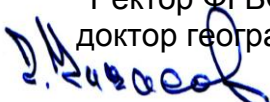


МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ
(РОСГИДРОМЕТ)

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ИНСТИТУТ ПОВЫШЕНИЯ КВАЛИФИКАЦИИ РУКОВОДЯЩИХ РАБОТНИКОВ И СПЕЦИАЛИСТОВ»
(ФГБОУ ДПО «ИПК»)

УТВЕРЖДАЮ
Ректор ФГБОУ ДПО «ИПК»,
доктор географических наук,
Г.Н. Чичасов
профессор 

Учебный модуль
«Методы анализа стойких органических загрязняющих веществ
в объектах окружающей среды»

Цель: повышение теоретических и практических знаний по вопросам анализа
высокотоксичных стойких органических загрязняющих веществ

Категория слушателей: специалисты аналитических лабораторий

Срок обучения: 2 недели, 72 учебных часа

Режим занятий: 6-8 часов в день

Форма обучения: очная, с отрывом от производства

Аннотация

Учебный модуль «Методы анализа стойких органических загрязняющих веществ в объектах окружающей среды» рассчитан на обучение специалистов аналитических лабораторий методам анализа высокотоксичных стойких органических загрязняющих веществ (СОЗ) в объектах окружающей среды, включая соединения из списка СОЗ, определенных Стокгольмской конвенцией, и направлена на повышение теоретических и практических знаний слушателей. Цель обучения – овладение современными методами анализа СОЗ. В рамках модуля рассматриваются физико-химические свойства СОЗ, их токсичность, теоретические основы методов хроматографии и хромато-масс-спектрометрии, особенности методов анализа СОЗ в различных объектах, контроль качества результатов измерений, основные нормативные методические документы, принципы организации мониторинга СОЗ. Модуль составлен с учетом последних достижений в области анализа и мониторинга СОЗ. Курс состоит из лекционных, практических и семинарских занятий. Предусматриваются самостоятельная работа слушателей и подготовка реферативной работы по одной из рекомендованных тем. Общая продолжительность обучения составляет 72 учебных часа. Рекомендованный режим обучения 4-6 учебных часов в день. В конце занятий проводится итоговая аттестация.

Учебный модуль разработан сотрудниками Химико-аналитического центра ИПМ ГУ «НПО «Тайфун», Хомушку Г.М., Первуниной Р.И. Рассмотрен и одобрен на учёном совете ФГБОУ ДПО «ИПК».

План учебного модуля

| № пп | Наименование разделов, дисциплин и тем | Количество часов | | |
|---------|--|------------------|-----------------------------------|--------------|
| | | всего | распределение по видам занятий | |
| | | | лекции | практические |
| 1 | Понятие о СОЗ. Поведение СОЗ в природной среде | 3 | 3 | |
| 2 | Основные источники загрязнения окружающей среды СОЗ | 3 | 3 | |
| 3 | Основные проблемы аналитической химии СОЗ. Методы пробоотбора и пробоподготовки. Методы анализа СОЗ. Контроль качества измерений | 58 | 28 | 30 |
| 4 | Основные нормативные методические документы | 3 | 3 | |
| 5 | Глобальный мониторинг СОЗ. Состояние мониторинга СОЗ в России | 3 | 3 | |
| 6 | Итоговая аттестация | 2 | | |
| | ИТОГО: | 72 | 40 | 30 |

Учебно-тематический план модуля

| № пп | Наименование разделов, дисциплин и тем | Количество часов | | |
|----------|---|------------------|--------------------------------|--------------|
| | | всего | распределение по видам занятий | |
| | | | лекции | практические |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1 | Понятие о СОЗ. Поведение СОЗ в природной среде | 3 | 3 | |
| 2 | Основные источники загрязнения окружающей среды СОЗ | 3 | 3 | |
| 3 | Основные проблемы аналитической химии СОЗ. Методы пробоотбора и пробоподготовки. Методы анализа СОЗ. Контроль качества измерений | 58 | 28 | 30 |
| 3.1 | Методы пробоотбора и пробоподготовки | 20 | 10 | 10 |
| 3.1.1 | Отбор проб воды, почвы, биоты. Отбор проб атмосферного воздуха и дымовых выбросов. Требования к аппаратурному оформлению | 8 | 4 | 4 |
| 3.1.2 | Подготовка проб к анализу. Основные способы концентрирования и очистки проб – жидкостная экстракция, колоночная хроматография. Особенности пробоподготовки при анализе воды, почвы, биоты | 12 | 6 | 6 |
| 3.1.2.1. | Подготовка проб воды | 4 | 2 | 2 |
| 3.1.2.2 | Подготовка проб почвы | 4 | 2 | 2 |
| 3.1.2.3 | Подготовка проб биоты | 4 | 2 | 2 |
| 3.2 | Методы анализа СОЗ | 34 | 15 | 18 |
| 3.2.1 | Основы хроматографического анализа. Газо-жидкостная хроматография (ГЖХ) и высокоэффективная жидкостная хроматография (ЖХ) в анализе СОЗ | 11 | 5 | 6 |
| 3.2.1.1 | Основы хроматографического метода анализа | 5 | 3 | 2 |
| 3.2.1.2 | Анализ полихлорированных бифенилов и хлорированных пестицидов методом ГЖХ | 3 | 1 | 2 |
| 3.2.1.3 | Анализ полиароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии | 3 | 1 | 2 |
| 3.2.2. | Хромато-масс-спектрометрические методы анализа СОЗ | 22 | 10 | 12 |
| 3.2.2.1 | Основы хромато-масс-спектрометрического метода. Способы ионизации пробы, используемые при анализе СОЗ. Типы масс-анализаторов. Сочетание масс-спектрометрии с хроматографией | 3 | 1 | 2 |
| 3.2.2.2. | Хромато-масс-спектрометрический анализ хлоророрганических пестицидов и полихлорированных бифенилов | 3 | 1 | 2 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|----------|--|-----------|-----------|-----------|
| 3.2.2.3 | Хромато-масс-спектрометрический анализ полихлорированных дибензодиоксинов и полихлорированных дибензофуранов | 4 | 2 | 2 |
| 3.2.2.4 | Хромато-масс-спектрометрический анализ полиароматических углеводов | 4 | 2 | 2 |
| 3.2.2.5 | Хромато-масс-спектрометрический анализ полибромированных дифениловых эфиров | 4 | 2 | 2 |
| 3.2.2.6 | Хромато-масс-спектрометрический анализ полихлорированных борнанов (токсафенов) | 4 | 2 | 2 |
| 3.3 | Принципы организации контроля качества измерений в эколого-аналитических исследованиях | 4 | 2 | 2 |
| 4 | Основные нормативные методические документы | 3 | 3 | |
| 5 | Глобальный мониторинг CO₂. Состояние мониторинга CO₂ в России | 3 | 3 | |
| 6 | Итоговая аттестация | 2 | | |
| | ИТОГО: | 72 | 40 | 30 |

Содержание

Структура и физико-химические свойства CO₂. Биоаккумуляция CO₂. Поведение CO₂ в окружающей природной среде. Стокгольмская конвенция о CO₂.

Основные источники загрязнения окружающей среды CO₂. Категории источников (промышленные процессы, процессы сгорания и термические процессы, места хранения продуктов, содержащих CO₂). Источники преднамеренного и непреднамеренного производства CO₂. Инвентаризация выбросов.

Основные проблемы аналитической химии CO₂. Методы пробоотбора и пробоподготовки. Отбор проб воды, почвы, биоты. Отбор проб атмосферного воздуха и дымовых выбросов. Требования к аппаратному оформлению. Планирование пробоотбора. Цели и объекты пробоотбора. Пробы для контроля качества анализа. Консервация проб. Документация пробоотбора.

Подготовка проб к анализу. Основные способы экстракции и очистки проб – жидкостная экстракция, колоночная хроматография. Подготовка сорбентов (активирование и дезактивирование сорбентов). Процедура заполнения колонки, приготовление многослойных колонок. Определение объема растворителя для элюирования нужной фракции.

Техника концентрирования экстрактов. Особенности пробоподготовки при анализе воды, почвы, биоты. Приготовление колонок для эксклюзионной хроматографии. Пробоподготовка при анализе полихлорированных

дибензодиоксинов и дибензофуранов (ПХДД и ПХДФ), хлорорганических пестицидов (ХОП), полихлорированных бифенилов (ПХБ), полиароматических углеводородов (ПАУ), полихлорированных борнатов (токсафен), полибромированных дифениловых эфиров (ПБДЭ).

Использование внутренних стандартов для контроля качества пробоподготовки.

Методы анализа СОЗ

Основы хроматографического анализа. Основные принципы хроматографического метода. Параметры хроматографического опыта. Теория равновесной хроматографии. Эффективность хроматографического разделения. Концепция теоретических тарелок в хроматографии. Кинетическая теория размытия хроматографических зон. Критерии разделения хроматографических пиков. Селективность колонки и разделение. Оптимизация разделения. Способы идентификация соединений. Методы калибровки. Метрологические основы хроматографических измерений.

Газовая хроматография (ГХ). Область применения. Теоретические основы метода. Закон Рауля. Уравнение Херингтонаэ. Зависимость объема удерживания от температуры кипения. ГХ с программируемым изменением температуры. Влияние природы жидкой фазы и природы разделяемых веществ на хроматографическое разделение. Шкалы полярностей жидких фаз, селективность неподвижных фаз, индексы удерживания. Типы колонок. Уравнение Голя для капиллярных колонок. Устройство газового хроматографа. Применение ГХ для анализа СОЗ. Анализ полихлорированных бифенилов и хлорорганических пестицидов методом ГХ с капиллярной колонкой. Стандартные образцы, колонки, детекторы.

Жидкостная хроматография (ЖХ). Особенности разделения веществ методом ЖХ. Факторы, влияющие на эффективность хроматографических колонок в ЖХ (размер частиц, характер их упаковки, скорость потока и др.), способы получения высокоэффективных колонок. Понятие о высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Адсорбенты для ВЭЖХ. Модифицирование поверхности адсорбентов.

Нормально-фазовый и обращенно-фазовый варианты ЖХ. Теория Хорвата. Элюирующая сила подвижной фазы. Элюотропные ряды и параметры силы растворителя. Влияние природы и состава элюента на селективность разделения в ЖХ. Оптимизация разделения в ЖХ. Градиентное элюирование. Устройство

жидкостного хроматографа. Применение ЖХ в анализе СОЗ. Анализ полиароматических углеводородов методом ВЭЖХ. Стандартные образцы, колонки, детекторы.

Хромато-масс-спектрометрия. Принцип метода. Способы ионизации образца. Типы масс-анализаторов. Основные характеристики масс-спектрометра. Настройка и калибровка приборов. Сочетание масс-спектрометрии с хроматографией. Системы ввода образца для жидких и газообразных проб. Хромато-масс-спектрометрия. Идентификация и количественный анализ соединений методом хромато-масс-спектрометрии. Использование хромато-масс-спектрометрии для идентификации и анализа СОЗ.

Хромато-масс-спектрометрический анализ ПХДД и ПХДФ. Нахождение оптимальных условий анализа. Стандартные образцы, колонки, обработка результатов.

Хромато-масс-спектрометрический анализ токсафенов (полихлорированные борнаны). Нахождение оптимальных условий анализа. Стандартные образцы, колонки, обработка результатов.

Хромато-масс-спектрометрический анализ ПАУ. Нахождение оптимальных условий анализа. Стандартные образцы, колонки, обработка результатов.

Хромато-масс-спектрометрический анализ полибромированных дифениловых эфиров (ПДФЭ). Нахождение оптимальных условий анализа. Стандартные образцы, колонки, обработка результатов.

Принципы организации контроля качества измерений в эколого-аналитических исследованиях. Категории стандартов. Стандартные образцы, сертифицированные стандартные материалы, суррогатные внутренние стандарты, внешние стандарты. Документация в приготовлении стандартов. Контроль качества измерений.

Основные нормативные методические документы.

Принципы организации мониторинга СОЗ.

Глобальная система мониторинга СОЗ. Состояние мониторинга загрязнения окружающей среды СОЗ в России.

Темы практических работ

1. Подготовка проб воды, почвы, биоты к анализу СОЗ.
2. Очистка экстрактов в процессе анализа биоты на примере освоения пробоподготовки при определении ПХДД и ПХДФ.
3. Концентрирование и очистка экстрактов при подготовке проб биоты для определения ПБДЭ.
4. Анализ проб почвы на содержание ХОП и ПХБ методом ГХ.
5. Хромато-масс-спектрометрический анализ ПХДД и ПХДФ.
6. Хромато-масс-спектрометрический анализ ХОП и ПХБ.
7. Хромато-масс-спектрометрический анализ ПБДЭ.
8. Хромато-масс-спектрометрический анализ полихлорированных борнанов (токсафенов).
9. Хромато-масс-спектрометрический анализ ПАУ.
10. Анализ ПАУ методом жидкостной хроматографии.

Темы рефератов

1. Источники загрязнения СОЗ на территории субъекта РФ.
2. Организация мониторинга СОЗ на территории субъекта РФ.
3. Анализ ПХДД и ПХДФ в промышленных выбросах предприятий.
4. Методы анализа полиароматических соединений в объектах окружающей среды.
5. ПБДЭ – новый класс загрязняющих веществ. Методы анализа ПБДЭ в объектах окружающей среды.
6. Токсафены. Методы анализа в объектах окружающей среды.
7. Контроль качества измерений в эколого-аналитических исследованиях.

Список литературы

Основная литература

1. Руденко Б.А., Руденко Г.И. Высокоэффективные хроматографические процессы, т 1-2. – М.: Наука, – 2003.
2. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии. – М.: Бином, 2003. – 493 с.

Дополнительная литература

- 1 Резепов В.А, Каплунова Н.П. Стокгольмская конвенция: решение проблем стойких органических загрязнителей. Комментарий к федеральному закону от 27.06.2011 № 164- ФЗ «О ратификации Стокгольмской конвенции о стойких органических загрязнителях». Экология производства, № 8, 2011.- 21-27 с.