Министерство наукии высшего образования Российской Федерации НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ) Химический факультет Кафедра органической химии

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ В ГЭК Руководитель ООП канл. хим наук, доцент

К. А. Дычко «23» ОС 2020 г.

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

СИНТЕЗ, ИССЛЕДОВАНИЕ МОДИФИЦИРОВАННЫХ СОРБЕНТОВ С НАНЕСЕННЫМИ СЛОЯМИ СИЛИКАГЕЛЯ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ ДЛЯ АНАЛИЗА ИНСЕКТИЦИДНЫХ ПРЕПАРАТОВ

> По основной образовательной программе подготовки магистра Направление подготовки 04.04.01—Химия

> > Селезнева Ольга Андреевна

Зав каф.органической химии доцент, канд.хим.наук

Ю.Г.Слижов

Руководитель ВКР канд. хим. наук, доцент КОХ Т.Н. Матвеева

Автор работы студентка группы № 08800 _____О.А. Селезнева В соответствии с п. 3.2 «Регламент размещения текстов выпускных квалификационных работ в электронной библиотеке Научной библиотеки ТГУ» выпускная квалификационная работа размещается в репозитории с изъятием некоторых разделов, в соответствии с решением правообладателя.

Химический факультет

Руководитель ООП

К.А. Дычко

Национальный исследовательский Томский государственный университет Химический факультет Кафедра органической химии

ТВЕРЖДАЮ
Руководитель ООГЕ

Дычко Культег

анд хим. наук, доцент

ОО 201 г.

ЗАДАНИЕ НА МАГИСТЕРСКУЮ ДИССЕРТАЦИЮ

| магистранту Селезневой Ольге Андреевне группа 08800 |
|---|
| (фамилия, имя, отчество) Направление 04.04.01 «химия» |
| Магистерская программа Химические и физические методы исследований в экологической и |
| криминалистической экспертизе |
| Тема магистерской диссертации Синтез, исследование модифицированных сорбентов с |
| нанесенными слоями силикагеля и их применение для анализа инсектицидных препаратов |
| Утверждена на заседании кафедры органической химии протокол № 216 от «11» декабря 2019 г. |
| Научный руководитель магистерской диссертации Т. Н. Матвеева, к.х.н., доцент КОХ |
| Научная проблема Получение сорбентов с заданными характеристиками, их исследование и |
| применение в газовой хроматографии |
| Цель и задачи исследования Синтез, исследование физико-химических и хроматографических |
| свойств сорбентов с нанесенными слоями силикагеля, модифицированными ацетилацетонатами |
| и бензоилацетонатамиLa (III), Се (III), Eu (III), Yb (III), и их применение для анализа |
| инсектицидных препаратов. |
| Объекты исследования Сорбенты на основе ХроматонаN-AW с нанесенными слоями |
| силикагеля, модифицированные ацетилацетонатами и бензоилацетонатамиLa (III), Ce (III), Eu |
| (III), Yb (III) |
| Методы исследования ИК-спектроскопия, рентгеноспектральный анализ, термогравиметрия, |
| рН-метрия, порометрия, газовая хроматография |
| Методы проверки достоверности результатов Сравнение с литературными данными, |
| применение независимых, но взаимодополняющих методов исследования |
| Ожидаемые результаты исследования Получение сорбентов с заданными характеристиками |
| и их применение в газохроматографическом анализе инсектицидных препаратов. |
| Организация, совместно с которой выполняется работа Национальный исследовательский |
| Томский государственный университет НИ ТГУ |

Этапы работы

| Наименование этапа | Сроки выполнения | | |
|---|-----------------------|--|--|
| Отбор, анализ литературы, патентный поиск | 24.09.2018-04.02.2019 | | |
| Эксперимент и обсуждение результатов | 18.02.2019-20.12.2019 | | |
| Написание и оформление работы | 14.02.2020-15.06.2020 | | |
| Допуск к защите на кафедре | 26.06.2020 | | |
| Рецензирование | 24.06.2020 | | |
| Защита | \$\sqrt{07.07/2020} | | |

Заведующий кафедрой органической химии канд. хим. наук, доцент Ю. Г. Слижов Руководитель магистерской диссертации канд. хим. наук, доцент Т. Н. Матвеева С заданием ознакомлен, магистрант «14» преброме 2020 г. Сом О. А. Селезнева

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа посвящена синтезу и исследованию сорбентов, модифицированных хелатными комплексами ацетилацетонатов и бензоилацетонатов РЗЭ, разработке способов их применения в газовой хроматографии для анализа инсектицидных препаратов.

Для получения модифицированных сорбентов синтезированы хелатные комплексы ацетилацетонатов и бензоилацетонатов La (III), Ce (III), Eu (III) и Yb (III). Исследованы их физико-химические характеристики методами: атомно-эмиссионной, ИК-спектроскопией, элементным, гравиметричеким, рентгенофазовым анализами. Установлены состав и структура данных комплексов, по результатам термогравиметрии определена устойчивость синтезированных хелатов.

Получены сорбенты: мезопористый силикагель, модифицированный внутрикомплексными соединениями: ацетилацетонатами и бензоилацетонатами La (III), Ce (III), Eu (III) и Yb (III). С помощью автоматического газо-адсорбционного анализатора 3Flex исследованы их текстурные характеристики, с помощью газового хроматографа Agilent Technologies 7820A с пламенно-ионизационным детектором проведена сравнительная оценка хроматографических свойств и показана возможность эффективного применения данных материалов в газовой хроматографии для аналитического разделения легких углеводородов и газовых смесей.

Полученные хроматографические материалы применены в практике газохроматографического анализа летучих органических соединений, выделяемых фосфорорганическими инсектицидами. В ходе анализа были обнаружены соединения (растворители, ароматизаторы, примеси исходного вещества), не указанные в составе на упаковке исследуемых инсектицидных препаратов.

Выпускная квалификационная работа включает 4 глав, 38 рисунков, 12 таблиц, 2 приложения, библиографический список литературы из 60 наименований.

ОГЛАВЛЕНИЕ

| МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ | 1 |
|--|---------|
| РЕФЕРАТ | 2 |
| введение | 5 |
| 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР | 7 |
| 1.1 Состав и строение комплексов β-дикетонов с РЗЭ | 7 |
| 1.2 Методы синтеза ацетилацетонатов и бензоилацетонатов металлов | 11 |
| 1.3 Сорбенты. Модифицирование поверхности сорбентов | 11 |
| 1.4 Общая характеристика и особенности анализа пестицидов | 14 |
| 1.4.1 Общая характеристика пестицидов | 14 |
| 1.4.2 Краткая характеристика основных методов анализа пестицидов | 20 |
| 1.4.3 Фосфорорганические пестициды | 22 |
| 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ | 33 |
| 2.1 Объекты исследования | 33 |
| 2.2 Синтез ацетилацетонатов и бензоилацетонатов лантана (III), церия (III), | |
| иттербия (III), европия (III) | 33 |
| 2.3 Модификация сорбентов полученными комплексами РЗЭ | 34 |
| 2.4 Подготовка насадочных хроматографических колонок | 34 |
| 2.5 Элементный анализ комплексов РЗЭ (III) | 35 |
| 2.6 ИК-спектроскопия комплексов РЗЭ (III) | 36 |
| 2.7 Рентгеноспектральный анализ поверхности модифицированных сорбентов | 36 |
| 2.8 Термогравиметрический анализ комплексов РЗЭ (III) | 37 |
| 2.9 Определение удельной поверхности и пористости модифицированных сорбентов | 37 |
| 2.10 рН-метрия поверхности модифицированных сорбентов | 37 |
| 2.11 Оценка хроматографических свойств полученных сорбентов | 38 |
| 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ | 40 |
| 3.1 Элементный анализ комплексов РЗЭ (III) | 40 |
| 3.2 ИК-спектроскопия комплексов РЗЭ (III) | 40 |
| 3.3 Рентгеноспектральный анализ поверхности модифицированных сорбентов | 43 |
| 3.4 Термогравиметрический анализ комплексов РЗЭ (III) | 45 |
| 3.5 Определение удельной поверхности и пористости модифицированных сорбентов | 48 |
| 3.6 рН-метрия поверхности модифицированных сорбентов | 50 |
| 3.7 Определение хроматографической полярности модифицированных сорбентов | 52 |
| 3.8 Примеры применения полученных сорбентов для хроматографического разд | целения |
| модельных смесей органических соединений | 53 |

| 3.9 Применение сорбентов для анализа ЛОС, выделяемых инсектицидными препара | ратами 58 |
|---|-----------|
| выводы | 66 |
| СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ | 68 |
| ПРИЛОЖЕНИЕ А | 73 |
| ПРИЛОЖЕНИЕ Б | 74 |

введение

1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Состав и строение комплексов β-дикетонов с РЗЭ

| 1.2 Методы синтеза ацетилацетонатов и бензоилацетонатов металлов | | | | | | |
|--|--|--|--|--|--|--|
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| 100 A W | | | | | | |
| 1.3 Сорбенты. Модифицирование поверхности сорбентов | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

1.4 Общая характеристика и особенности анализа ФОП

1.4.1 Общая характеристика пестицидов

| 1.4.2 | Краткая харак | стеристика осно | овных методов | анализа пест | гицидов |
|-------|---------------|-----------------|---------------|--------------|---------|
| | | | | | |
| | | | | | |

1.4.3 Фосфорорганические пестициды (ФОП)

| | 2.1 Объекты исследования |
|-------|---|
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | 2.2 Синтез ацетилацетонатов и бензоилацетонатов лантана (III), церия (III), |
| иттеј | рбия (III), европия (III) |

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.

| 2.3 Модификация сорбентов г | полученными комплексами РЗЭ |
|-----------------------------|-----------------------------|
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| 2.4 Подготовка насадочных х | роматографических колонок |
| | |
| | |

2.5 Элементный анализ комплексов РЗЭ (III)

| 2.6 ИК-спектроскопия комплексов РЗЭ (III) |
|--|
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| 2.7 Рентгеноспектральный анализ поверхности модифицированных сорбентов |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |

| | 2.8 | Гермограв | виметр | ический | анализ к | омплекс | ов РЗЭ (Ш | (I) | |
|--------|------|-----------|---------|----------|----------|---------|-----------|----------|--------------|
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | 2.9 | Определа | ение з | улепьной | повену | ности и | пористо | сти моли | фицированных |
| сорбен | | | cime y | удсявной | поверх | nocih h | пористо | сти моди | фицированных |
| copoci | 1106 | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | 2.10 | рН-метри | ія пове | ерхности | модифиц | ированн | ых сорбен | тов | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |

2.11 Оценка хроматографических свойств полученных сорбентов

| 3.2 ИК-спектроскопия комплексов РЗЭ (III) |
|---|

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

3.1 Элементный анализ комплексов РЗЭ (III)

| 3.3 P | ентгеноспе | ктральный | анализ пов | ерхности м | одифициро | ванных сор | обентов |
|-------|------------|-----------|------------|------------|-----------|------------|---------|
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |

3.4 Термогравиметрический анализ комплексов РЗЭ (III)

| 3.5 | Определение | удельной | поверхности | и пористост | и модифицированных |
|-----------|-------------|----------|-------------|-------------|--------------------|
| сорбентов | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

3.6 рН-метрия поверхности модифицированных сорбентов

| 3.7 Определение хроматографической полярности модифицированных сорбен | тов |
|---|-----|
| от от применения подпримения подпримения сороси | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |

| | | хроматографического | разделения |
|---------------------------------|--|---------------------|------------|
| 3.8 Применен модельных смесей о | | хроматографического | разделения |
| | | хроматографического | разделения |
| | | хроматографического | разделения |
| | | хроматографического | разделения |

3.9 Применение сорбентов для анализа ЛОС, выделяемых инсектицидными препаратами

ВЫВОДЫ

- 1. **Получена** серия хроматографических сорбентов путём нанесения ацетилацетонатов и бензоилацетонатов РЗЭ (III) на носитель с заданными текстурными и физико-химическими характеристиками.
- 2. **Определен** состав синтезированных комплексов на основании данных элементного анализа, ИК-спектроскопии, термогравиметрии.

По результатам гравиметрического и элементного анализов состав полученных хелатов отвечает бругто-формулам $Ln(AA)_3*3H_2O$ и $Ln(BA)_3*2H_2O$.

Согласно данным термогравиметрического анализа комплексы РЗЭ (III) стабильны вплоть до температуры 180 °C, что определяет температурный порог применимости данных материалов в практике хроматографического анализа.

3. **Исследованы** физико-химические свойства полученных сорбентов с использованием современных методов и приборов.

Образцы обладают удельной поверхностью от 100 до 120 м²/г и являются мезопористыми. Для синтезированного в лабораторных условиях силикагеля и хелатсодержащих сорбентов наблюдается узкое распределение пор в интервале 5-20 нм.

4. Проведена оценка полярности полученных сорбентов.

Анализ полученных экспериментальных данных **выявил** общее увеличение полярности модифицированных комплексами сорбентов по сравнению с исходным. Наблюдается увеличение вклада ориентационного взаимодействия, образования водородных связей и донорно-акцепторного комплексообразования с молекулами сорбата в суммарную полярность сорбента, при этом вклад дисперсионного взаимодействия и π – комплексообразования изменяется мало.

Обнаружена большая полярность сорбентов с ацетилацетонатами, чем с бензоилацетонатами в соответствующих парах для каждого из представленных РЗЭ (III).

- 5. На полученных сорбентах **проведен** хроматографический анализ модельных смесей органических соединений: ароматические углеводороды (бензол и его замещенные производные); хлорпроизводные алканов; пределельные одноатомные спирты (этанол и гомологи).
- 6. Полученные сорбенты применяли для хроматографического анализа и сорбционного концентрирования летучих органических соединений, выделяемых инсектицидными препаратами.

В ходе исследования образцов инсектицидов обнаружены соединения, входящие в состав инсектицидов, но не указанные производителем на упаковке: смесь ароматических

углеводородов и спиртов; серосодержащие соединения; примеси исходных соединений, указывающие на недостаточную очистку действующих веществ.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Бочкарёв, Н. К. Органические производные редкоземельных элементов / Н. К. Бочкарёв, Г. С. Калинина. М.: Наука, 1989. С. 6-9.
- 2. Костромина, Н. А. Комплексонаты редкоземельных элементов.- М.: Наука, 1980.- 219 с.
- 3. Пешкова В.М. β-дикетоны / В.М. Пешкова, Н.В. Мельчакова.- М.: Наука, 1986.- 200 с.
- 4. Качмарек Ф. Введение в физику лазеров. Пер. с польск./ Перевод В. Д. Новикова; под ред. и с предисл. М. Ф. Бухенского. М.: Мир, 1980. 540 с.
- 5. Дятлова Н.М. Комплексоны и комплексонаты металлов / Н.М. Дятлова, В.Я. Темкина, К.И. Попов. М.: Химия, 1988. - 544 с.
- 6. Рябчиков Д. И. Аналитическая химия редкоземельных элементов и иттрия / Д. И. Рябчиков, В. А. Рябухин. М.: Наука, 1966. 328 с.
- 7. Деркачева Л. Д. Оптические квантовые генераторы на растворах редкоземельных хелатов / Л. Д. Деркачева, Г. В. Перегудов, А. И. Соколовская. М.: Успехи физических наук, 1967. T. 91. 14 с
- 8. Чудинов Э. Г. Координационные многогранники f-элементов в некоторых экстракционных системах. M: 1975. 18 с.
- 9. Рипан Р. Неорганическая химия. Химия металлов // Р. Рипан, И. Четяну. М.: Мир, 1972. Т. 2. 871 с.
- 10. Lynch, Cecil C. Acid dissocian constants in dioxane-water mixtures by potentiometric titration / Cecil C. Lynch, Victor K. La Mer // J. Am. Chem. Soc. 1938. v. 60. p. 1252-1259.
- 11. Young, Raiph C. Bis[Tris(2,4-Pentanediono)Titanium(IV)]Hexachlorotitanate(IV) / Raiph c. Young, Allen J. Vander Weyden, William E. Wheeler // Inorg. Synth. 1946. v. 2. p. 119-120.
- 12. Tolbert, Bert M. The spectra of the doubly charged positive ions of some p,p'-diaminotriphenylmethane dyes / Bert M. Tolbert, Gerald E. K. Branch // J. Am. Chem. Soc. 1947. v. 69. p. 1083-1091.
- 13. Stites, Joseph G. The rare Earth metals and their compounds. VIII. An improved method for the synthesis of some rare Earth acetylacetonates / Joseph G. Stites, C. N. McCarty, Laurence L. Quill // J. Am. Chem. Soc. -1948. -v. 70. -p. 3142-3143.
- 14. Fernelius, W. Conard. Preparation of metal derivatives of 1,3-diketones / W. Conard Fernelius, Burl E. Bryant // Inorg. Synth. 1957. v. 5. p. 105-113.
- 15. Van Uitert, LeCrand G. Studies on coordination compounds. IV. A comparison of the chelating tendencies of β -diketones / LeCrand G. Van Uitert, W. Conard Fernelius, Bodie E. Douglas // J. Am. Chem. Soc. 1953. v. 75. p. 2736-2738.

- 16. Hatch, Lewis F. Certan metal derivatives of 2,4-pentadione / Lewis F. Hatch, Gordon Sutherland // J. Org. Chem. 1948. v. 13. –p. 249-253.
- 17. Van Uitert, LeCrand G. Studies on coordination compounds. IV. A comparison of the chelating tendencies of β -diketones / LeCrand G. Van Uitert, W. Conard Fernelius, Bodie E. Douglas // J. Am. Chem. Soc. 1953. v. 75. p. 2736-2738.
- 18. Steinbach, J. F. Acetylacetone as analytical extraction agent / J. F. Steinbach, Henry Freiser //Anal. Chem. 1954. v. 26. p. 375-379.
- 19. Fernelius, W. Conard. Preparation of metal derivatives of 1,3-diketones / W. Conard Fernelius, Burl E. Bryant // Inorg. Synth. 1957. v. 5. p. 105-113.
- 20. Пат. 7 282 573 США, МПК С 07 F 5/00 (2006. 01). Process for making metal acetylacetonates / Council of Scientific and Industrial Research, Chaudhuri Mihir Kanti, Dehury Sanjay Kumar, Dhar Siddhartha Sancar, Bora Upasana, Choudary Boyapoti Manoranjan, Mannepalli Lakshmi Kantam. № 10/335 103; Заявл. 31. 12. 2002; Опубл. 16. 10. 2007; НПК 534/11. Англ.
- 21. Therald Moeller, William F. Ulrich. Observations on the rare earths—LXVII: Some observations on the absorption spectra of non-aqueous solutions of some acetylacetone chelates / Therald Moeller, William F. Ulrich // Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry. 1956. v. 2 p. 164-175.
- 22. Пат. 2027697 Российская Федерация С1 С07С49/92. Способ получения летучих ацетилацетонатов редкоземельных металлов / Борисов А.П., Махаев В.Д.; заявитель и патентообладатель Институт новых химических проблем РАН. опубл. 27.01.1995, Бюл. № 27. 2 с., 2 рис.
- 23. А. с. 943222 СССР М. Кл. С 07 С 49/14, С 01 F17/00 Способ получения возгоняющихся ацетилацетонатов редкоземельных элементов / Л. И. Мартыненко, И. А. Муравьева, Н. Г. Дзюбенко [и др.] (СССР). № 2924121/23-04; заявлено 26.03.80, опубл. 15.07.82, Бюл. № 26. 2 с.
- 24. Пат. 2191190 Российская Федерация С1 С 07 F5/00, С 07 С 49/92. Способ получения ацетилацетонатов редкоземельных элементов / Фролов В.Ю., Панюшкин В.Т., Зеленов В.И.; заявитель и патентообладатель Кубанский государственный университет.— опубл. 20.10.2002. 4 с., 2 рис.
- 25. Лисичкин Г.В. Химическое модифицирование поверхности минеральных веществ // Соросовский образовательный журнал.- 1996.- №4.- с. 52-59.
- 26. Мартыненко В.И.; Промоненков В.К.; Кукаленко С.С.; Володкович С.Д.; Каспаров В.А. Пестициды: Справочник. М.: Агропромиздат, 1992. 368 с.

- 27. Гугучкина, Т.И. Качество виноградного сырья и экологическая безопасность винодельческой продукции / Т.И. Гугучкина, Е.Н. Якименко, М.Г. Марковский [и др.] // Виноделие и виноградарство, 2009. №1. С. 5.
- 28. Грибанов Е.Н., Оскотская Э.Р., Саунина И.В. Хромато-масс-спектрометрическое определение пестицидов различных классов в растительных объектах //Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2017. Вып. №83(5) с. 5-8.
- 29. Anastassiades M., Lehotay S. J., Stajnbaher D., Schenck F. J.. Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticide residues in produce. // J. AOAC Int. 86, 2003. P. 412-416.
- 30. Lehotay S.J., Son K.A., Kwon H., Koesukwiwat U., Fu W., Mastovska K., Hoh E., Leepipatpiboon N. Comparison of QuEChERS sample preparation methods for the analysis of pesticide residues in fruits and vegetables // J. Chromatogr. A, 2010. V. 1217. P. 2548-2560.
- 31. Lesueur C., Knittl P., Gartner M., Mentler A., Fuerhacker M. Analysis of 140 pesticides from conventional farming foodstuff samples after extraction with the modified QuECheRS method // Food Contr., 2008. V. 19. P. 906-914.
- 32. Wilkowska A., Biziuk M. Determination of pesticide residues in food matrices using the QuEChERS methodology // Food Chem., 2011. V. 125. P. 803-812.
- 33. Nguyen T.D., Yu J.E., Lee D.M., Lee G.H. A multiresidue method for the determination of 107 pesticides in cabbage and radish using QuEChERS sample preparation method and gas chromatography mass spectrometry // Food Chem., 2008. V.110. P. 207-213.
- 34. Koesukwiwat U, Sanguankaew K, Leepipatpiboon N. Rapid determination of phenoxy acid residues in rice by modified QuEChERS extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry // Anal. Chim. Acta, 2008. V. 626. P. 10-20.
- 35. Koesukwiwat U., Lehotaya S. J., Miao S., Leepipatpiboon N. High throughput analysis of 150 pesticides in fruits and vegetables using QuEChERS and low-pressure gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry // J. Chromatogr. A, 2010. V.1217. P. 6692-6703.
- 36. Koesukwiwat U., Lehotay S.J., Mastovska K., Dorweiler K.J., Leepipatpiboon N. Extension of the QuEChERS method for pesticide residues in cereals to flaxseeds, peanuts, and doughs // J. Agric. Food Chem., 2010. V.58. P. 5950-5958.
- 37. Amadeo R. Fernandez-Alba, Juan F. Garcia-Reyes Large-scale multi-residue methods for pesticides and their degradation products in food by advanced LC-MS // Tr. Anal. Chem., 2008. V. 27. P. 973-990.
- 38. Soler C., Pico Y. Recent trends in liquid chromatography-tandem mass spectrometry to determine pesticides and their metabolites in food // Tr. Anal. Chem., 2007. V. 26. P.103-115.

- 39. Thurman E. M., Ferrer I., Fernandez-Alba A. R. Matching unknown empirical formulas to chemical structure using LC-MS TOF accurate mass and database searching: example of unknown pesticides on tomato skins // J. Chromatogr. A., 2005. V.1067. P.127-134.
- 40. Mezcua M., Malato O., Garcia-Reyes J. F., Molina-Diaz A., Fernandez-Alba A. R. Accurate-Mass Databases for Comprehensive Screening of Pesticide Residues in Food by Fast Liquid Chromatography Time-of-Flight Mass Spectrometry // Anal. Chem., 2009. V.81. P. 913-929.
- 41. Ferrer I., Thurman E. M., Fernandez-Alba A. R. Quantitation and Accurate Mass Analysis of Pesticides in Vegetables by LC/TOF-MS // Anal. Chem., 2005. V.77. P. 818-2825.
- 42. Lacina O., Urbanova J., Poustka J., Hajslova J. Identification/quantification of multiple pesticide residues in food plants by ultra—high—performance liquid chromatography-time-of-flight mass spectrometry // J. Chromatogr. A., 2010. V. 1217. P. 648-659.
- 43. Попов С.Я. Основы химической защиты растений. Попов С.Я., Дорожкина Л.А., Калинин В.А./ Под ред. профессора С.Я Попова. М.: Арт-Лион, 2003. 208 с.
- 44. Зинченко В.А. Химическая защита растений: средства, технология и экологическая безопасность. М.: Колос С, 2005. 232 с.
- 45. Лазарев Н.В. Вредные вещества в промышленности. Справочник для химиков, инженеров и врачей. Том III. Неорганические и элементоорганические соединения. Под ред. проф. Н.В.Лазарева и И.Д.Гадаскиной. Л.: «Химия», 1977.—608 с.
- 46. Шрадер Г. Новые фосфорорганические инсектициды/Перевод с немецкого А. Г. Зенькевич, канд. хим. наук Я. А. Мандельваума, канд. хим. наук К. Д. Швецовой-Шиловской, Под редакцией доктора хим. маук, проф. Н. Н. Мельникова М.: МИР, 1965.
- 47. Зинченко В.А. Химическая защита растений: средства, технология и экологическая безопасность. М.: Колос С, 2005. 232 с.; Попов С.Я. Основы химической защиты растений. Попов С.Я., Дорожкина Л.А., Калинин В.А./ Под ред. профессора С.Я Попова. М.: Арт-Лион, 2003. 208 с.
- 48. Мельников Н.Н. Пестициды. Химия, технология и применение. М.: Химия, 1987. 712 c.
- 49. Груздев Г.С. Химическая защита растений. Под редакцией Г.С. Груздева 3-е изд., перераб. и доп. М.: Агропромиздат, 1987. 415 с.: ил.
- 50. Прянишников Н. Д. Практикум по органической химии / под ред. А. Е. Успенского. М.: ГХИ, 1956. 244 с.
- 51. Фаустова Ж. В. Хроматографические исследования сорбентов, модифицированных ацетилацетонатами и бензоилацетонатами РЗЭ / Ж. В. Фаустова, Ю. Г. Слижов, М. А. Гавриленко. Вестник ТГУ. Химия. 2016 № 2. с. 45–53.

- 52. Фиалко М. В. Неизотермическая кинетика в термическом анализе / М. В. Фиалко. Томск: Изд-во Томск. Ун-та, 1980.
- 53. Вигдергауз М. С. Расчеты в газовой хроматографии. М.: Мир, 1978. 248 с.
- 54. Царев Н.И., Царев В.И., Катраков И.Б. Практическая газовая хроматография/ Н.И. Царев, В.И. Царев, И.Б. Катраков. Барнаул, 2000. С. 17-18.
- 55. Беллами Л. Инфракрасные спектры сложных молекул: пер. с англ. / В. М. Акимова,
- Ю. А. Пентина, Э. Г. Тетерина; под ред. канд. хим. наук Ю. А. Пентиной. М.: Изд-во иностранной лит-ры, 1963. 591 с.
- 56. Ширяева Р. Н. Исследование структуры органических молекул методами электронной и инфракрасной спектроскопии: учеб. пособие / Р. Н. Ширяева, Э. Р. Валинурова, Л. Б. Резник; под ред. проф. Ф. Х. Кудашевой. Уфа: РИЦ БашГУ, 2008. 80 с.
- 57. Накамото К. Инфракрасные спектры неорганических и координационных соединений : пер. с англ. / канд. хим. наук А.И. Григорьева, канд. физ.-мат. Наук Э. Г. Тетерина; под ред. доктора хим. наук Ю. А. Пентиной. М.: Изд-во «МИР», 1966. 411 с.
- 58. Казицына Л. А., Куплетская Н. Б. Применение УФ-, ИК-, ЯМР- и масс-спектроскопии в органической химии/ Л. А. Казицына, Н. Б. Куплетская. М.:Изд-во Моск. ун-та, 1979. 240 с., ил.
- 59. Грэг, С. Адсорбция, удельная поверхность, пористость / С. Грэг, К. Синг. М.: Мир, 1984. 306 с.
- 60. Попова Л.М. Химические средства защиты растений. Учебное пособие. СПбГТУРП. СПб., 2009. 96 с.



| (/index.php/ru/) | (/index.php/en/ |
|------------------|-----------------|
| | |

| Введите текст: | | | | | |
|---|------------------|--|----------------------------------|------------|----------------------------|
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| или загрузите файл: | | | | | |
| Файл не выбран | | | | В | ыбрать файл |
| Укажите год публикации: | 2020 ▼ | | | | |
| Выберите коллекци | | | | | |
| Bce | | | | | |
| Рефераты | | Википедия | Российские журналы | | |
| Авторефераты | | Российские конференции | Энциклопедии | | |
| Иностранные конфере | нции | Иностранные журналы | Англоязычная википедия | | |
| PubMed | | | | A | нализировать |
| | | | | | |
| Проверить по расшире | енному списк | у коллекций системы Руконте | кст (http://text.rucont.ru/like) | | |
| | | | | | |
| Обработан файл: Селезнева маг.диплом.doc | : . | | | | |
| Год публикации: 202 | 0. | | | | |
| Оценка оригинальн | ности доку | мента - 99.13% | | | 0.87% |
| - | _ | заимствований - 0.0% | | | |
| Процент некоррект | | | • | | |
| Просмотр заимств | ований в д | окументе | | 99 | 13% |
| Время выполнения: 40 с. | | | | | |
| Документы из базы | | | | | |
| Источники заимствования | | | | В списке | Источники Заимствования |
| | | | | литературы | |
| 1. Определение ос | таточных | <u>количеств пестицидов і высокого разрешения </u> | в винограде и томатах | | |
| (http://cyberleninka. | ru/article/n | <u>/opredelenie-ostatochn</u> y | h-kolichestv-pestitsidov- | | |
| | | <u>m-mass-spektrometrii-vy</u> михайлович, амелин васи | | | |
| Год публикации: 2015 | . Тип публикац | ции: статья научного журнала. | | _ | 0.87% |
| | | <u>enie-ostatochnyh-kolichestv-pesti</u> - <u>vysokogo-razresheniya</u> | tsidov-v-vinograde-i- | | |
| (http://cyberleninka.ru/a | article/n/oprede | lenie-ostatochnyh-kolichestv-pest | itsidov-v-vinograde-i- | | |
| tomatah-metodom-mas Показать заимствован | | <u>-vysokogo-razresheniya)</u> | | | |
| | | | | | Дополнительно |
| Значимые оригинальные с | фрагменты | | | | |

like.exactus.ru/index.php/ru/?controller=process&view=report

Библиографические ссылки

Искать в Интернете

© 2015 2020 Институт системного анализа Российской академии наук (http://www.isa.ru/index.php?lang=ru)