрязнения атмосферы. – М.: Госгидромет, МЗ СССР, 1991. – С. 578– 587.
- 44 Унифицированные методы мониторинга фонового загрязнения природной среды. Отбор проб природных объектов, предварительная подготовка, консервация и хранение / под ред. Ф. Я. Ровинского. – М.: Московское отделение гидрометеиздата. – 1986. – С. 23–25.
- 45 МУ по отбору проб из объектов внешней среды и подготовка их для последующего определения канцерогенных ПАУ. – М.: МЗ СССР. – 1987. – С. 152.

46 Программа наблюдений за содержанием бенз(а)пирена, металлов и пылью в воздухе. С.-Пб.: Главная геофизическая обсерватория им. А.И. Воейкова. Письмо № 3798/25 от 27.05.1988. – С.3

47 ПНДФ 14.1.:2:4.66–96. Методика выполнения измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в пробах природной, питьевой и сточной вод методом криолюминесценции с использованием анализатора жидкости «Флюорат-02». – М.: НПФ «Люмекс», 1996. –123 с.

48 ГОСТ 17.4.3.01-83. Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб. – М.: Стандартиформ, 2008. – 123 с.

49 ГОСТ Р 53123-2008 (ИСО 10381-5:2005). Качество почвы. Отбор проб. Часть 5. Руководство по изучению городских и промышленных участков на предмет загрязнения почвы. – М.: Стандартиформ, 2009. – 115 с.

50 ГОСТ 17.4.4.02-84. Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа. – М.: Стандартиформ, 2009. – 120 с.

51 ПНДФ 13.1.15-98. Методика выполнения измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в промышленных выбросах по квазилинейчатым спектрам флуоресценции на анализаторе жидкости «Флуорат-02» (с криоприставкой). – М.: НПФ «Люмекс», 1998. – 28 с. 124.

52 ПНД Ф 13.1.16-98. Количественный химический анализ атмосферного воздуха и выбросов в атмосферу. МВИ массовой концентрации бенз(а)пирена в промышленных выбросах с использованием анализатора жидкости «Флюорат-02» в качестве хроматографического детектора. ООО «Люмекс». –М.: 1998. Издание 2004 г. – 42 с.

53 ПНД Ф 14.1:2:4.186-02. Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в пробах природных, питьевых (в том числе расфасованных в емкости) и сточных вод методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием с использованием жидкостного хроматографа «Люмахром». ООО «Люмекс». – М.: 2002. Издание 2010 г.– 43 с.

54 ПНД Ф 16.1:2:2.2:3.39-2003. Количественный химический анализ почв. Методика измерений массовой доли бенз(а)пирена в пробах почв, грунтов, твердых отходов, донных отложений, осадках сточных вод методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием с использованием жидкостного хроматографа «Люмахром». ООО «Люмекс». – М.: 2003. Издание 2012 г. – 27 с.

55 Методика М 02-14-2007. Методика выполнения измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в атмосферном воздухе и в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием жидкостного хроматографа «Люмахром» с флуориметрическим детектированием. ООО «Люмекс». – С.Пб.: 2007. – 34 с.

56 Методика М 04-15-2009. Продукты пищевые и продовольственное сырье, БАД. Методика выполнения измерений массовой доли бенз(а)пирена методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием с использованием жидкостного хроматографа «Люмахром». ООО «Люмекс». – С.Пб.: 2009. – 36 с.

57 ГН 2.1.5.1315-03. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования // Гигиенические нормативы. Введ. 2007–09–28. М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора.. – 94с.

58 СанПин 2.1.4.1074-01. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. Гигиенические требования к обеспечению безопасности систем горячего водоснабжения // Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы. М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора. 2002. – 84 с.

59 ГОСТ Р 31860-2012 Вода питьевая. Метод определения содержания бенз(а)пирена. – Введ. 2014–01–01. М.: Стандартинформ, 2014. – 16с .

60 МР 146-1110 Измерение массовой концентрации бенз(а)пирена в питьевой воде вольтамперометрическим методом. – Введ.1997–10–20. М.: Информационно-издательский центр Минздрава России. 1997. – 24 с.

61 ПНД Ф 14.1:2:4.70-96. Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовых концентраций полициклических ароматических углеводородов в питьевых, природных и сточных водах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Введ.: 2017–02–01 М.: 1999. –2017. – 26 с.

62 Мониторинг органических загрязнений природной среды. 500 методик. Практическое руководство/ Родин А., Другов Ю. // – Litres, 2014.

63 Junk G. A., Richard J. J. Organics in water: solid phase extraction on a small scale //Anal. Chem. – 1988. – Т. 60. – №. 5. – С. 451-454.

64 Крылов А. И., Костюк И. О., Вольнец Н. Ф. Определение полиароматических углеводородов в воде методом высокоэффективной жидкостной

хроматографии с концентрированием и фракционированием на ХАД-2/ А. И.Крылов, И. О. Костюк, Н. Ф. Волынец //Журн. Аналит. химии. – 1995. – Т. 50. – №. 5. – С. 543-551.

65 Халиков, И.С. Извлечение ПАУ из воды с использованием дисков для твёрдофазной экстракции ENVI-18 DSK ФГБУ «НПО «Тайфун», г. Обнинск.

66 Song, X. Determination of 16 polycyclic aromatic hydrocarbons in seawater using molecularly imprinted solid-phase extraction coupled with gas chromatography-mass spectrometry / X Song et al. //Talanta. – 2012. – Т. 99. – С. 75-82.

67 Shi, Z. G., Dispersive liquid– liquid microextraction coupled with dispersive  $\mu$ -solid-phase extraction for the fast determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in environmental water samples / Z. G. Shi, H. K. Lee //Anal. Chem. – 2010. – Т. 82. – №. 4. – С. 1540-1545.

68 Polyakova, O. V. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in water by gas chromatography/mass spectrometry with accelerated sample preparation/ O. V. Polyakova et al. //Journal of Anal. Chem. – 2013. – Т. 68. – №. 13. – С. 1099-1103.

69 Tavakoli, L. Homogeneous liquid–liquid extraction for preconcentration of polycyclic aromatic hydrocarbons using a water/methanol/chloroform ternary component system / L.Tavakoli et al. // Jour. Chrom. A. – 2008. – Т. 1196. – С. 133-138.

70 Saleh, A. Ultrasound-assisted emulsification microextraction method based on applying low density organic solvents followed by gas chromatography analysis for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in water samples/ A. Saleh et al. //Jour. Chrom. A. – 2009. – Т. 1216. – №. 39. – С. 6673-6679.

71 Delgado, B. Nonionic surfactant mixtures: a new cloud-point extraction approach for the determination of PAHs in seawater using HPLC with fluorimetric detection / B. Delgado et al. //Anal. Chim. Acta. – 2004. – Т. 518. – №. 1. – С. 165-172.



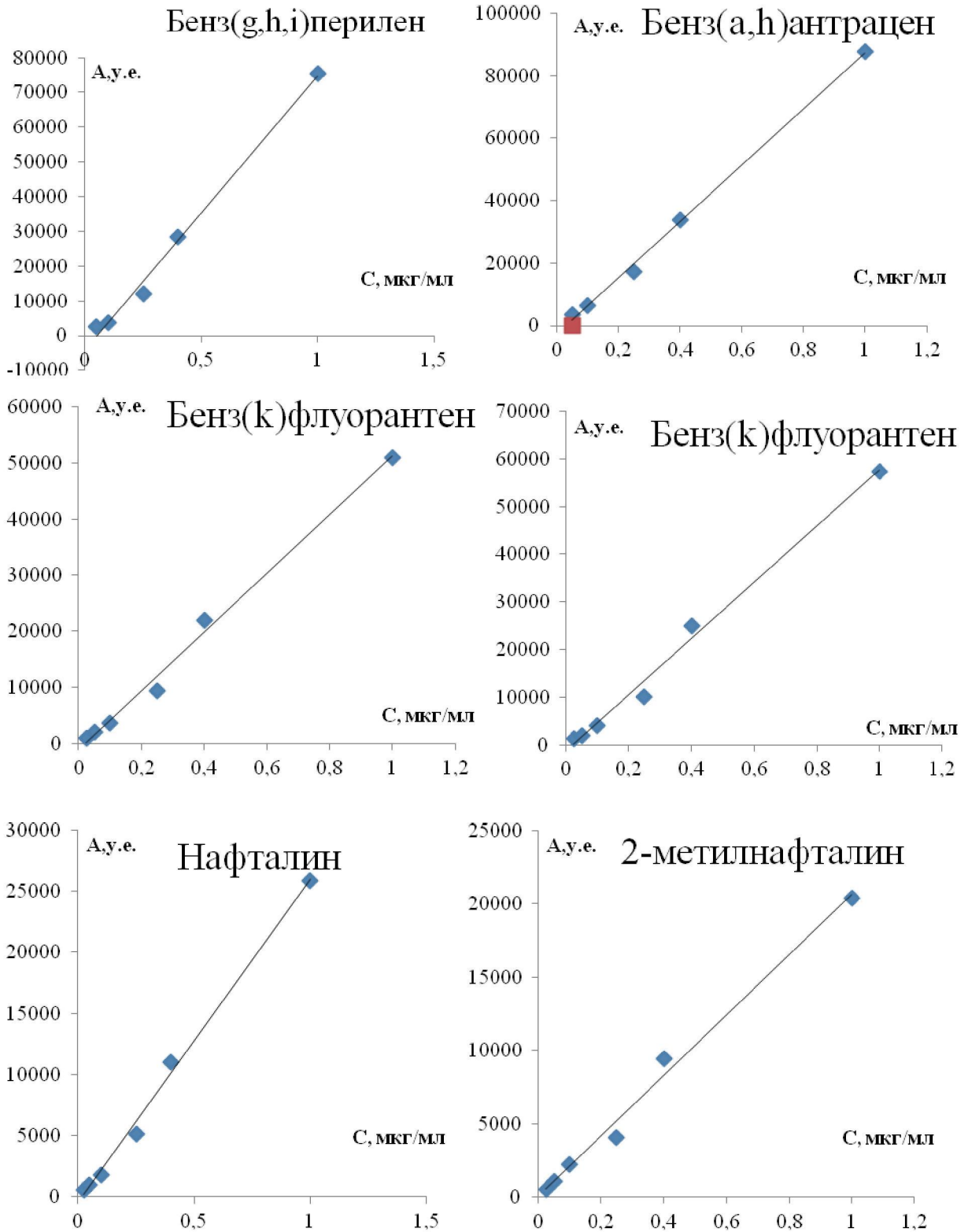
## ПРИЛОЖЕНИЕ А

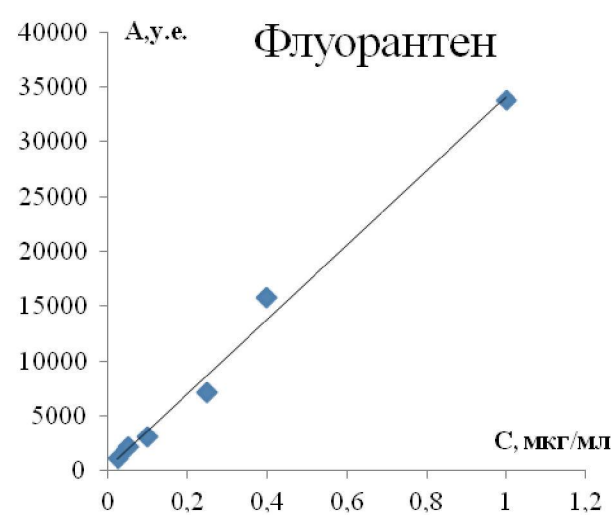
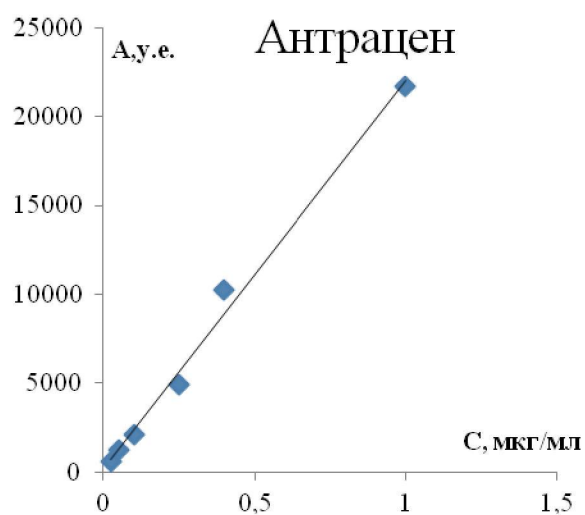
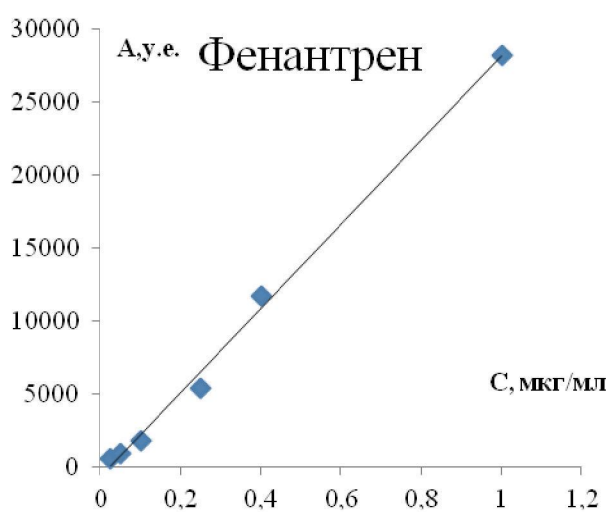
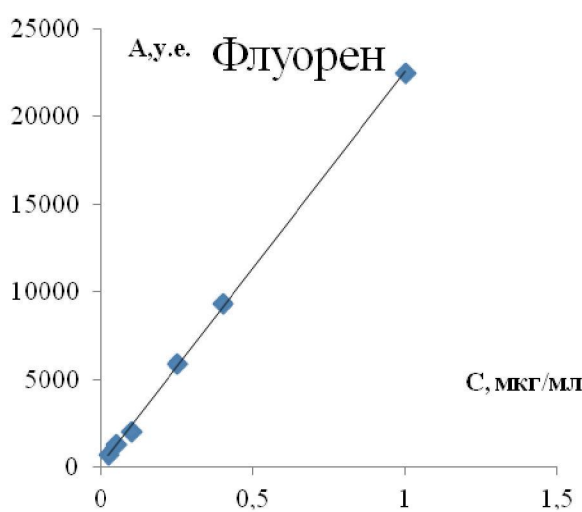
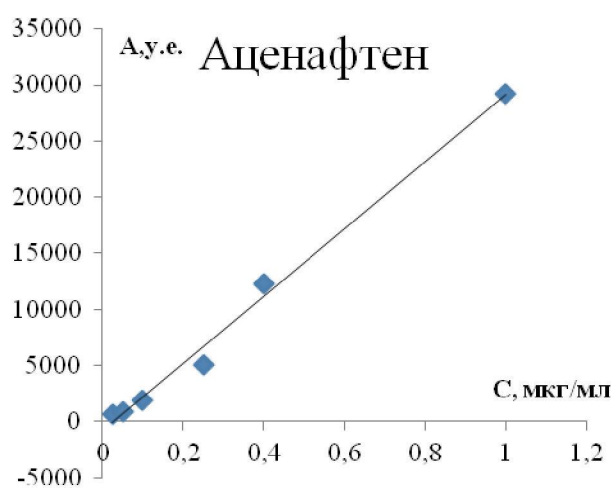
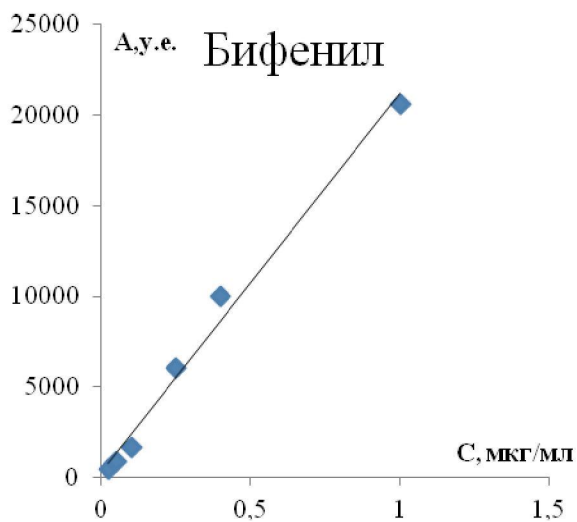
### Характеристические данные для определения 16 ПАУ

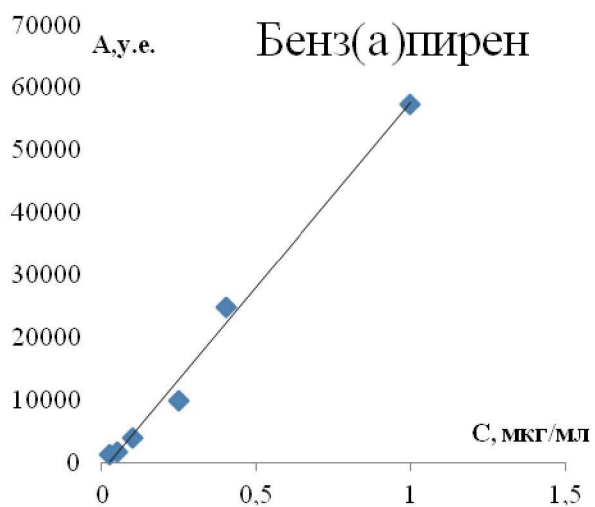
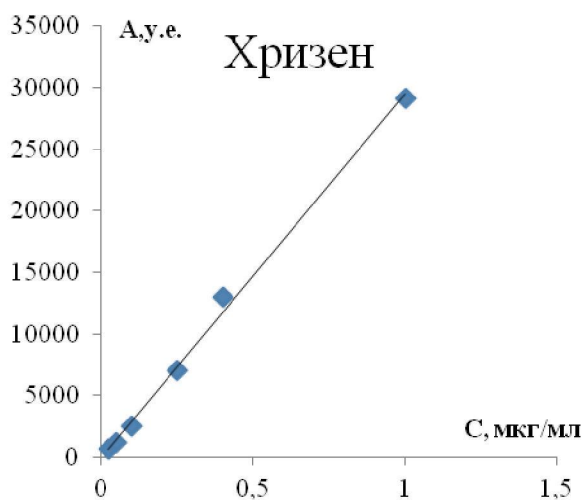
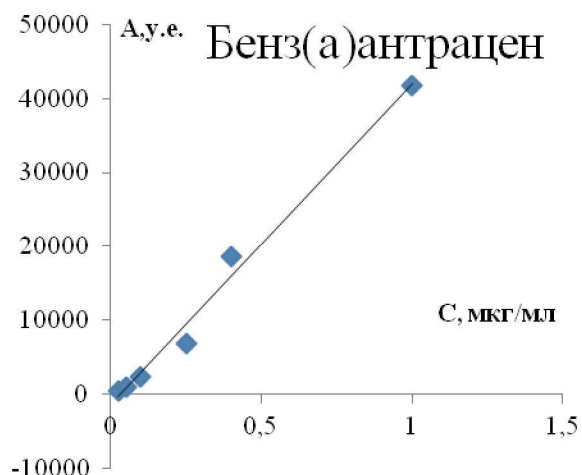
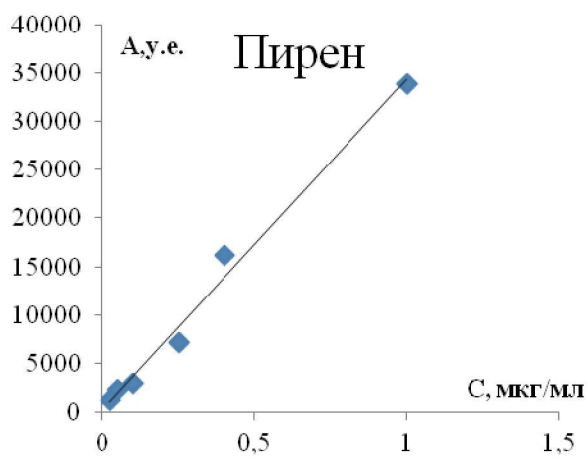
Название вещества	Брутто-формула	Основной ион, m/z	Время выхода, мин
Нафталин	C <sub>10</sub> H <sub>8</sub>	128	12,23
2-метилнафталин	C <sub>11</sub> H <sub>10</sub>	142	13,97
Бифенил	C <sub>12</sub> H <sub>10</sub>	154	15,18
Аценафтен	C <sub>12</sub> H <sub>10</sub>	154	16,94
Флуорен	C <sub>13</sub> H <sub>10</sub>	166	18,38
Фенантрен	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub>	178	21,01
Антрацен	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub>	178	21,15
Флуорантен	C <sub>16</sub> H <sub>10</sub>	202	24,34
Бенз(а)антрацен	C <sub>16</sub> H <sub>10</sub>	202	25,03
Пирен	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub>	228	29,98
Хризен	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub>	228	30,14
Бенз(б)флуорантен	C <sub>20</sub> H <sub>12</sub>	252	37,57
Бенз(б)флуорантен	C <sub>20</sub> H <sub>12</sub>	252	37,74
Бенз(а)пирен	C <sub>20</sub> H <sub>12</sub>	252	40,41
Дибенз(а, h)антрацен	C <sub>20</sub> H <sub>14</sub>	276	52,28
Бенз(g, h, i)перилен	C <sub>22</sub> H <sub>12</sub>	278	55,06

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Градуировочные зависимости, используемые при определении ПАУ в воде







## Перечень услуг, оказываемых ЦКП

## Качество услуг без компромиссов

- 1 Измерение содержания тяжелых металлов, пестицидов, гербицидов, органических и неорганических подсластителей, биогенных элементов в жидких средах.
- 2 Проведение испытаний для целей входного, приемочного контроля продукции, (металлы, сплавы и изделия из них; горные породы, минералы, песок, почва).
- 3 Анализ промышленных выбросов, отходов производства предприятий, организаций для целей государственного, производственного экологического контроля, мониторинга состояния и загрязнения окружающей среды.
- 4 Испытание и контроль качества веществ и материалов различного назначения.
- 5 Исследования и анализ биологических объектов, проведение экспертиз.
- 6 Научно-методическое и инструментальное сопровождение выполнения курсовых, ВКР студентов, диссертационных исследований
- 7 Подготовка и переподготовка кадров исследовательских и испытательных лабораторий, центров
- 8 Научно-методическое и организационное сопровождение проведения конференций, семинаров, школ молодых ученых в области экоаналитического контроля и анализа
- 9 Консультационные услуги в области экологического мониторинга
- 10 Разработка методик в целях контроля качества лекарственных средств и препаратов
- 11 Консультационные услуги в области оснащения лабораторий «под ключ»
- 12 Разработка методик определения действующих веществ в биологических жидкостях в целях изучения фармакокинетики, допинг-контроля, контроль качества продуктов спортивного питания

Центр  
коллективного  
пользования  
«Эколого-аналитический  
центр»



## Контакты

(861)2199571  
350040 Краснодар,  
ул. Ставропольская, д. 149  
ФГБОУ ВО «Кубанский  
государственный университет»  
<http://www.ckp.kubsu.ru>

<http://www.ckp.kubsu.ru>



## О центре

## Приборный парк

## Мы ценим Ваше время

ЦКП «Эколого-аналитический центр» создан в 1984 г. и является структурным подразделением ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет».

В составе ЦКП много лет успешно функционирует аккредитованная в системе ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 испытательная лаборатория, призванная обеспечивать проведение испытаний объектов различного назначения. К предоставлению услуг наукоёмкого характера привлекаются кадры высшей квалификации – доктора и кандидаты наук из различных отраслей науки, научные сотрудники, аспиранты, инженерно-технические работники и студенты.

В ЦКП имеются оригинальные разработки по различной тематике научных исследований, актуализированные нормативные документы по широкому спектру испытаний, аттестованным методам измерений, области аккредитации испытательных лабораторий (международные и национальные стандарты, руководящие документы, СанПиНы, ПНД Ф и др.) и самостоятельно разработанные сотрудниками ЦКП методики. Высокая квалификация сотрудников позволяет выполнять как сложные научно-исследовательские и опытно-конструкторские разработки, так и проводить испытания по уже действующим нормативным документам.



Центр оснащен современным аналитическим оборудованием, позволяющим осуществлять широкий спектр физико-химических исследований. В распоряжении центра имеются:

- ИСП-АЭС спектрометр;
- ИСП-МС спектрометр;
- Газовые хромато-масс-спектрометры;

- Жидкостные хромато-масс-спектрометры;
- Газовые хроматографы с различными видами детекторов (ПИД, ДПП, ПФД, ЭЗД, ПИД);
- Жидкостные хроматографы с люмино-метричным, флуориметрическим, электрохимическим и кондуктометрическим детекторами;
- Синхронный ДПА/П анализатор;
- ИК, УФ, Вид- спектрометры;
- Спектрофлуориметр;
- ААС с пламенной и электротермической атомизацией;
- Рентгенофлуорисцентные спектрометры (вольтовой и энергодисперсионный);
- Рентгенофазовый дифрактометр;
- Системы подготовки проб (СВЧ-микровазализация, планетарная мельница и др.).



## Образовательная деятельность

Сотрудники ЦКП осуществляют активную образовательную деятельность в рамках реализации образовательных программ бакалавриата и магистратуры, а также аспирантуры и докторантуры, участвуют в подготовке кадров высшей квалификации по научным специальностям: 02.00.02 – аналитическая химия, 03.02.08 – экология (химические науки) и 05.02.23 – стандартизация и управление качеством.

## Направления деятельности

Экологиториянг	Криминалистика
Пищевая безопасность	Допинг-контроль
Фармацевтические исследования	Аналитическая токсикология

