

**O‘ZBEKISTON MILLIY UNIVERSITETI  
HUZURIDAGI ILMIY DARAJALAR BERUVCHI  
DSc.03/30.12.2019.K.01.03 RAQAMLI ILMIY KENGASH**

---

**O‘ZBEKISTON MILLIY UNIVERSITETI**

**MEYLIYEVA MUNISXON NORMUMINOVNA**

**OQAVA VA TABIIY SUVLAR TARKIBIDA NEFT  
MAHSULOTLARINI ANIQLASHNING GAZ-XROMATOGRAFIK  
USULINI TAKOMILLASHTIRISH**

**02.00.02 – Analitik kimyo**

**KIMYO FANLARI BO‘YICHA FALSAFA DOKTORI (PhD)  
DISSERTATSIYASI AVTOREFERATI**

**Toshkent – 2024**

**Kimyo fanlari bo'yicha falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi avtoreferati  
mundarijasi**

**Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD) по  
химическим наукам**

**Contents of dissertation abstract of doctor of philosophy (PhD) on chemical  
Sciences**

**Meyliyeva Munisxon Normuminovna**

Оqava va tabiiy suvlar tarkibida neft mahsulotlarini aniqlashning gaz-xromatografik usulini takomillashtirish..... 5

**Мейлиева Мунисхон Нормуминовна**

Усовершенствование газохроматографического метода определения нефтепродуктов в сточных и природных водах..... 21

**Meylieva Muniskhon Normuminovna**

Improvement of the gas chromatographic method for determining petroleum products in waste and natural waters..... 40

**E'lon qilingan ishlar ro'yxati**

Список опубликованных работ

List of published works..... 44

**O‘ZBEKISTON MILLIY UNIVERSITETI**  
**HUZURIDAGI ILMIY DARAJALAR BERUVCHI**  
**DSc.03/30.12.2019.K.01.03 RAQAMLI ILMIY KENGASH**

---

**O‘ZBEKISTON MILLIY UNIVERSITETI**

**MEYLIYEVA MUNISXON NORMUMINOVNA**

**OQAVA VA TABIIY SUVLAR TARKIBIDA NEFT**  
**MAHSULOTLARINI ANIQLASHNING GAZ-XROMATOGRAFIK**  
**USULINI TAKOMILLASHTIRISH**

**02.00.02 – Analitik kimyo**

**KIMYO FANLARI BO‘YICHA FALSAFA DOKTORI (PhD)**  
**DISSERTATSIYASI AVTOREFERATI**

**Toshkent – 2024**

**Kimyo fanlari bo'yicha falsafa doktori (PhD) dissertatsiya mavzusi O'zbekiston Respublikasi Oliy ta'lim, fan va innovatsiyalar vazirligi huzuridagi Oliy attestatsiya komissiyasida B2024.2.PhD/K754 raqam bilan ro'yxatga olingan.**

Dissertatsiya Geologiya fanlari universiteti, "Gidrogeologiya va injenerlik geologiyasi instituti" davlat muassasasida bajarilgan.

Dissertatsiya avtoreferati uch tilda (o'zbek, rus va ingliz (rezyume)) Ilmiy kengashning veb-sahifasida (ik-kimyo.nuu.uz) va "ZiyoNET" Axborot-ta'lim portalida (www.ziynet.uz) joylashtirilgan.

**Ilmiy rahbar:**

**Smanova Zulayxo Asanaliyevna**  
kimyo fanlari doktori, professor

**Rasmiy opponentlar:**

**Abduraxmonov Ergashboy**  
kimyo fanlari doktori, professor

**Ziyavitdinov Jamolitdin Fazlitdinovich**  
kimyo fanlari doktori, professor

**Yetakchi tashkilot:**

**Toshkent farmatsevtika instituti**

Dissertatsiya himoyasi O'zbekiston Milliy universiteti huzuridagi DSc.03/30.12.2019.K.01.03 raqamli Ilmiy kengashning 2024-yil 23-noyabr soat 09:00 dagi majlisida bo'lib o'tadi. (Manzil: 100174, Toshkent sh, Universitet ko'chasi, 4-uy. Tel.: (+99871)246-07-88; (99871) 227-12-24, faks: (+99871) 246-53-21; (+99871) 246-02-24 e-mail: ilmiy\_kengash@nuu.ru).

Dissertatsiya bilan O'zbekiston Milliy universitetining Axborot-resurs markazida tanishish mumkin (115-raqami bilan ro'yxatga olingan). (Manzil: 100174, Toshkent sh, Universitet ko'chasi, 4-uy. Tel.: (+99871)246-07-88; (99871) 227-12-24, faks: (+99871) 246-53-21; (+99871) 246-02-24.

Dissertatsiyaning avtoreferati 2024-yil 6-noyabrda tarqatildi.  
(2024-yil 5-noyabrdagi 28-raqamli reyestr bayonnomasi).

**Sh.Sh. Daminova**

Ilmiy darajalar beruvchi ilmiy  
kengash rais o'rinbosari k.f.d., prof.

**N.X. Qutlimuratova**

Ilmiy darajalar beruvchi ilmiy  
kengash ilmiy kotibi k.f.d., prof.

**B.N. Babayev**

Ilmiy darajalar beruvchi ilmiy  
kengash qoshidagi ilmiy seminar  
raisi k.f.d., prof.

## **KIRISH (falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi annotatsiyasi)**

**Dissertatsiya mavzusining dolzarbligi va talabgorligi.** Dunyoda yengil va og'ir sanoat tarmoqlarini jadal rivojlanishi, uglevodorodlarni qidirib topish, resurslarini oshirish, samarali qazib olish va qayta ishlashga bo'lgan ehtiyojni kun sayin oshib borishiga sabab bo'lmoqda. Uglevodorodlarni qazib olish va qayta ishlash jarayonlarida neft mahsulotlarini atrof-muhit, jumladan suv resurslari va tuproqlarni ifloslanishiga ko'rsatayotgan ta'siri turli geoeologik muammolarni keltirib chiqarmoqda. Mazkur muammolarni yechimida, ayniqsa suv resurslari va tuproqlardagi neft mahsulotlari miqdorini samarali aniqlashda qo'llaniladigan aniqligi yuqori, selektiv, tezkor va arzon tahlil usullarini ishlab chiqish, takomillashtirish amaliy ahamiyat kasb etadi.

Jahon miqyosida soha olimlari tomonidan suv resurslari va tuproqlarni neft mahsulotlari bilan ifloslanishini baholash hamda ular tarkibida neft mahsulotlari miqdorini aniqlash bo'yicha keng ko'lamlil ilmiy-tadqiqotlar amalga oshirilmoqda. Jumladan, geoeologik muhitni ifloslanish o'choqlarini aniqlash va o'z vaqtida tegishli tezkor qarorlar qabul qilishda gaz-xromatografiyasida suyuq fazadan neft mahsulotlarini ajratib olish uchun organik erituvchi tanlash, hamda elyuatni qutbli birikmalardan tozalash muhim ilmiy ahamiyatga ega. Ushbu tadqiqotlar natijalari, o'z navbatida, suv resurslari va tuproqlarni ifloslanishini baholash va ularni muhofazalash hamda oqilona foydalanish bo'yicha muayyan chora-tadbirlarni amalga oshirishga imkon yaratadi.

Mamlakatimizda strategik ahamiyatga ega bo'lgan suv resurslari, tuproqlarni ifloslanishdan muhofazalash va ulardan oqilona, maqsadli foydalanish uchun tadqiq qilishda tarkibidan neft mahsulotlarini ajratib olish va ularni miqdoriy kimyoviy tahlil qilishning "gibrid" usullarini yaratishga alohida e'tibor qaratilmoqda, hamda ushbu yo'nalishlarda muayyan natijalarga erishilgan. 2022-2026-yillarga mo'ljallangan Yangi O'zbekistonning taraqqiyot strategiyasida "suv zaxiralaridan oqilona va samarali foydalanish; ekologik talablarga javob bermaydigan maishiy chiqindi poligonlarining atrof-muhitga salbiy ta'sirini kamaytirish"<sup>1</sup> vazifalari belgilab berilgan. Respublikamizda atrof-muhit obyektlarini ifloslanish manbalaridan biri hisoblangan neft-kimyosanoatining chiqindi suvlari tarkibidagi neft mahsulotlarini aniqlashning zamonaviy, yana-da ishonchli, tezkor va arzon usullarini ishlab chiqish muhim ahamiyatga ega.

O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2022-yil 28-yanvardagi "2022-2026-yillarga mo'ljallangan Yangi O'zbekistonning taraqqiyot strategiyasi to'g'risida"gi PF-60-son Farmoni, O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2019-yil 30-oktyabrdagi "2030-yilgacha bo'lgan davrda O'zbekiston Respublikasi atrof-muhitni muhofaza qilish konsepsiyasini tasdiqlash to'g'risida"gi PF-5863-son Farmoni, O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2018-yil 25-oktyabrdagi "O'zbekiston Respublikasi kimyosanoatini rivojlantirishni yana-da takomillashtirish chora-tadbirlari to'g'risida"gi PQ-3983-son Qarorida hamda mazkur faoliyatga tegishli boshqa me'yoriy-huquqiy hujjatlarda belgilangan vazifalarni amalga oshirishda ushbu dissertatsiya tadqiqoti muayyan darajada xizmat qiladi.

<sup>1</sup>O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2022-yil 28-yanvardagi PF-60-son "Yangi O'zbekistonning taraqqiyot strategiyasi" to'g'risidagi Farmoni

**Tadqiqotning Respublika fan va texnologiyalari rivojlanishining ustuvor yo‘nalishlariga mosligi.** Mazkur dissertatsiya ishi respublika fan va texnologiyalar rivojlanishining VII “Kimyo texnologiyalari va nanotexnologiyalar” ustuvor yo‘nalishlariga muvofiq bajarilgan.

**Muammoning o‘rganilganlik darajasi.** Hozirgi vaqtda fanda suv resurslari tarkibida neft mahsulotlarini miqdoriy aniqlashning ko‘plab usullari mavjud. Dunyoning yetakchi ilmiy markazlarida suyuq fazada neft mahsulotlarini aniqlash bo‘yicha kimyoviy tahlillar asosan spektrometriya va xromatografiya usullari orqali bajariladi. Bu yo‘nalishda xorijlik olimlardan R.J. Van Delft, A.G. Snijders, M.A. Ruyken, Z. Vang, M. Fingas, Xyuz Fil, O.M. Gridin, Yu.V. Semenov, V.V. Morozov, I.I. Kosolapov, V.Ye. Kotova, M. Ozeriskiy, A.Ye. Gorevoy, D.K. Mitin, M.V. Vashurina, A.L. Xramsova, Yu.O. Rusakova, Yu.V. Vasilyev va G.I. Shamsiaxmetovalar faoliyat olib borishgan.

Respublikamizda H.M. Abdullayev, T.X. Shoymuratov, N.M. Akramova, J.F. Ziyavitdinov, Z.A. Smanova, X.M. Bobakulov, X.F. Xudoyberdiyev va boshqalar tomonidan suv resurslari tarkibida neft mahsulotlari miqdorini gaz-xromatografik usuli yordamida aniqlash bo‘yicha ilmiy izlanishlar olib borilgan. Shunga qaramay, analitik tahlil usullarining rivojlanishi bilan atrof-muhit obyektlarida neft mahsulotlarini aniqlashning sezgirliги va selektivligini oshirish talablari tobora ortib bormoqda, bu esa yangi zamonaviy yondashuvlarni qo‘llashni talab etadi. Lekin bugungi kunga qadar suyuq fazadan ajratib olingan neft mahsulotlarining fraksiya tarkibi (identifikatsiya) batafsil o‘rganilmagan.

**Dissertatsiya mavzusi dissertatsiya bajarilgan muassasaning ilmiy-tadqiqot ishlari bilan bog‘liqligi.** Dissertatsiya ishi Geologiya fanlari universiteti, Hidrogeologiya va injenerlik geologiyasi institutining ilmiy-tadqiqot ishlari rejasiga muvofiq №471 “O‘zbekistondagi neft va gaz konlarining qatlam suvlarida qimmatbaho metallar va nodir yer elementlarining tarqalishini o‘rganish va baholash” mavzusidagi byudjet loyiha va “Farg‘ona viloyati neftni qayta ishlash hududi va Toshloq uchastkasi yer osti suvlarini neft mahsulotlari bilan ifloslanishini batafsil o‘rganish” mavzusidagi shartnoma ishlari doirasida bajarilgan.

**Tadqiqotning maqsadi.** Oqava va tabiiy suvlar tarkibida neft mahsulotlarini aniqlashning gaz-xromatografik usulini takomillashtirishdan iborat.

**Tadqiqotning vazifalari.**

- suyuq fazada organik erituvchi yordamida neft mahsulotlarini maksimal ajratib olish uchun optimal sharoitlarini tanlash (harorat, vaqt va muhitning ekstraksiyaga bog‘liqligi);

- suyuq fazada organik erituvchi yordamida neft mahsulotlarini maksimal ajratib olish imkonini beradigan organik erituvchi tanlash hamda ajratib olingan elyuatni silikagel yordamida qutbli birikmalardan tozalash uchun “xromatografik mikrokolonka” yordamida usulni takomillashtirish;

- neft mahsulotlarini mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografik usuli yordamida fraksiyalarini ajratish va alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografiya usuli yordamida neft mahsulotlari miqdorini aniqlash chegaralarining qiymatlarini belgilash;

- real obyektlarda neft mahsulotlari miqdori va fraksiya tarkibini aniqlashda gaz-xromatografik tahlil sxemasini ishlab chiqish;

- real obyektlarda neft mahsulotlari miqdori va fraksiya tarkibini aniqlashda yangi takomillashtirilgan gaz-xromatografiya usulini sinovdan o'tkazish;

- takomillashtirilgan analitik usulni boshqa standart usullar yordamida tekshirish, verifikatsiya va validatsiyalash.

**Tadqiqotning obyekti** – tarkibida neft mahsulotlari mavjud bo'lgan sun'iy aralashmalar, real obyektlardan olingan oqava va tabiiy suvlar namunalari.

**Tadqiqotning predmeti** – neft mahsulotlari, geksan, xloroform organik erituvchilari, silikagel, alyuminiy oksid va natriy sulfat tuzlari.

**Tadqiqotning usullari.** Gravimetriya, fluorimetriya, IK-spektroskopiyasi, fotometriya, gaz-xromatografiya, elektrokimyoviy usullar va matematik statistika hisoblash usullari.

**Tadqiqotning ilmiy yangiligi quyidagilardan iborat:**

- suv obyektlarining tipiga (yer osti va yer usti, oqava, ichimlik suvlari) va suyuq fazada neft mahsulotlarining konsentratsiyasiga ( $>0.02 \text{ mg/dm}^3$ ) bog'liq bo'lmagan holda ulardan neft mahsulotlari fraksiyalari va miqdorini maksimal ajratib olishning optimal sharoitlari: organik erituvchi - xloroform,  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  haroratda, 5-8 daqiqada, muhit  $\text{pH} \geq 2$ ga tengligi aniqlangan.

- suyuq fazada umumiy neft mahsulotlari fraksiyalari va miqdorini maksimal ajratib olishda yangi mahalliyashtirilgan "xromatografik mikrokolonka" taklif etildi;

- tanlangan organik erituvchi va namuna tayyorlash sharoitida, suv resurslaridan xromatografik mikrokolonka usuli yordamida neft mahsulotlarini ajratib olish hamda sifat (identifikatsiya) va miqdoriy tahlil qilishda ekspress mass-spektrometrik va alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografiya usuli takomillashtirilgan;

- takomillashtirilgan mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografik usuli yordamida, ilk bor real obyektlarda mavjud kuzatuv burg'i quduqlari va oqava suv namunalari tarkibidagi neft mahsulotlari fraksiyalari identifikatsiya qilingan;

- takomillashtirilgan usul yordamida sun'iy namunalar tahlil qilinib, mavjud standart gravimetrik, fluorimetrik va IQ-spektroskopiyasi usullari bilan solishtirilganda nisbiy standart chetlanish 0,048 dan oshmasligi isbotlangan.

**Tadqiqotning amaliy natijalari** quyidagilardan iborat:

- takomillashtirilgan xromatografik mikrokolonka usulidan foydalangan holda suv resurslaridan neft mahsulotlarini maksimal ajratib olish va quyi aniqlash chegarasi  $0,02 \text{ mg/dm}^3$  gacha aniqlash imkoniyati yaratilgan;

- takomillashtirilgan gibrid alanga-ionizatsion, mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografiya usulini qo'llash orqali neft sanoatining tabiiy va chiqindi suvlari tarkibidagi neft mahsulotlarini bir vaqtning o'zida fraksiyaga ajratib miqdoriy tahlil qilishga erishilgan.

**Tadqiqot natijalarining ishonchliligi.** Fizik-kimyoviy hamda gibrid, sezgir va selektiv gaz-xromatografiya kabi zamonaviy usullar yordamida muayyan natijalar olinganligi bilan, shuningdek, takomillashtirilgan usul mahalliy va xalqaro reyestrda ro'yxatdan o'tgan O'z O'U 0691-2015, Dav St 118.3897485.13-92 va Dav St 14.1:2.116-97 standartlar bilan solishtirish yordamida asoslangan.

**Tadqiqot natijalarining ilmiy va amaliy ahamiyati.** Tadqiqot natijalarining ilmiy ahamiyati suyuq fazada neft mahsulotlarini organik erituvchi yordamida

xromatografik mikrokolonka usulida ajratib olishning optimal sharoitlari tanlangan va ular asosida bir vaqtning o'zida neft mahsulotlari fraksiyalarini identifikatsiya qilish va miqdorini aniqlash imkonini beradigan gibril alanga-ionizatsion, mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografiya usuli takomillashtirilganligi bilan izohlanadi.

Tadqiqot natijalarining amaliy ahamiyati suv resurslarida neft mahsulotlarini aniqlashda takomillashtirilgan gaz-xromatografik usuli yer osti suvlarini hamda uglevodorodlarni qazib olish va qayta ishlash sanoatida oqava va qatlam suvlarini samarali tahlil qilgan holda gidrogeologik, geoekologik muhitni baholash, shuningdek, ekologik muammolarni hal etishda xizmat qiladi.

**Tadqiqot natijalarining joriy qilinishi.** Oqava va tabiiy suvlar tarkibida neft mahsulotlarini aniqlashning gaz-xromatografik usulini takomillashtirish natijalari asosida: namuna tayyorlashning optimal (neft mahsulotlari fraksiyalarini maksimal ajratib olish uchun organik erituvchi – xloroform, ekstraksiya qilish harorati - 20 °C va ekstraksiya vaqti 5-8 daqiqa, suv muhiti  $\text{pH} \geq 2$ ) usuli yordamida tayyorlangan oqava, yer osti va qatlam suvlari namunalari Farg'ona gidrogeologiya stansiyasi va Neft va gaz konlari geologiyasi hamda qidiruvi instituti laboratoriyalarida qo'llanilgan (Tog'-kon sanoati va geologiya vazirligining 2024-yil 2-iyuldagi 08-2330-sonli ma'lumotnomasi). Natijada, suv resurslaridan neft mahsulotlarini ajratib olishda maqbul organik erituvchini tanlash, ekstraksiya jarayonini sezilarli darajada tezlashtirish va eiyuatni sifatli tozalash imkonini bergan.

Suyuq fazada neft mahsulotlarini organik erituvchi yordamida xromatografik mikrokolonka usulida aniqlashning takomillashtirilgan gaz-xromatografik usuli Neft va gaz konlari geologiyasi hamda qidiruvi instituti va Farg'ona gidrogeologiya stansiyasi faoliyatiga joriy qilingan (Tog'-kon sanoati va geologiya vazirligining 2024-yil 2-iyuldagi 08-2330-sonli ma'lumotnomasi). Natijada, suv resurslarida neft mahsulotlarining konsentratsiyasiga ( $>0.02 \text{ mg/dm}^3$ ) bog'liq bo'lmagan holda ulardan neft mahsulotlari fraksiyalarini samarali ajratish va miqdorini aniqlashga imkon yaratgan.

**Tadqiqot natijalarining aprobatsiyasi.** Mazkur tadqiqotning natijalari 7 ta jumladan, 3 ta xalqaro va 4 ta respublika ilmiy-amaliy anjumanlarida ma'ruza qilingan va muhokamadan o'tgan.

**Tadqiqot natijalarining e'lon qilinganligi.** Dissertatsiya mavzusi bo'yicha jami 11 ta ilmiy ish chop etilgan, O'zbekiston Respublikasi Oliy attestatsiya komissiyasining falsafa doktori (PhD) dissertatsiyalari asosiy ilmiy natijalarini chop etish tavsiya etilgan nashrlarida 4 ta, jumladan, 3 ta respublika va 1 ta xalqaro jurnallarda nashr etilgan.

**Dissertatsiyaning tuzilishi va hajmi.** Dissertatsiya tarkibi kirish, beshta bob, xulosa, foydalanilgan adabiyotlar ro'yxati va ilovalardan iborat. Dissertatsiyaning hajmi 130 betni tashkil etadi.

## DISSERTATSIYANING ASOSIY MAZMUNI

Dissertatsiyaning “**Kirish**” qismida tadqiqot ishining dolzarbligi va zarurati, maqsad va vazifalari asoslab berilgan, tadqiqot obyekti va predmeti aniqlangan, tadqiqotning Respublika fan va texnologiyalari rivojlantirishning ustuvor yo‘nalishlariga muvofiqligi ko‘rsatilgan. Dissertatsiya ishining ilmiy yangiligi va amaliy natijalari bayon qilingan, olingan natijalar ishonchligi asoslangan, nazariy va amaliy ahamiyati ochib berilgan, tadqiqot natijalarini amaliyotga tatbiq etish istiqbollari bo‘yicha xulosa qilingan hamda nashr etilgan ishlar va dissertatsiya tuzilishi haqida ma‘lumot keltirilgan.

Dissertatsiyaning “**Muammoni respublika va xorijda o‘rganilish darajasini baholash (Adabiyotlar sharhi)**” nomli birinchi bobida adabiyotlarda keltirilgan ma‘lumotlarni tahlil qilish asosida gidrosferaning neft mahsulotlari bilan ifloslanish omillari, neft mahsulotlarining flora, fauna va inson organizmiga ta‘siri, toksikologik xususiyatlari, uglevodorodlarning tarkibiy qismlari, fizik-kimyoviy xossalari va ularning atrof-muhit obyektlari bilan o‘zaro bog‘liqligi, uglevodorodlarning atrof-muhit obyektlarida ruxsat etilgan me‘yorlari, tabiiy va oqava suvlardan neft mahsulotlarini ajratib olish hamda miqdoriy tahlil qilishning zamonaviy standart usullari o‘rganib chiqilgan. Adabiyot ma‘lumotlarini tahlil qilish shuni ko‘rsatadiki, suyuq fazada neft mahsulotlarini ajratib olish hamda miqdoriy va fraksiya tarkibini aniqlashning yangi usullarini ishlab chiqish, shuningdek, ularni amaliyotga tatbiq etish tahlil jarayonini sezilarli darajada tezlashtiradi va tahlil natijalarini ishonchliligini oshiradi.

Dissertatsiya ishining “**Tadqiqot materiallari, obyektlari va jihozlari**” nomli ikkinchi bobida, tadqiqot davomida qo‘llanilgan asbob-uskunalar, jihozlar, kimyoviy moddalar, xalqaro standart namunalar, neft mahsulotlarining asosiy va ishchi eritmalarini tayyorlash usullari, suv resurslaridan namunalar olish qoidalari haqida ma‘lumotlar keltirilgan.

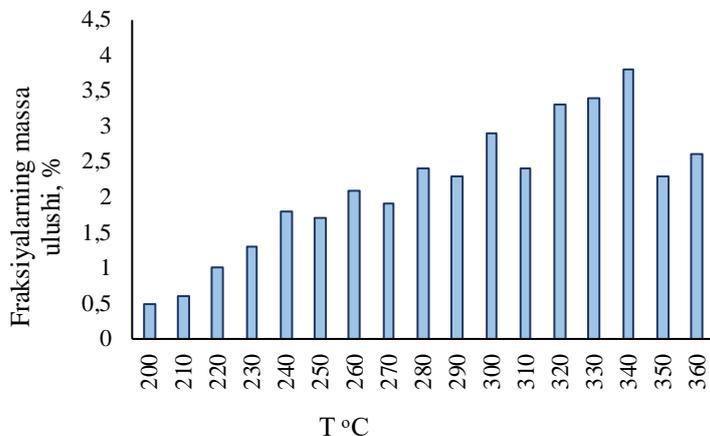
“**Suv resurslarida neft mahsulotlarini aniqlashning alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografiya usulini takomillashtirish bosqichlari**” nomli uchunchi bobida, suyuq fazadan organik erituvchi yordamida xromatografik mikrokolonka usulida neft mahsulotlari (qutbsiz va past qutbli uglevodorodlar, C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>) fraksiya tarkibi va miqdorini maksimal ajratib olishning optimal sharoitlari: organik erituvchi tanlash, ekstraksiya harorati va vaqti, suyuq faza muhiti o‘rganilgan.

Ilmiy tadqiqot uchun birinchi navbatda olingan neft mahsulotining kimyoviy tarkibi aniqlangan.

Neft mahsuloti tarkibida suv miqdori DavSt 2477-2014 asosida bajarilgan.

$$W = V_{H_2O} * 100/m_H = 0,08 * 100/99,54 = 0,08\%$$

Izlanishimiz davomida o‘rganilayotgan neft mahsuloti tarkibida 0,08 % suv borligi aniqlandi. Keyingi bosqichda neft mahsulotlari fraksiyalari aniqlandi. Neft mahsulotlari har 10°C haroratda qizdirilganda hosil bo‘lgan uglevodorod fraksiyalari aniqlandi. Tahlil DavSt 11011-85 asosida bajarildi. 1-rasmdan ko‘rish mumkinki, harorat har 10 °C ga oshganda neft mahsulotlari fraksiyalari massa ulushi ortib borgan.



**1-rasm.** Uglevodorodlarning har 10 °Cda hosil bo'lgan alohida fraksiyalari foizi keltirilgan.

Tanlangan organik erituvchilarni me'yoriy hujjatlarida ko'rsatilgan tozalik darajasiga mosligi tekshirildi. Olingan natijalar 1-jadvalda keltirilgan.

**1-jadval.**

Organik erituvchilarning mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografik tahlil natijalari

No t/r	Chiqish vaqti, min	Mahsulot nomi	Mahsulot miqdori, %	Qaynash harorati, °C	Quality (muvofiq ligi), %	Cas-No
1	0.840	Pentan	94.20	36,1	84	000109-66-0
2	0.937	Geksan	99.14	68,7	80	000110-54-3
3	0.938	Izogeksan	91.30	60,0	81	000107-83-5
4	1.092	Uglerod to'rt xlorid	96.27	76,72	90	000056-23-5
5	1.123	Petroleyn efir	88.47	70,0	92	008032-32-4
6	1.365	Xloroform	99.75	61,2	96	000067-66-3

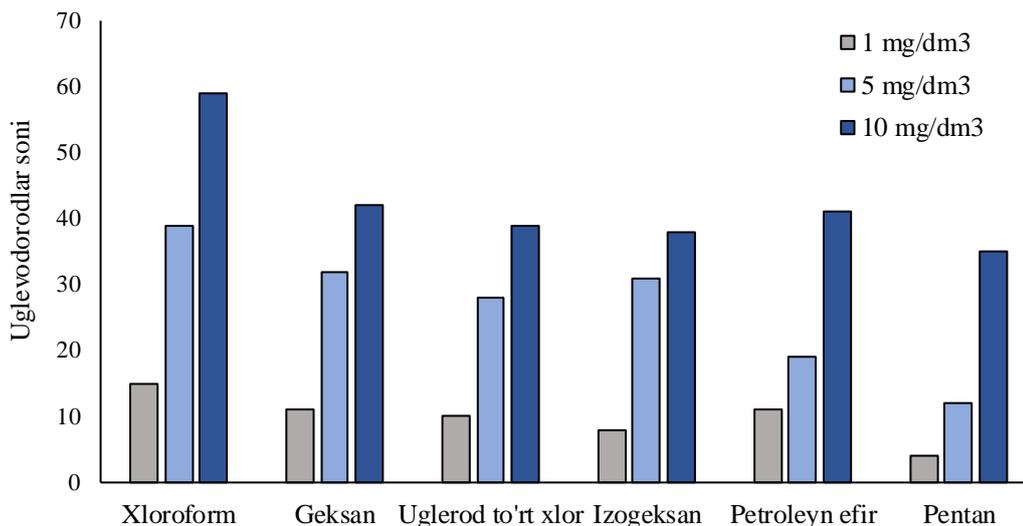
Tanlangan organik erituvchilar yordamida konsentratsiya miqdori aniq sun'iy namunalar tarkibidan neft mahsulotlari ekstraksiya qilindi hamda ajratib olingan elyuatlarni mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografiya usul yordamida tahlil qilinib, identifikatsiya qilingan uglevodorodlarning kimyoviy tarkibi, miqdori va ularning izomeriyalari soni o'rganilgan. Tahlil natijalari 2-jadvalda keltirilgan.

**2-jadval.**

Identifikatsiya qilingan uglevodorodlarning fizik-kimyoviy tarkibi

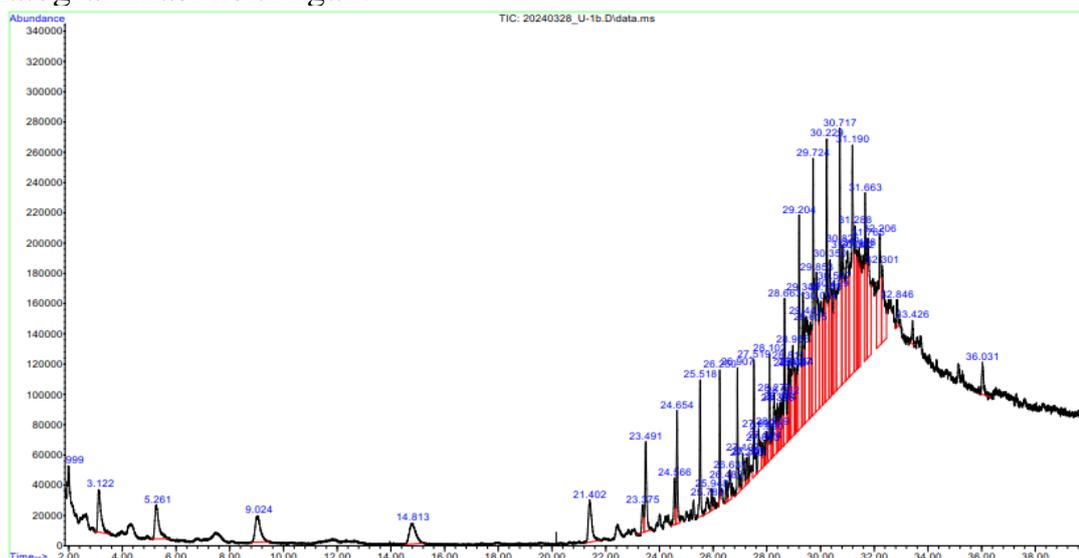
Organik erituvchi	Chiqish va tugash vaqti, min	Mahsulot nomi, uglevodorod turi	Mahsulot qaynash harorati, °C	Mahsulot miqdori, %
Xloroform	3.076-32.264	n-oktandan - tetrakontangacha (58 xil)	125,6-523	96,35
Geksan	21.391-32.252	n-dekandan - eykosangacha (41 xil)	216-356	50,21
Uglerod to'rt xlorid	16.285-32.052	n-pentadekandan - eykosangacha (34 xil)	220-345	19,94

Olingan xromatogrammalar tahlil qilinganda, xloroform yordamida ekstraksiya qilingan sun'iy namunalar tarkibiga kiritilgan 60 ga yaqin neft mahsulotlarining barchasi identifikatsiya qilindi. Ekstraksiya natijalari 2-rasmda keltirilgan.



**2-rasm.** Organik erituvchilar identifikatsiya qilgan uglevodorodlar soni.

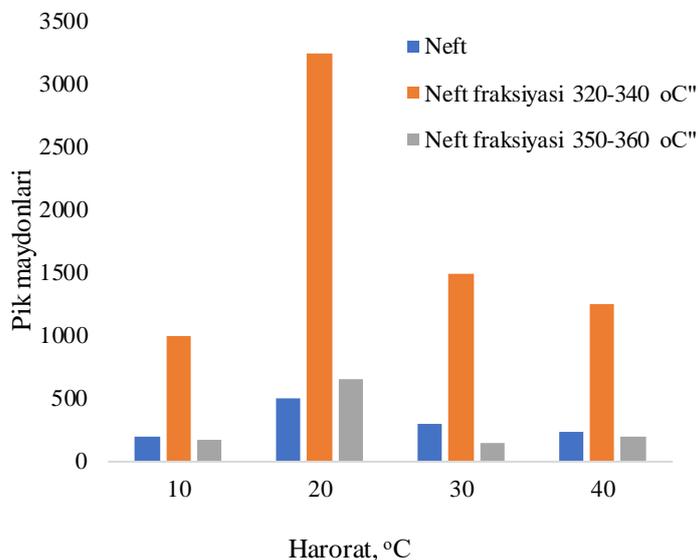
3-rasmda xloroformda ekstraksiya qilingan sun'iy namunaning xromatogrammasi keltirilgan.



**3-rasm.** Xloroformda ekstraksiya qilingan sun'iy namuna xromatogrammasi.

Shunday ekan, organik erituvchi xloroformdan keyingi ekstraksiya ishlarida optimal ajratuvchi sifatida foydalanish mumkin.

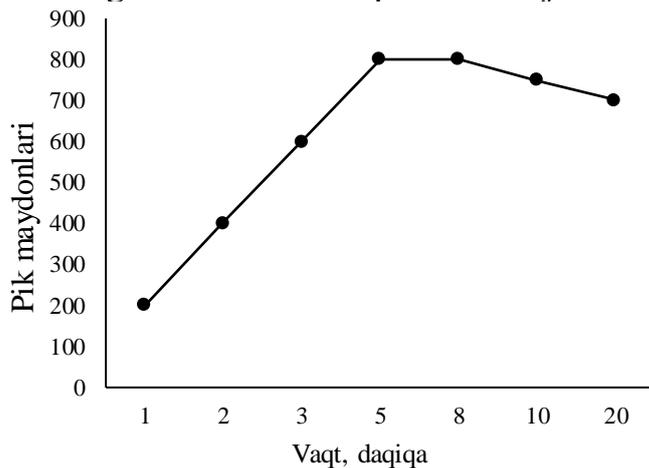
Suyuq fazadan neft mahsulotlarini ekstraksiya qilishda suyuqlik haroratining ekstraksiyaga bog'liqligini o'rganish maqsadida, suvdan neft mahsuloti 10 mg/dm<sup>3</sup> bo'lgan sun'iy namunani 10, 20, 30 va 40°C da ekstraksiya qilinib, masspektrometrik detektorli gaz-xromatografda xromatogrammalari tahlil qilindi. Natijalar 4-rasmda keltirilgan.



**4-rasm.** Suyuq fazada neft mahsulotlarini ekstraksiya qilishning haroratga bog'liqlik grafigi.

Xromatogramma natijalari solishtirilganda harorat 20 °C bo'lganda neft mahsulotlarining ko'plab fraksiyalarini suvdan ekstraksiya qilib olish effekti yuqoriligini ko'rish mumkin.

Neft mahsulotlarini ekstraksiya qilishda optimal vaqt tanlash uchun tarkibida 10 mg/dm<sup>3</sup> neft mahsuloti bo'lgan sun'iy namunani 1, 2, 3, 5, 8, 10 va 20 daqiqa davomida ekstraksiya qilinib, mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografda xromatogrammalar tahlil qilindi. Natijalar 5-rasmda keltirilgan.



**5-rasm.** Suvdan neft mahsulotlarini organik erituvchi yordamida ajratib olishning vaqtga ta'siri.

Suyuq fazada neft mahsulotlarini to'liq ekstraksiya qilish uchun 5-8 daqiqa optimal vaqt ekanligi xulosa qilindi.

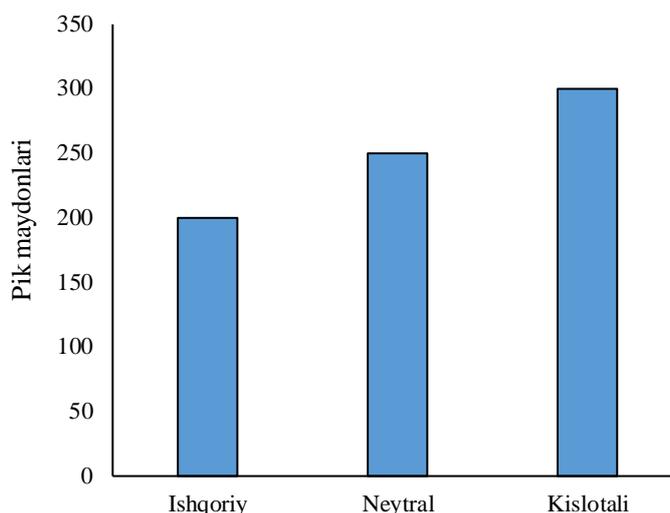
Suv muhitining ekstraksiyaga ta'sirini o'rganish maqsadida, uch xil muhitda ekstraksiya bajarildi. Ma'lumki, neytral muhitga qaraganda kislotali yoki ishqoriy muhitda ionlar ko'proq eriydi, kuchsiz asoslar ekstraksiya samaradorligi yuqori pHda, kuchsiz kislotalarniki esa past pHda samaraliroq bo'ladi. Optimal muhit tanlash uchun neft mahsuloti tarkibida 10 mg/dm<sup>3</sup> bo'lgan namunani uch xil muhitda

Tahlil natijalariga ko'ra, haroratning oshishi neftyanik va metan moylari uchun gazsimon va qattiq mahsulotlarning gaz holatga o'tishini tezlashtiradi va uglevodorod fraksiyalarini yo'qotishga olib keladi. Harorat pasayganda neft mahsulotlari harakatchanligini yo'qotadi va neft fraksiyasida erigan suv muz kristallari shaklida ajralib qoladi. Neft mahsulotlari tarkibida mavjud parafinli neft mahsulotlari past haroratda qatronli moddalar mavjudligi natijasida quyilish nuqtasini pasaytiradi va qotib qoladi.

Tahlil natijalariga ko'ra, vaqt oshishi bilan uglevodorod chiqish piklari o'ngga qarab oshib borishini hamda vaqt 5-8 daqiqaga yetganda va keyingi daqiqada piklarni to'g'ri chiziq bo'ylab harakatlanishini ko'rish mumkin. 10-20 daqiqalarda uglevodorod chiqish piklari pastga qarab yo'nalganini ko'rish mumkin. Bu esa ekstraksiya vaqtining oshishi uchuvchan bo'lgan uglevodorodlarni yo'qotilishiga sabab bo'ladi.

ekstraksiya qilinib mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografda xromatogrammalar tahlili olindi. Natijalar 6-rasmda keltirilgan.

Tahlil natijalariga asosan, har xil tarkibdagi neft mahsulotlari – yuqori molekulyar og‘irlikdagi komponentlar kislota ta’sirida suvda erimaydigan qora qattiq mahsulotlarni hosil qiladi, hamda kislota ta’sirida erkin barqaror radikalarning oshishi kuzatildi. Shuningdek, pH miqdorining kamayishi bilan, uglevodorodlar piklarining hosil bo‘lishi oshishi kuzatildi. Bu esa neft tarkibida kuchli kislota asosli birikmalarning ustunligini ko‘rsatadi.



**6-rasm.** Suvdan neft mahsulotlarini ajratib olishda suv muhitining ta’siri.

Shunday ekan, neft mahsulotlarini suvdan ajratib olish uchun optimal muhit kislotali muhitni ( $\text{pH} \geq 2$ ) tashkil etadi. Shuningdek tahlil jarayonida namunaning pH ko‘rsatkichini nazorat qilish muhim hisoblanadi.

Suv resurslaridan neft mahsulotlarini ajratib olish va uni qutbli birikmalardan tozalash maqsadida mavjud qattiq fazali mikroekstraksiya (QFME) va yangi taklif etilayotgan xromatografik mikrokolonka usullarining imkoniyatlari o‘rganildi. Tarkibida 1,0; 5,0 va 10,0  $\text{mg}/\text{dm}^3$  neft mahsulotlari bo‘lgan sun’iy namunalardan kartridj yordamida neft mahsulotlari ajratib olinib 5,0; 10,0 va 20,0 ml organik erituvchilarda desorbsiya qilindi. Natijalar 3-jadvalda keltirilgan.

**3-jadval.**

Sun’iy namunalarni qattiq fazali mikroekstraksiya (QFME) usulida ekstraksiya qilish natijalari.

QFME	Organik erituvchi hajmi, ml	C neft, $\text{mg}/\text{dm}^3$	Xatoligi, %
Sun’iy namuna tarkibida 1 $\text{mg}/\text{dm}^3$ neft mahsulotlari mavjud			
C <sub>18</sub> SPE, 500 mg	5,0	0,92±0,021	8,0
	10,0	0,94±0,021	6,0
	20,0	0,96±0,021	4,0
Sun’iy namuna tarkibida 5 $\text{mg}/\text{dm}^3$ neft mahsulotlari mavjud			
C <sub>18</sub> SPE, 500 mg.	5,0	4,30±0,056	14
	10,0	4,54±0,056	9,2
	20,0	4,62±0,056	7,6
Sun’iy namuna tarkibida 10 $\text{mg}/\text{dm}^3$ neft mahsulotlari mavjud			
C <sub>18</sub> SPE, 500 mg	5,0	6,40±0,12	36
	10,0	7,02±0,12	30
	20,0	8,12±0,12	19

Tahlil uchun C<sub>18</sub> SPE qattiq fazali mikroekstraksiya kartridjlari (*Funksional guruhi – C<sub>18</sub>, zarrachalar hajmi 40-60 mkm, poralar hajmi 120A, g'ovaklik hajmi 0,8 sm<sup>3</sup>/g, yuzasi 480 m<sup>2</sup>/g. Faol oktaditsil silan guruhlarining kichik ikkilamchi qutubli guruhlari bilan o'zaro ta'sirlari natijasida kuchli gidrofob tutib qolish qobiliyatiga ega. C<sub>18</sub> kartridjlari yuqori uglerodli tarkibga va yuqori gidrofoblikka ega bo'lib, namuna o'tish tezligi va miqdorini oshiradi*) dan foydalanildi.

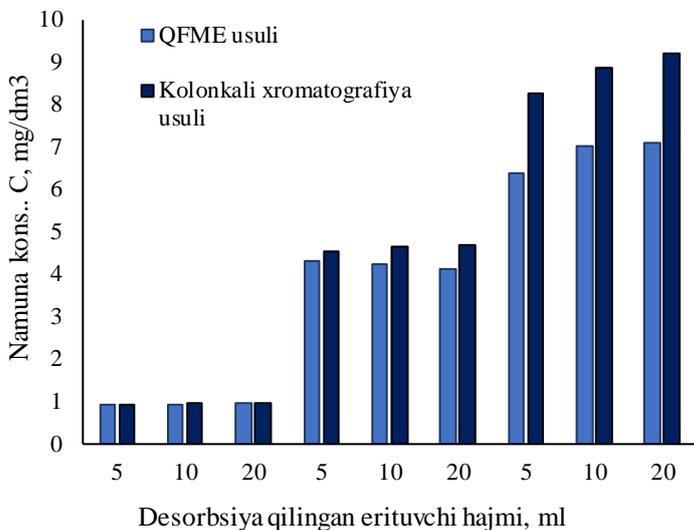
Tarkibida 1,0; 5,0 va 10,0 mg/dm<sup>3</sup> neft mahsulotlari bo'lgan sun'iy namunalari yangi taklif etilayotgan mahalliyashtirilgan xromatografik mikrokolonka (*diametri 0,7-1,0 cm, uzunligi 6-10 cm standart teshikli va pistonli, og'zi shlif bilan yopilgan ajratuvchi kolonkani xloroform bilan yuvib olindi, ekstrakt bilan yuvilgan shisha kolonkaga steklovata joylanib, ustiga 110°C da 4 soat davomida quritilib o'zgarmas massaga keltirilgan alyuminiy oksiddan 0,2-2,0 g solingan hamda havo bilan reaksiyaga kirishmasligi uchun silikagel solingan kolonka og'zi mahkam yopilib shtativga mahkamlangan uskunadan iborat*) usuli yordamida neft mahsulotlari ajratib olinib 5,0; 10,0 va 20,0 ml organik erituvchilarda desorbsiya qilindi. Natijalar 4-jadvalda keltirilgan.

#### 4-jadval.

Sun'iy namunalarni xromatografik mikrokolonkali usulida ekstraksiya qilish natijalari.

Olingan namuna hajmi, ml	Organik erituvchi hajmi, ml	C neft, mg/dm <sup>3</sup>	Xatoligi, %
Sun'iy namuna tarkibida 1 mg/dm <sup>3</sup> neft mahsulotlari mavjud			
200 ml	5,0	0,92±0,021	8,0
	10,0	0,94±0,021	6,0
	20,0	0,96±0,021	4,0
Sun'iy namuna tarkibida 5 mg/dm <sup>3</sup> neft mahsulotlari mavjud			
100 ml	5,0	4,54±0,056	9,2
	10,0	4,64±0,056	7,2
	20,0	4,70±0,056	6,0
Sun'iy namuna tarkibida 10 mg/dm <sup>3</sup> neft mahsulotlari mavjud			
50 ml	5,0	8,26±0,12	17,4
	10,0	8,86±0,12	11,4
	20,0	9,20±0,12	8,0

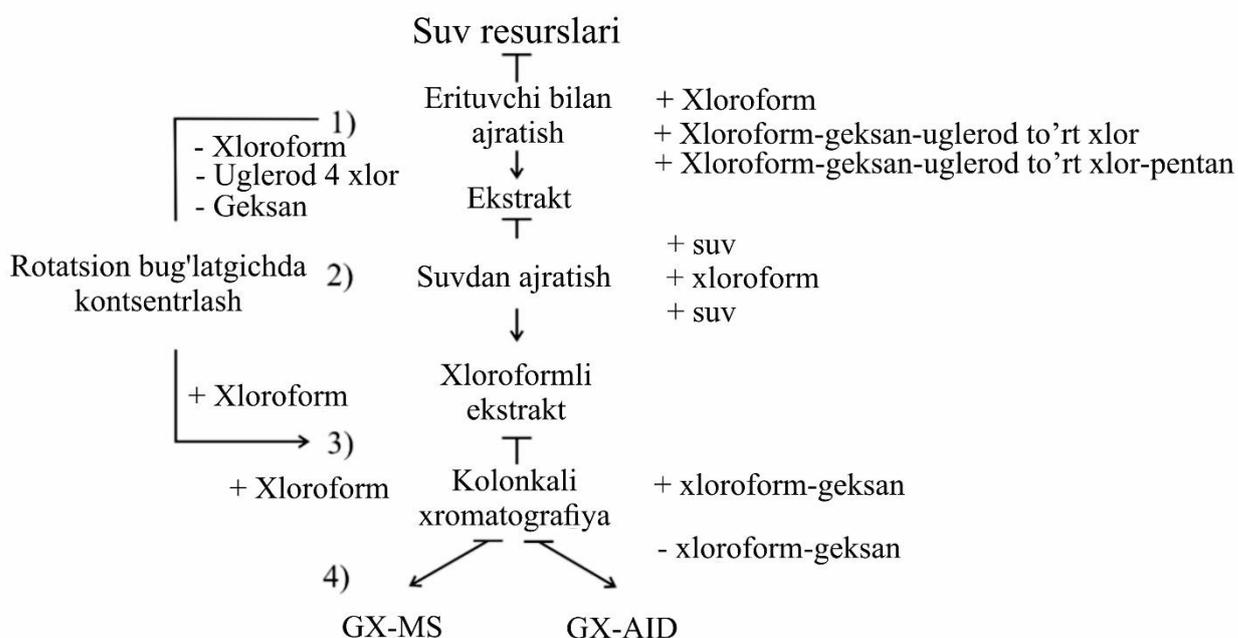
Tahlil natijalariga asosan, yangi taklif etilayotgan xromatografik mikrokolonka usuli va QFME usuli natijalari taqqoslandi (7-rasm). Taqqoslash natijalari shuni ko'rsatdiki, suvda neft mahsulotlari miqdori ko'p bo'lganda QFME usuli aniqlash chegarasi xatoligi oshishi aniqlandi. QFME kartridjlarida ma'lum miqdorda adsorbentlar mavjud bo'lib, aniqlanadigan moddani konsentratsiyasi oshishi bilan kartridjning sorbsiya qilish qobiliyati pasayishi kuzatildi. QFME usulida ekstraksiya qilish neft mahsulotlari konsentratsiya miqdori yuqori bo'lgan suvlarni desorbsiya qilishda ko'p hajmda organik ekstragent talab etishi aniqlandi.



**7-rasm.** QFME va yangi xromatografik mikrokolonka usuli yordamida ekstraksiya qilingan namunalarning taqqoslash natijalari.

Shuningdek, QFME katridjlari suvda (asosan oqava suvlarda) neft mahsulotlari miqdori ko'p bo'lganda bir namuna uchun bir nechta kartridjlardan foydalanish talab etilishi aniqlandi. Yangi taklif etilayotgan xromatografik mikrokolonka usuli barcha turdagi suv namunalari (tabiiy, oqava va ichimlik) uchun va har xil konsentratsiyadagi neft mahsulotlari bilan ifloslangan suvlarda maksimal ajratish imkoniyati mavjudligi aniqlandi.

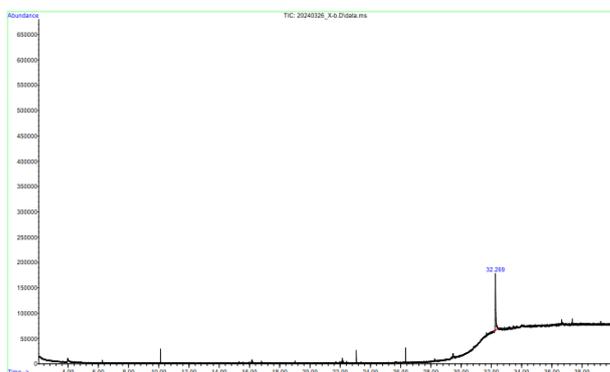
Xromatografik mikrokolonka kam reaktiv sarf qilgan holda, organik erituvchilarni atmosferaga tushishini va chiqindilarni kamayishini hamda xromatografik mikrokolonkaning qayta ishlatish imkoniyati mavjudligi bilan afzalliklari isbotlandi. Yuqorida keltirilgan, ilmiy asoslangan natijalarga asosan suyuq fazada, organik erituvchi yordamida xromatografik mikrokolonka usulida neft mahsulotlarini ajratib olishning optimal namuna tayyorlash sxemasi ishlab chiqildi (8-rasm). Ishlab chiqilgan sxema xromatografik mikrokolonka usuli yordamida, kam miqdorda organik erituvchi va silikagel ishlatilgan holda, suvda neft mahsulotlarini yuqori (100 mg/dm<sup>3</sup>) yoki eng kichik (0,02 mg/dm<sup>3</sup>) konsentratsiya diapazonida aniqlash imkoniyatini berdi.



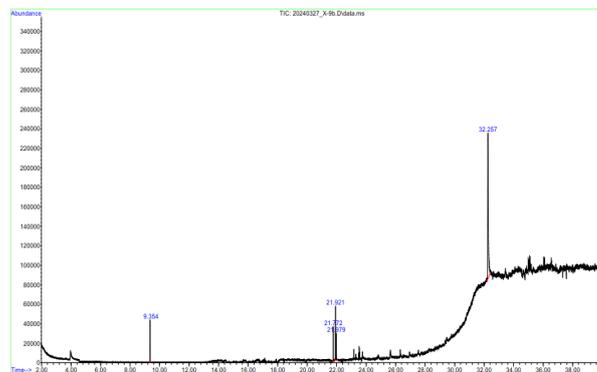
**8-rasm.** Suv namunalaridan neft mahsulotlarini ajratib olishning namuna tayyorlash sxemasi.

Ishlab chiqilgan sxema asosida neft mahsulotlarini aniqlash chegarasini baholash uchun konsentratsiyasi mos ravishda 0,01; 0,02; 0,04; 0,06 va 0,1 mg/dm<sup>3</sup> bo'lgan sun'iy namunalar tayyorlandi va mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografda xromatogramma tahlillari bajarildi. Aniqlash chegarasini baholash maqsadida, past konsentratsiyalarda tayyorlangan sun'iy namunalar konsentratsiya miqdori alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografiya usulida tahlil qilindi.

Sun'iy namunalar tarkibidagi uglevodorodlar tarkibini eng past konsentratsiyalarda mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografiya usulida identifikatsiya qilish imkoniyati o'rganildi. Natijalar 9-10 rasmlarda keltirilgan.



**9-rasm.** Neft mahsulotlari konsentratsiyasi 0,01 mg/dm<sup>3</sup> bo'lgan sun'iy namuna xromatogrammasi.



**10-rasm.** Neft mahsulotlari konsentratsiyasi 0,02 mg/dm<sup>3</sup> bo'lgan sun'iy namuna xromatogrammasi.

4-jadval hamda 9-10 rasm natijalariga asosan konsentratsiya tarkibi 0,01 va 0,02 mg/dm<sup>3</sup> bo'lgan sun'iy namunalarda mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografik usulda identifikatsiya qilingan uglevodorodlarning aniqlash chegaralari hisoblandi. Quyi aniqlash chegaralarini hisoblash standart og'ish massa ulushlari birliklari asosida gradirovkali grafik natijalari asosida bajarildi. Tahlil natijalariga asosan umumiy neft mahsulotlarining quyi aniqlash chegarasi 0,02 mg/dm<sup>3</sup> ekanligi isbotlandi.

**“Yangi takomillashtirilgan alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografiya usulini mavjud standart usullar bilan asoslash”** nomli to'rtinchi bobida yangi takomillashtirilgan gaz-xromatografiya usulini to'g'riligini baholash maqsadida, O'zbekiston va Rossiya davlatlarida standartlar reyestr ro'yhatidan o'tgan standart metodlar yordamida sun'iy namunalar tahlil qilindi. Usulni tasdiqlash uchun gravimetrik (O'z O'U 0697-2015), fluorimetrik (Dav St UQ 118.3897485.13-92) va IQ-spektrometrik (Dav St UQ 4.1.1013-01) usullaridan foydalanildi.

Usulni baholash maqsadida, neft mahsulotlari miqdori aniq bo'lgan sun'iy namunalar tayyorlandi:

- SN – 1, uglevodorodlar “kiritildi” – 0,5 mg/dm<sup>3</sup>;
- SN – 2, uglevodorodlar “kiritildi” – 1,0 mg/dm<sup>3</sup>;
- SN – 3, uglevodorodlar “kiritildi” – 5,0 mg/dm<sup>3</sup>;
- SN – 4, uglevodorodlar “kiritildi” – 10,0 mg/dm<sup>3</sup>.

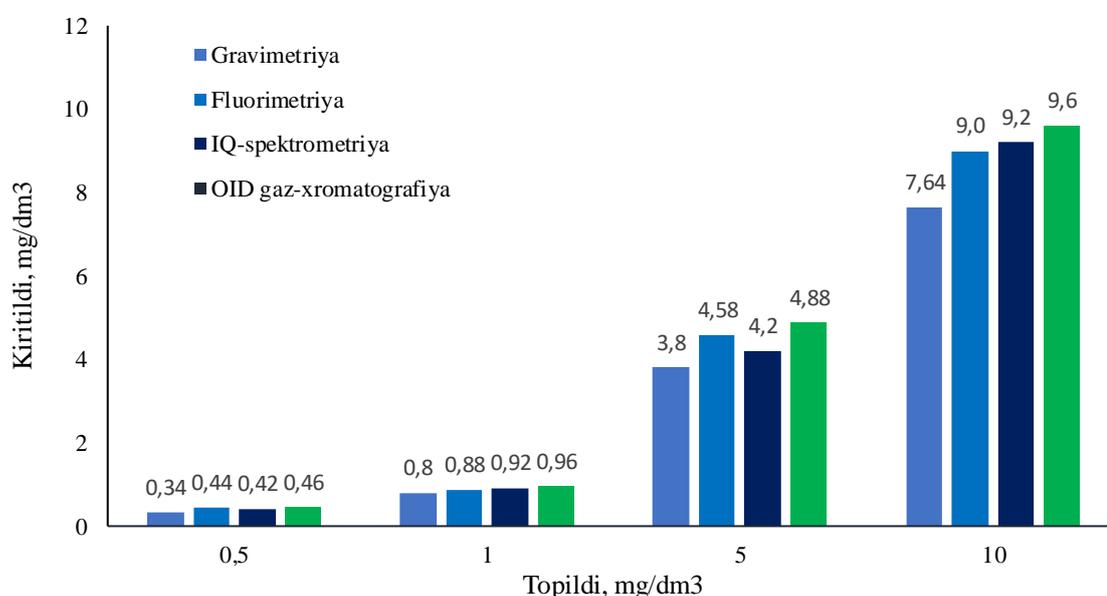
Yangi takomillashtirilgan usulni baholash va standart usullar bilan solishtirishda “kiritildi-topildi” usulidan foydalanildi. Natijalar 5-jadvalda keltirilgan.

### 5-jadval.

Sun'iy namunalar tarkibida neft mahsulotlari miqdorini yangi takomillashtirilgan gaz-xromatografiya va standart usullarda aniqlash natijalari (P=95, n=3)

Usul	Sun'iy namuna nomi	Kiritildi, mg/dm <sup>3</sup>	Topildi, mg/dm <sup>3</sup>	S	S <sub>r</sub>
Gravimetrik usul O'z O'U 0697-2015	SN – 1	0,5	0,34±0,024	0,012	0,033
	SN – 2	1,0	0,79±0,036	0,010	0,013
	SN – 3	5,0	3,79±0,11	0,012	0,003
	SN – 4	10,0	7,62±0,12	0,020	0,003
Fluorimetrik usul Dav St UQ 118.3897485.13-92	SN – 1	0,5	0,43±0,020	0,023	0,054
	SN – 2	1,0	0,86±0,021	0,015	0,018
	SN – 3	5,0	4,55±0,101	0,030	0,007
	SN – 4	10,0	9,20±0,096	0,080	0,009
IQ-spektrometrik usul Dav St UQ 4.1.1013-01	SN – 1	0,5	0,40±0,011	0,020	0,050
	SN – 2	1,0	0,94±0,028	0,020	0,021
	SN – 3	5,0	4,24±0,103	0,040	0,010
	SN – 4	10,0	9,64±0,14	0,040	0,004
Gaz-xromatografiya usuli	SN – 1	0,5	0,42±0,013	0,020	0,048
	SN – 2	1,0	0,93±0,025	0,042	0,045
	SN – 3	5,0	4,83±0,09	0,046	0,010
	SN – 4	10,0	9,48±0,13	0,080	0,008

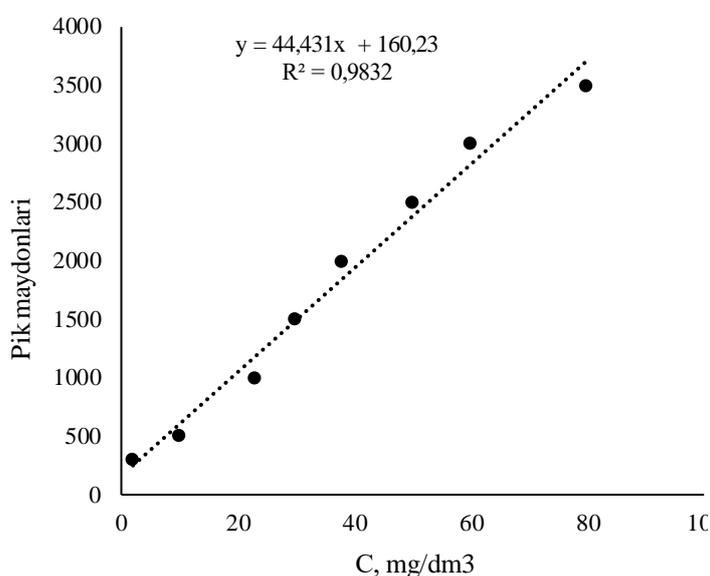
Tahlil natijalariga asosan, standart usullar va takomillashtirilgan gaz-xromatografiya usulining natijalari taqqoslandi. Natijalar 11-rasmda keltirilgan.



**11-rasm.** Takomillashtirilgan gaz-xromatografiya usulining standart usullar bilan solishtirma tahlil natijalari.

5-jadval va 11-rasmdan ko‘rinadiki, “kiritildi-topildi” usuli yordamida tekshirish natijalari ishlab chiqilgan usulning qayta takrorlanuvchanligi va to‘g‘riligini isbotlaydi. Bunda ishlab chiqilgan usulning nisbiy standart chetlanishi 0,048 dan oshmaydi.

Dissertatsiyaning “**Takomillashtirilgan alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografiya usulini metrologik asoslash**” nomli beshinchi bobida yangi takomillashtirilgan usulning metrologik ko‘rsatkichlari DavSt ISO 5725-2-2003 va RMG 61-2010 standarti asosida bajarildi. Metrologik xarakteristikalarini baholash uchun neft mahsulotlaridan 8 xil konsentratsiyaga ega bo‘lgan konsentratsiyasi 1,0-120 mg/dm<sup>3</sup> gacha bo‘lgan sun‘iy namunalari tayyorlandi.



**12-rasm.** Neft mahsulotlari pik maydonlarining konsentratsiyasiga bog‘liqlik egri chizig‘i.

Sun‘iy namunalardan 1 ml dan olib mass-spektrometrik detektorli gaz-xromatografiya usuli yordamida tahlil qilindi. Olingan natijalarning graduirovkali grafikdagi egri chizig‘i 12-rasmda keltirilgan. Rasmdan ko‘rinib turibdiki, ishchi eritmaning ma‘lum konsentratsiyada tayyorlangan neft mahsulotlari miqdori 1,0-100,0 mg/dm<sup>3</sup> gacha bo‘lgan pik maydonlarining graduirovkali grafigi keltirilgan, yaqinlashish koeffitsiyenti R<sup>2</sup>=0.9832 ga teng.

Takomillashtirilgan usul DavSt 118.3897485.13-92, DavSt 14.1:2:4.5-95 spektrofotometrik va fluorimetrik usullari bilan solishtirildi. Har bir namuna uchun parallel aniqlashlar natijalari yaqinligini baholash uchun ikki mustaqil usul – Styudent va Fisher omillarini hisoblash orqali amalga oshirildi. Olingan natijalar 6-7 jadvallarda keltirilgan.

### 6-jadval

Tabiiy suvlar tarkibida neft mahsulotlarini aniqlashning alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografiya (GX-AID) usuli va fluorimetrik (I) usuli natijalarini taqqoslash (n=12, fl=11, P=0,95)

Tahlil obyekti	GX-AID		I usul	
	Namuna x, mg/dm <sup>3</sup>	S <sub>r</sub>	Namuna x, mg/dm <sup>3</sup>	S <sub>r</sub>
Xromatografik mikrokolonka usuli	0,52	0,038	0,50	0,040
t-mezon	t <sub>eksp</sub> =1,42; t <sub>jadv</sub> =2,83		t <sub>eksp</sub> < t <sub>jadv</sub>	
F-mezon	F <sub>eksp</sub> =3,18; F <sub>jadv</sub> =4,47		F <sub>eksp</sub> < F <sub>jadv</sub>	

**7-jadval**

Oqava suvlar tarkibida neft mahsulotlarini aniqlashning alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografiya (GX-AID) usuli va spektrofotometrik (II) usuli natijalarini taqqoslash (n=12, fl=11, P=0,95)

Tahlil obyekti	GX-AID		II usul	
	Namuna x, mg/dm <sup>3</sup>	S <sub>r</sub>	Namuna x, mg/dm <sup>3</sup>	S <sub>r</sub>
Xromatografik mikrokolonka usuli	1,16	0,034	1,18	0,033
t-mezon	t <sub>eksp</sub> =1,36; t <sub>jadv</sub> =2,83		t <sub>eksp</sub> < t <sub>jadv</sub>	
F-mezon	F <sub>eksp</sub> =2,86; F <sub>jadv</sub> =4,47		F <sub>eksp</sub> < F <sub>jadv</sub>	

Tahlil natijalarining Fisher va Styudent mezonlari asosida solishtirish shuni ko'rsatadiki, hisoblab topilgan F- va t-mezonlari qiymatlari nazariy jadval qiymatlaridan oshmaydi. Bu esa tahlil usullari natijalari o'rtasida sezilarli farqlar hamda sistematik xatoliklar yo'qligini ko'rsatadi.

**8-jadval**

Neft mahsulotlarini alanga-ionizatsiyali detektorli gaz-xromatografiya aniqlash usuli va DavSt usullari bilan raqobatbardoshligini baholash.

T/r	Aniqlanuvchi parametrlar	Takomillashtirilgan usul	Dav St UQ 118. 3897485.13-92 (fluorimetrik usul)	Dav St UQ 14.1:2:4.5-95 (spektrofotometrik usul)
1	Muhit, pH	≥2	2-3	≤2
2	Quyi aniqlash chegarasi	0,02	0,05	0,05
3	Organik reagent	Xloroform	Geksan	Ulgerod to'rt xlorid
4	Ekstraksiya jarayoni	Xromatografik mikrokolonka	Apparat sokslet	Sentrafuga va haydash
5	S <sub>r</sub>	0,034	0,040	0,033

Yuqorida keltirilgan ma'lumotlardan ko'rinib turibdiki, oqava va tabiiy suvlar tarkibida neft mahsulotlarini aniqlashda takomillashtirilgan alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografik usulidan foydalanish mumkin.

## XULOSALAR

1. Tabiiy va oqava suvlar tarkibida organik erituvchi yordamida neft mahsulotlarini maksimal ajratib olish imkonini beradigan namuna tayyorlash sharoiti tanlandi. Suyuq fazada neft mahsulotlari fraksiyalarini ajratib olish hamda umumiy neft mahsulotlari miqdorini ( $\text{mg}/\text{dm}^3$ ) aniqlash uchun organik erituvchi - xloroform, ekstraksiya qilish harorati -  $20^\circ\text{C}$ , ekstraksiya vaqti 5-8 daqiqa hamda suv muhiti  $\text{pH} \geq 2$  eng maqbul ekanligi aniqlandi.

2. O'rganilgan namuna tayyorlash sharoitida ajratib olingan neft mahsulotlarini (elyuatni) qutbli birikmalardan tozalash maqsadida  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  va  $\text{Al}_2\text{O}_3$  silikagellari solingan maxalliylashtirilgan "xromatografik mikrokolonka" tavsiya etildi.

3. Bir vaqtning o'zida suv resurslarida neft mahsulotlari fraksiya tarkibini identifikatsiya qilish va miqdorini aniqlash imkonini beradigan gaz-xromatografik usulining optimal tahlil sxemasi asoslandi.

4. Alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografik usul yordamida neft mahsulotlari miqdorini aniqlashning quyi chegarasi  $0,02 \text{ mg}/\text{dm}^3$  ekanligi aniqlandi. Takomillashtirilgan usulning raqobatbardoshligi O'zO'U 118.3897485.13-92, DavSt 14.1:2:4.5-95, fluorimetriya va spektrofotometriya usullari bilan solishtirish orqali aniqlandi. Tahlil natijalari Fisher va Styudent mezonlari asosida solishtirildi, hisoblab topilgan F- va t- mezonlar qiymatlari nazariy jadval qiymatlaridan oshmasligi aniqlandi. Ishlab chiqilgan usulning nisbiy standart chetlanishi 0,048 dan oshmasligi kuzatildi, usulning to'g'riligi va qayta takrorlanuvchanligi tasdiqlandi.

5. Tabiiy va oqava suvlar tarkibida neft mahsulotlarini ajratib olish va miqdoriy tarkibini aniqlashning takomillashtirilgan gaz-xromatografik usuli natijalari "Neft va gaz konlari geologiyasi hamda qidiruvi instituti" davlat muassasasining "Neft va gaz gidrogeologiyasi" laboratoriyasida Buxoro-Xiva neft-gaz konlari qatlam suvlarini o'rganish yo'nalishida amalga oshirilayotgan ilmiy-tadqiqotlarda qatlam suvlari tarkibida neft mahsulotlari miqdorini aniqlash tahlilida qo'llashga tavsiya etildi.

6. Takomillashtirilgan alanga-ionizatsion detektorli gaz-xromatografik usuli yordamida "O'zbekgidrogeologiya" davlat muassasasi Farg'ona gidrogeologiya stansiyasining "Farg'ona viloyati hududidagi yer osti suvlarini davlat monitoringini yuritish" mavzusidagi loyiha doirasida amalga oshirilgan yer usti, yer osti va oqava suvlar tarkibidagi neft mahsulotlarini aniqlash va fraksiya tarkibini identifikatsiya qilish hamda ularni ekologik monitoring qilish amaliyotida qo'llanildi.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ ПО ПРИСУЖДЕНИЮ  
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ DSC.03/30.12.2019.К.01.03 ПРИ  
НАЦИОНАЛЬНОМ УНИВЕРСИТЕТЕ УЗБЕКИСТАНА**

---

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ УЗБЕКИСТАНА**

**МЕЙЛИЕВА МУНИСХОН НОРМУМИНОВНА**

**УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО  
МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ В СТОЧНЫХ И  
ПРИРОДНЫХ ВОДАХ**

**02.00.02 – аналитическая химия**

**АФТОРЕФЕРАТ ДИССЕРТАЦИИ ДОКТОРА ФИЛОСОФИИ ПО  
ХИМИЧЕСКИМ НАУКАМ (PhD)**

**Ташкент – 2024**

**Тема диссертации доктора философии (PhD) по химическим наукам зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Министерстве Высшего образования, науки и инноваций Республики Узбекистан за номером B2024.2.PhD/K754.**

Диссертация выполнена в Университете геологических наук, ГУ «Институт гидрогеологии и инженерной геологии».

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице по адресу Научного совета [ik-kimyo.nuu.uz](http://ik-kimyo.nuu.uz) и Информационно-образовательном портале «ZiyoNET» по адресу [www.ziynet.uz](http://www.ziynet.uz).

**Научный руководитель:**

**Сманова Зулайхо Асаналиевна**  
доктор химических наук, профессор

**Оппоненты:**

**Абдурахманов Эргашбой**  
доктор химических наук, профессор

**Зиявитдинов Жамолитдин Фазлитдинович**  
доктор химических наук, профессор

**Ведущая организация:**

**Ташкентский фармацевтический институт**

Защита диссертации состоится «23» ноября 2024г. в 09<sup>00</sup> часов на заседании Научного совета DSc.03/30.12.2019.K.01.03 при Национальном университете Узбекистана. (Адрес: 100174, г. Ташкент, ул. Университетская, 4. Тел.: (998 71) 246-07-88; (998 71) 227-12-24, факс: (+99871) 246-53-21; 246-02-24, e-mail: [ilmiy\\_kengash@nuu.ru](mailto:ilmiy_kengash@nuu.ru)).

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Национального университета Узбекистана (зарегистрирован за №115). (Адрес: 100174, г. Ташкент, ул. Университетская, 4. Тел.: (+99871) 246-07-88, 277-12-24; факс: (+99871) 246-53-21; 246-02-24.)

Автореферат диссертации разослан 6 ноября 2024г.  
(реестр протокола рассылки № 28 от 5 ноября 2024г.)

**Ш.Ш. Даминова**  
Заместитель председателя Научного совета по  
присуждению ученых степеней, д.х.н.,  
профессор

**Н.Х. Кутлимуротова**  
Ученый секретарь Научного совета по  
присуждению ученых степеней, д.х.н.,  
профессор

**Б.Н.Бабаев**  
Председатель научного семинара при  
Научном совете по присуждению  
ученых степеней, д.х.н., профессор

## **Введение (аннотация к диссертации доктора философии (PhD))**

**Актуальность и востребованность темы диссертации.** Бурное развитие сфер легкой и тяжелой промышленности в мире, разведка углеводородов, увеличение их ресурсов, день за днем увеличивает потребность в эффективной добыче и переработке. Воздействие нефтепродуктов, выделяемых в процессах добычи и переработки углеводородов на загрязнение окружающей среды, включая водные ресурсы и почвы, вызывает различные геоэкологические проблемы. Практическое значение приобретает разработка, совершенствование высокоточных, селективных, быстрых и недорогих методов анализа, применяемых для решения этих задач, особенно для эффективного определения количества нефтепродуктов в водных ресурсах и почвах.

В мировом масштабе учеными отрасли проводятся широкомасштабные исследования по оценке загрязнения водных ресурсов и почв нефтепродуктами, а также по определению содержания в них нефтепродуктов. В частности, при определении очагов загрязнения геоэкологической среды и своевременном принятии соответствующих оперативных решений важное научное значение имеет выбор органического растворителя для выделения нефтепродуктов из жидкой фазы в газохроматографии, а также очистка элюата от полярных соединений. Результаты этих исследований, в свою очередь, позволяют оценить степень загрязнения водных ресурсов и почв, осуществить определенные меры по их охране и рациональному использованию.

В целях защиты водных ресурсов, почв, имеющих стратегическое значение в нашей стране, от загрязнения и рационального, целенаправленного их использования в исследованиях особое внимание уделяется созданию “гибридных” методов выделения и количественного химического анализа нефтепродуктов, были достигнуты определенные результаты в этих направлениях. В стратегии развития Нового Узбекистана на 2022-2026 годы определены задачи по “рациональному и эффективному использованию водных ресурсов, снижению негативного воздействия на окружающую среду свалок бытовых отходов, не отвечающих экологическим требованиям”<sup>1</sup>. Важно разработать современные, более надежные, экспрессные и доступные методы определения содержания нефтепродуктов в сточных водах нефтехимической промышленности, являющихся в нашей республике одним из источников загрязнения объектов окружающей среды. Данное диссертационное исследование в определенной степени служит для выполнения задач, поставленных в Указе Президента Республики Узбекистан от 28 января 2022 года УП № 60 “О стратегии развития Нового Узбекистана на 2022-2026 годы”, в Указе Президента Республики Узбекистан от 30 октября 2019 года УП № 5863 “Об утверждении концепции охраны окружающей среды Республики Узбекистан на период до 2030 года”, в Постановлении Президента Республики Узбекистан от 25 октября 2018 года № ПП-3983 “О мерах по дальнейшему совершенствованию развития химической промышленности

---

<sup>1</sup> Указ Президента Республики Узбекистан от 28 января 2022 года № ПФ-60 “Стратегия развития нового Узбекистана”

Республики Узбекистан" и других нормативных правовых актах, касающихся данной деятельности.

**Соответствие исследований приоритетным направлениям развития науки и технологии Республики.** Данная диссертационная работа выполнена в соответствии с приоритетными направлениями развития науки и технологий Республики VII. "Химические технологии и нанотехнологии".

**Степень изученности проблемы.** В настоящее время в науке существует множество методов количественного определения нефтепродуктов в составе водных ресурсов. В ведущих мировых научных центрах химические анализы для определения нефтепродуктов в жидкой фазе в основном выполняются с помощью методов спектрометрии и хроматографии. В этом направлении из зарубежных ученых проводили исследования Van Delft R.J., A.G. Snijders, M.A. Ruymen, Z. Vang, M.Fingas, Хууз Фил, О.М. Гридин, Ю.В. Семенов, В.В. Морозов, И.И. Косолапов, В.Е. Котова, М. Озерский, А.Е. Горевой, Д.К. Митин, М.В. Вашурина, А.Л. Храмцова, Ю.О. Русакова, Ю.В. Васильев и Г.И. Шамсияхметовы.

В Нашей Республике Н.М. Абдуллаев, Т.Х. Шоймуратов, Н.М. Акрамова, Ж.Ф.Зиявитдинов, З.А.Сманова, Х.М. Бобакулов, Х.Ф.Худойбердиевым и др. проводили научные исследования по определению содержания нефтепродуктов в водных ресурсах газохроматографическим методом. Тем не менее, с развитием аналитических методов анализа возрастают требования к повышению чувствительности и селективности обнаружения нефтепродуктов в объектах окружающей среды, что требует применения новых современных подходов. Но до сих пор фракционный состав (идентификация) нефтепродуктов, выделенных из жидкой фазы, детально не изучен.

Связь темы диссертации с научно-исследовательской работой учреждения, в котором выполнена диссертация. Диссертационная работа выполнена в соответствии с планом научно-исследовательских работ университета Геологических наук, Института гидрогеологии и инженерной геологии, бюджетным проектом №471 на тему "Изучение и оценка распределения драгоценных металлов и редкоземельных элементов в пластовых водах нефтяных и газовых месторождений Узбекистана" и в рамках хозяйственного договора по теме: "Детальное изучение загрязнения подземных вод нефтепродуктами на территории нефтеперерабатывающего района и участка Ташлок Ферганской области".

**Цель исследования** заключается в совершенствовании газохроматографического метода определения нефтепродуктов в сточных и природных водах.

**Задачи исследования.**

- выбор оптимальных условий для максимального извлечения нефтепродуктов с использованием органического растворителя в жидкой фазе (зависимость экстракции от температуры, времени и среды);

- выбор органического растворителя, позволяющего максимально извлекать нефтепродукты с помощью органического растворителя в жидкой фазе, а также совершенствование метода хроматографической микроколонки для очистки извлеченного элюата от полярных соединений с помощью

силикагеля;

- разделение фракций нефтепродуктов газохроматографическим методом с масс-спектрометрическим детектором и установление предельных значений количественного определения нефтепродуктов газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектором;

- разработка схемы газохроматографического анализа при определении количества и фракционного состава нефтепродуктов в реальных объектах;

- испытание нового усовершенствованного газохроматографического метода определения количества и фракционного состава нефтепродуктов в реальных объектах;

- проверка, верификация и валидация улучшенного аналитического метода с использованием других стандартных методов.

**Объект исследования** – искусственные смеси, содержащие нефтепродукты, пробы сточных и природных вод, взятых с реальных объектов.

**Предметом исследования являются** нефтепродукты, гексан, хлороформ, органические растворители, силикагель, соли оксида алюминия и сульфата натрия.

**Методы исследования:** Гравиметрия, флуориметрия, ИК-спектроскопия, фотометрия, газовая хроматография, электрохимические методы и вычислительные методы математической статистики.

**Научная новизна исследования заключается в следующем:**

- определены оптимальные условия максимального извлечения из водных объектов фракций и количеств нефтепродуктов вне зависимости от типа водных объектов (подземные и поверхностные, сточные, питьевые воды) и от концентрации нефтепродуктов в жидкой фазе ( $> 0,02 \text{ мг/дм}^3$ ): органический растворитель-хлороформ, температура  $20^\circ\text{C}$ , время извлечения 5-8 мин, среда с  $\text{pH} \geq 2$ .

- усовершенствован газохроматографический метод за счет применения новой локализованной “хроматографической микроколоники” для максимального извлечения фракций и количеств общих нефтепродуктов в жидкой фазе;

- усовершенствован газохроматографический метод с экспресс-пламенно-ионизационным масс-спектрометрическим детектором при извлечении нефтепродуктов из водных ресурсов методом хроматографической микроколоники и количественным и качественным (идентификационным) анализом в условиях отбора органических растворителей и подготовки проб;

- с помощью усовершенствованного газохроматографического метода с масс-спектрометрическим детектором впервые были идентифицированы фракции нефтепродуктов, содержащиеся в существующих объектах наблюдательных буровых скважин и проб сточных вод на реальных объектах;

- с помощью усовершенствованного метода были проанализированы искусственные образцы, и было доказано, что относительное стандартное отклонение не превышает 0,048 по сравнению с существующими стандартными методами гравиметрической, флуориметрической и ИК-

спектроскопии.

**Практическими результатами исследования являются:**

- возможность максимального извлечения и обнаружения нефтепродуктов из водных ресурсов с нижним пределом обнаружения до 0,02 мг/дм<sup>3</sup> с использованием усовершенствованного метода хроматографической микроколонки;

- благодаря применению усовершенствованного метода газовой хроматографии с гибридной пламенной ионизационным и масс-спектрометрическим детектором было проведено фракционирование и одновременно сделан количественный анализ нефтепродуктов, содержащихся в природных и сточных водах нефтяной промышленности.

**Достоверность результатов исследования подтвержден** получением определенных результатов с помощью современных методов, таких как физико-химическая, гибридная, чувствительная и селективная газовая хроматография, а также усовершенствованный метод обоснован сравнением со стандартами МВИ РУз 0691-2015, ПНД Ф 118.3897485.13-92 и МУК 14.1:2.116-97, зарегистрированными в отечественном и международном реестрах.

**Научная и практическая значимость результатов исследования.**

Научная значимость результатов исследования объясняется тем, что были выбраны оптимальные условия выделения нефтепродуктов в жидкой фазе хроматографическим микроколонным методом с использованием органического растворителя и на их основе усовершенствован гибридный газохроматографический метод с пламенно-ионизационным масс-спектрометрическим детектором, позволяющий одновременно идентифицировать и количественно определять фракции нефтепродуктов.

**Практическая значимость результатов исследований** состоит в том, что усовершенствованный газохроматографический метод, применяемый при определении нефтепродуктов в водных ресурсах, в промышленности по добыче и переработке подземных вод и углеводородов, с эффективным анализом сточных и пластовых вод, служит для оценки гидрогеологической, геоэкологической среды, а также для решения экологических проблем.

**Внедрение результатов исследования.** По результатам совершенствования газохроматографического метода определения нефтепродуктов в сточных и природных водах: образцы сточных, подземных и пластовых вод, подготовленные оптимальным методом (органический растворитель для максимального извлечения фракций нефтепродуктов-хлороформ, температура экстракции - 20°C и время экстракции 5-8 минут, водная среда pH $\geq$ 2), использовались в лабораториях Ферганской гидрогеологической станции и Института геологии и разведки нефтяных и газовых месторождений (Справка Министерства горнодобывающей промышленности и геологии от 02 июля 2024 г. № 08-2330). В результате была найдена возможность выбора оптимального органического растворителя для экстракции нефтепродуктов из водных ресурсов, значительно ускорить процесс экстракции и качественно очистить элюат.

Усовершенствованный газохроматографический метод определения

нефтепродуктов в жидкой фазе хроматографическим микроколонным методом с использованием органического растворителя внедрен в деятельность Института геологии и разведки нефти-газовых месторождений и Ферганской гидрогеологической станции (Справка Министерства Горнодобывающей промышленности и геологии от 02 июля 2024 г. № 08-2330). Результат позволил эффективно отделять и количественно определять из водных ресурсов фракции нефтепродуктов, не зависимо от концентрации нефтепродуктов в них ( $>0,02$  мг/дм<sup>3</sup>).

**Апробация результатов исследования.** Результаты данного исследования обсуждалась на 3 международных и 4 республиканских научно-практических конференциях.

**Опубликованность результатов исследования.** По теме данной диссертации опубликованы 11 научных работ, в частности в изданиях, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан, для публикации основных научных результатов диссертаций на соискание ученой степени доктора философии (PhD) 4, в том числе 3 в республиканских и 1 в международных изданиях.

Структура и объем диссертации. Содержание диссертации состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объем диссертации изложен в 130 листах.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

В части "**Введение**" диссертационной работы обосновываются актуальность и необходимость, цели и задачи исследовательской работы, определяются объект и предмет исследования, указывается соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологии Республики. Изложены научная новизна и практические результаты диссертационной работы, обоснована достоверность полученных результатов, раскрыта теоретическая и практическая значимость, даны выводы о перспективах внедрения результатов исследований в практику и дана информация о опубликованных работах и структуре диссертации.

В первой главе диссертации "**Оценка уровня изучения проблемы в республике и за рубежом (обзор литературы)**" на основе анализа представленных в литературе данных рассматриваются факторы загрязнения гидросферы нефтепродуктами, влияние нефтепродуктов на флору, фауну и организм человека, токсикологические свойства, составные части углеводородов, физико-химические свойства и их взаимосвязь с объектами окружающей среды, допустимые нормы углеводородов в объектах окружающей среды, исследованы современные стандартные методы выделения и количественного анализа нефтепродуктов в природных и сточных водах. Анализ данных литературы показывает, что выделение нефтепродуктов в жидкой фазе и разработка новых методов определения количественного и фракционного состава, а также их внедрение в практику значительно ускоряют процесс анализа и повышают достоверность результатов анализа.

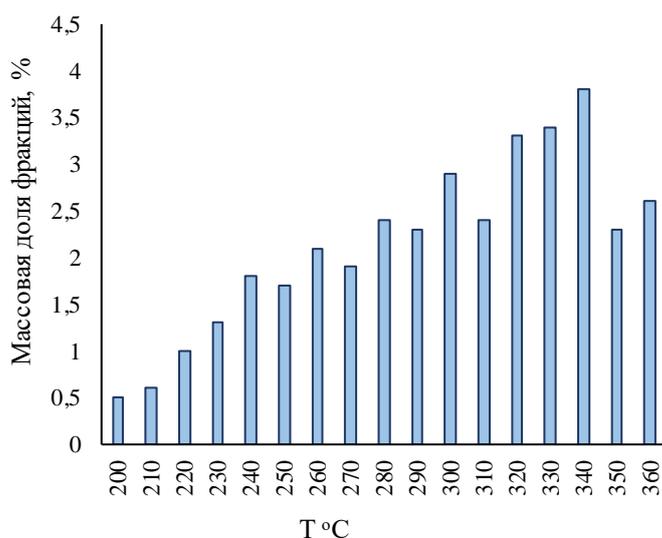
Во второй главе диссертационной работы “**Материалы, объекты и оборудование исследований**” приводятся сведения об оборудовании, приборах, химических веществах, применяемых в ходе исследования, международных стандартных образцах, методах приготовления основных и рабочих растворов нефтепродуктов, правилах отбора проб из водных ресурсов.

В третьей главе “**Этапы совершенствования пламенно-ионизационного детекторного газохроматографического метода обнаружения нефтепродуктов в водных ресурсах**” изучены и найдены оптимальные условия максимального извлечения фракционного состава и количества нефтепродуктов (неполярных и низкополярных углеводородов, C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>) методом хроматографической микроколонки с использованием органического растворителя из жидкой фазы: выбор органического растворителя, температура и время экстракции, среда жидкой фазы. Для научного исследования в первую очередь определяется химический состав нефтепродукта, полученного для исследования.

Содержание воды в нефтепродуктах определено на основании ГОСТа 2477-65.

$$W = V_{\text{H}_2\text{O}} 100/m_n = 0,08 \cdot 100/99,54 = 0,08\%$$

В ходе наших исследований было установлено, что в составе исследуемого нефтепродукта содержится 0,08% воды. На следующем этапе определялись фракции нефтепродуктов. Были изучены углеводородные фракции, образующиеся при нагревании нефтепродуктов на каждые 10°C. Анализ проводился на основе ГОСТа 11011-85. Из рисунка 1 видно, что с каждым повышением температуры на 10°C массовая доля фракций нефтепродуктов увеличивалась.



**Рисунок 1.** Приведена доля фракций, образованных при каждом повышении температуры на 10 °C.

Это говорит о том, что исследуемые нефтепродукты содержат большое количество высококипящих нефтепродуктов (C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>). Для анализа в первую очередь необходимо выбрать органический растворитель, который позволит максимально извлечь (экстрагировать) нефтепродукты из жидкой фазы. В качестве органических растворителей были выбраны хлороформ, гексан, четыреххлористый углерод, петролейный эфир, изогексан и пентан.

Были проверены отобранные органические растворители на соответствие уровню чистоты, указанному в их нормативных документах. Полученные результаты приведены в таблице 1.

**Таблица 1.**

Результаты газохроматографического анализа органических растворителей с масс-спектрометрическим детектором

№	Время выхода, мин	Название продукта	Количество продукта, %	Температура кипения, °С	Quality (качества), %	Cas-No
1	0.840	Пентан	94.20	36,1	84	000109-66-0
2	0.937	Гексан	99.14	68,7	80	000110-54-3
3	0.938	Изогексан	91.30	60,0	81	000107-83-5
4	1.092	Углерод четыреххлористый	96.27	76,72	90	000056-23-5
5	1.123	Петролейный эфир	88.47	70,0	92	008032-32-4
6	1.365	Хлороформ	99.75	61,2	96	000067-66-3

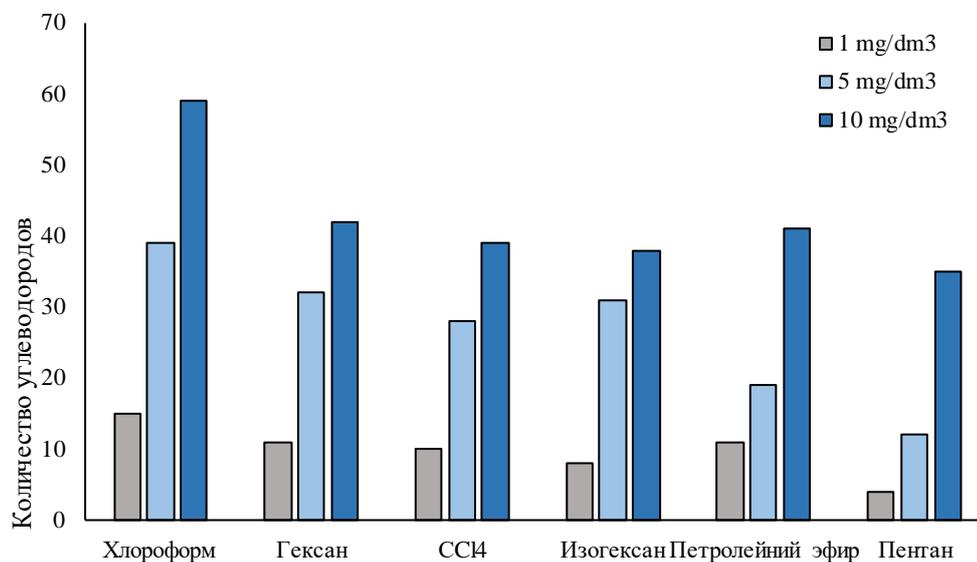
С помощью отобранных органических растворителей были извлечены нефтепродукты из искусственных образцов с точной концентрацией и проанализированы выделенные элюаты масс-спектрометрическим детекторным газохроматографическим методом с, изучено химический состав, концентрация, количество идентифицированных углеводородов и их изомерии. Результаты экстракции представлены на таблице 2.

**Таблица 2.**

Физико-химический состав идентифицированных углеводородов

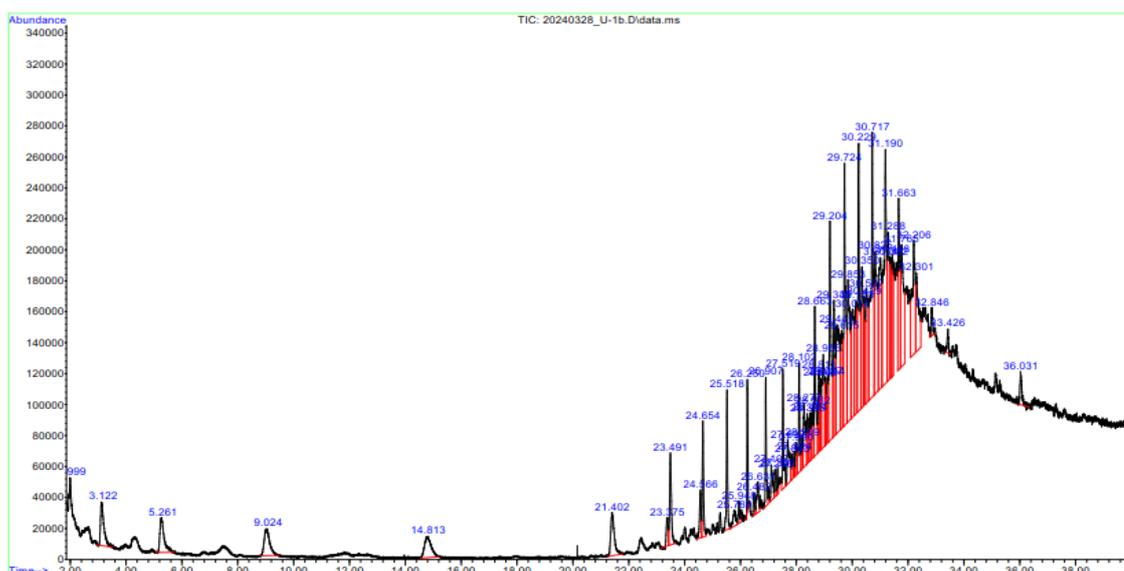
Органический растворитель	Время выхода и завершения, мин	Название продукта, тип углеводородов	Температура кипения продукта, °С	Количество продукта, %
Хлороформ	3.076-32.264	н-октана - тетраконтан (58 тип)	125,6-523	96,35
Гексан	21.391-32.252	н-декана - н-эйкосан (41 тип)	216-356	50,21
Углерод четыреххлористый	16.285-32.052	н-пентадекана - эйкозана (34 тип)	220-345	19,94

Анализ полученных хроматограмм показал, что были идентифицированы все около 60 нефтепродуктов, включенных в искусственные образцы, извлеченные с использованием хлороформа. Результаты экстракции показаны на рисунке 2.



**Рисунок 2.** Количество углеводородов, идентифицированных органическим растворителем

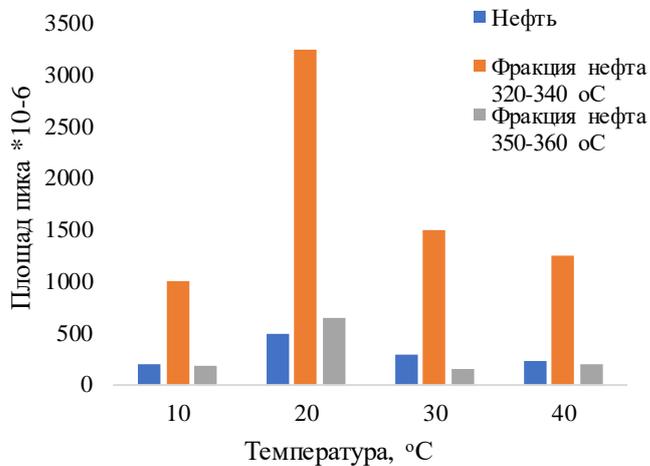
Хроматограмма искусственного образца экстрагированного хлороформом, представлена на рисунке 3.



**Рисунок 3.** Хроматограмма искусственного образца, экстрагированного хлороформом

Это указывает на то, что органический растворитель хлороформ может использоваться в качестве оптимального экстрагента с высокой селективностью в последующих экстракционных исследованиях.

В целях изучения зависимости температуры жидкости от экстракции, при экстракции нефтепродуктов из жидкой фазы, искусственный образец нефтепродукта с концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup> извлекали при 10, 20, 30 и 40°C и анализировали хроматограммы на газохроматографе с масс-спектрометрическим детектором. Результаты представлены на рисунке 4.



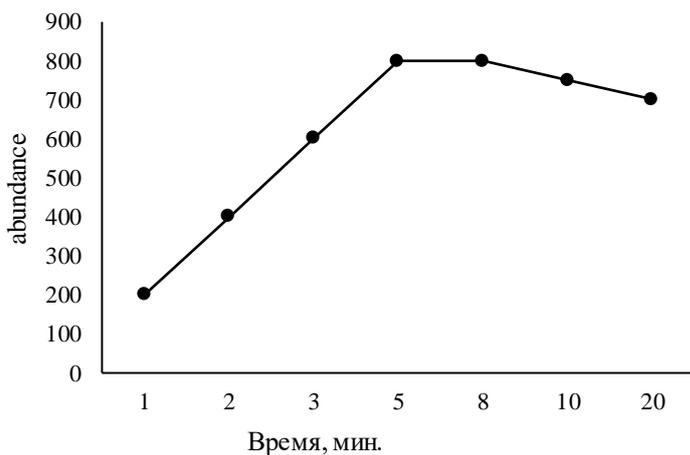
**Рисунок 4.** График температурной зависимости экстракции нефтепродуктов в жидкой фазе.

Согласно результатам анализа, повышение температуры для нефтяных и метановых масел ускоряет переход газообразных и твердых продуктов в газообразное состояние и приводит к потере углеводородных фракций. При понижении температуры нефтепродукты теряют подвижность, а вода, растворенная в нефтяной фракции, выделяется в виде кристалликов льда.

Парафиновые нефтепродукты, содержащиеся в нефтепродуктах, снижают температуру застывания и затвердевают в результате присутствия смолистых веществ при низких температурах.

При сравнении результатов хроматограммы видно, что эффект извлечения многих фракций нефтепродуктов из воды при температуре 20°C выше.

Искусственный образец с содержанием нефтепродуктов 10 мг/дм<sup>3</sup> для выбора оптимального времени экстракции нефтепродуктов 1, 2, 3, 5, 8, 10 и в течение 20 минут экстракция анализировала хроматограммы на газовом хроматографе с масс-спектрометрическим детектором. Результаты представлены на рисунке 5.



**Рисунок 5.** Зависимость извлечения нефтепродуктов из воды с помощью органического растворителя от времени.

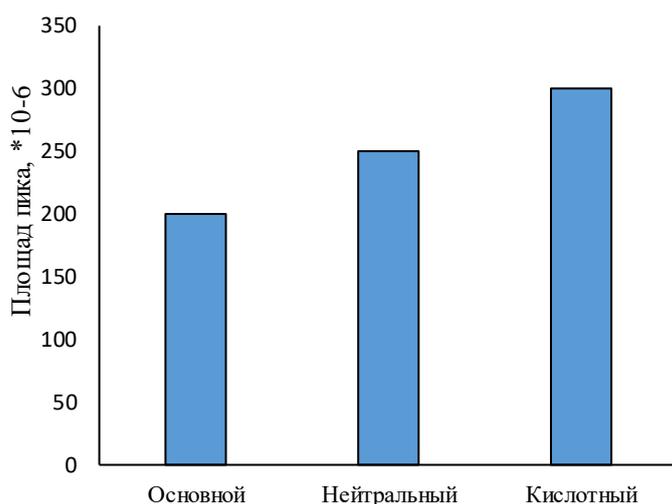
По результатам анализа можно увидеть, что с увеличением времени пики выбросов углеводородов увеличиваются вправо, а когда время достигает 5-8 минут и в следующую минуту пики перемещаются по прямой линии. Через 10-20 минут можно увидеть, что пики выбросов углеводородов направлены вниз. Это приводит к потере летучих углеводородов из-за увеличения времени экстракции.

Известно, что ионы более растворимы в кислых или щелочных средах, чем в нейтральных, эффективность экстракции слабых оснований выше при высоких значениях pH, а слабых кислот более эффективна при низких значениях pH. Для выбора оптимальной среды пробу, содержащую 10 мг/дм<sup>3</sup> нефтепродуктов, экстрагировали в трех различных средах и анализировали

хроматограммы на газовом хроматографе с масс-спектрометрическим детектором.

Сделан вывод, что оптимальное время для полной экстракции нефтепродуктов в жидкой фазе 5-8 минут.

Чтобы изучить влияние водной среды на экстракцию, экстракция проводилась в трех различных средах. Известно, что ионы более растворимы в кислой или щелочной среде, чем в нейтральной, при этом эффективность экстракции слабых оснований выше при более высоком значении рН, а у более слабых кислот эффективность экстракции выше при более низком рН. Для выбора оптимальной среды был получен анализ хроматограмм на газохроматографе с масс-спектрометрическим детектором путем экстракции образца с содержанием нефтепродуктов 10 мг/дм<sup>3</sup> в трех различных средах. Результаты представлены на рисунке 6.



**Рисунок 6.** Влияние среды воды на извлечение нефтепродуктов из воды.

На основании результатов анализа было установлено, что нефтепродукты высокомолекулярные компоненты различного состава и при действии кислоты образуют черные твердые продукты, нерастворимые в воде, а также при действии кислоты наблюдается увеличение свободных стабильных радикалов. Также при уменьшении рН среды наблюдалось увеличение образования пиков углеводов.

Это свидетельствует о преобладании в составе нефти соединений с сильным кислотно-основным составом. Таким образом, оптимальной средой для извлечения нефтепродуктов из воды является кислая среда ( $\text{pH} \geq 2$ ). Также в процессе анализа важно контролировать рН образца.

С целью извлечения нефтепродуктов из водных ресурсов и очистки их от полярных соединений были изучены возможности существующей жесткофазной микроэкстракции (ЖФМЭ) и новых предлагаемых методов хроматографической микроколонки. Из искусственных образцов, содержащих нефтепродукты 1,0; 5,0 и 10,0 мг/дм<sup>3</sup>, с помощью картриджа извлекали нефтепродукты и десорбировали их в 5,0; 10,0 и 20,0 мл органических растворителей. Результаты представлены в таблице 3.

Для анализа использовали жесткофазные картриджи микроэкстракции  $\text{C}_{18}$  SPE (функциональная группа –  $\text{C}_{18}$ , размер частиц 40-60 мкм, размер пор 120А, размер пор 0,8 см<sup>3</sup>/г, поверхность 480 м<sup>2</sup>/г. Активные октадицил силанольные группы взаимодействуя с двойными полярными группами

образуют гидрофобные группы. Картриджи  $C_{18}$  имеют высокое углеродное содержание и высокую гидрофобность, что увеличивает скорость и количество прохождения проб).

**Таблица 3.**

Результаты экстракции искусственных образцов методом жесткофазной микроэкстракции.

ЖФМЭ	Объем органического растворителя, мл	$C_{\text{нефть}}$ , мг/дм <sup>3</sup>	Погрешность, %
В составе искусственного образца содержится 1 мг/дм <sup>3</sup> нефтепродуктов			
$C_{18}$ SPE, 500 мг/6мл, площадь 480 м <sup>2</sup> /Г.	5,0	0,92±0,021	8,0
	10,0	0,94±0,021	6,0
	20,0	0,96±0,021	4,0
В составе искусственного образца содержится 5 мг/дм <sup>3</sup> нефтепродуктов			
$C_{18}$ SPE, 500 мг/6мл, площадь 480 м <sup>2</sup> /Г.	5,0	4,54±0,056	9,2
	10,0	4,60±0,056	8,0
	20,0	4,62±0,056	7,6
В составе искусственного образца содержится 10 мг/дм <sup>3</sup> нефтепродуктов			
$C_{18}$ SPE, 500 мг/6мл, площадь 480 м <sup>2</sup> /Г.	5,0	6,40±0,12	36
	10,0	7,02±0,12	30
	20,0	8,12±0,12	19

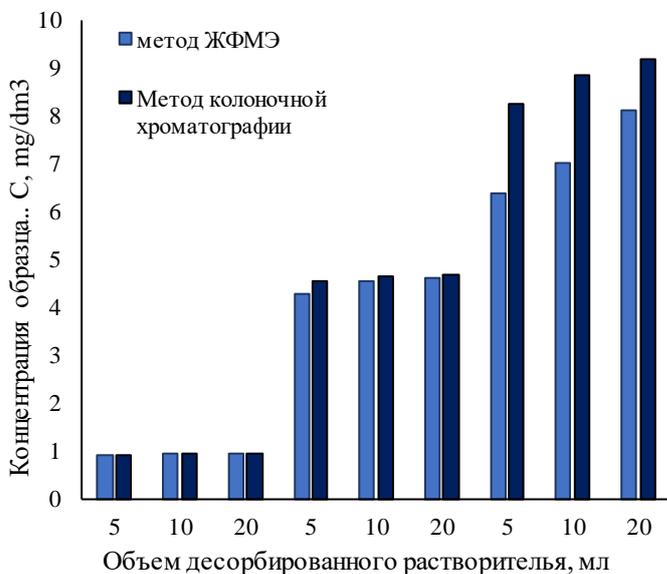
Из искусственных образцов, содержащих нефтепродукты 1,0; 5,0 и 10,0 мг/дм<sup>3</sup>, с помощью недавно разработанного хроматографического микроколонного метода извлекали нефтепродукты и десорбировали их в 5,0; 10,0 и 20,0 мл органических растворителей (колонка состоит из оборудования, с диаметром 0,7-1,0 см, длиной 6-10 см, со стандартным отверстием и поршнем, разделительную колонку промывают хлороформом и закрывают шлифом, в стеклянную колонку промытую экстрактом вставить стекловату, наливают 0,2-2,0 г оксида алюминия при 110°С в течение 4 часов сушат до постоянной массы, и для предотвращения реакции с воздухом горлышко колонки закрывают и устанавливают на штатив). Результаты представлены в таблице 4.

**Таблица 4.**

Результаты экстракции искусственных образцов хроматографическим микроколонным методом.

Объем полученного образца, мл	Объем органического растворителя, мл	$C_{\text{нефть}}$ , мг/дм <sup>3</sup>	Погрешность, %
В составе искусственного образца содержится 1 мг/дм <sup>3</sup> нефтепродуктов			
200 мл	5,0	0,92±0,021	8,0
	10,0	0,96±0,021	4,0
	20,0	0,96±0,021	4,0
В составе искусственного образца содержится 5 мг/дм <sup>3</sup> нефтепродуктов			
100 мл	5,0	4,54±0,056	9,2
	10,0	4,64±0,056	7,2
	20,0	4,70±0,056	6,0
В составе искусственного образца содержится 10 мг/дм <sup>3</sup> нефтепродуктов			
50 мл	5,0	8,26±0,12	17,4
	10,0	8,86±0,12	11,4
	20,0	9,20±0,12	8,0

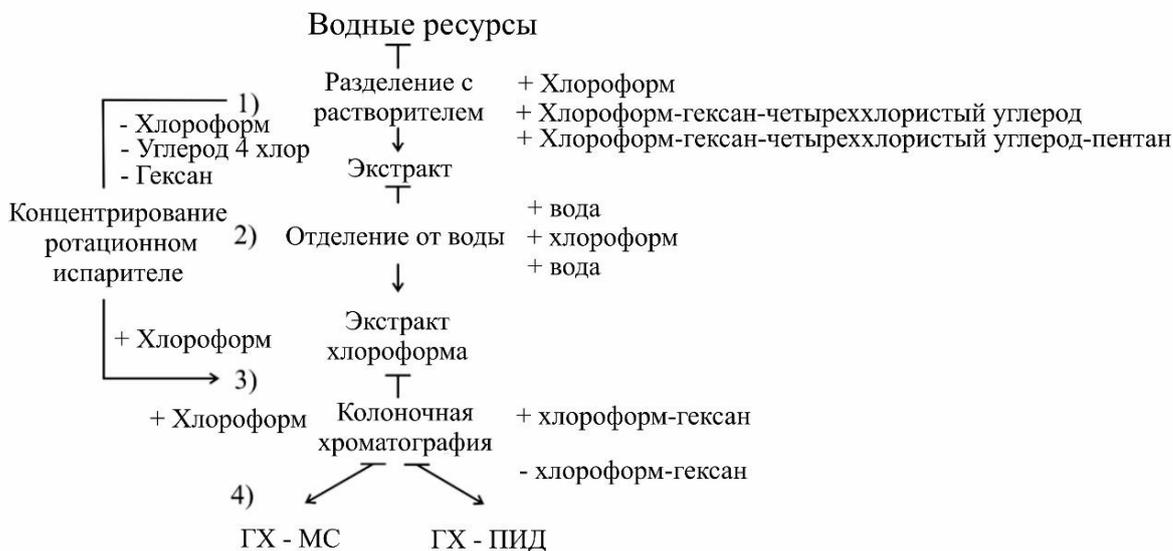
На основании результатов анализа сравнивались результаты недавно предложенного метода хроматографической микроколоники и метода ЖФМЭ (рис.7). Результаты сравнения показали, что метод ЖФМЭ увеличивает погрешность предела обнаружения при высоком содержании нефтепродуктов в воде. Картриджи ЖФМЭ содержали определенное количество адсорбентов, и по мере увеличения концентрации обнаруживаемого вещества сорбционная способность картриджа снижалась. Установлено, что экстракция методом ЖФМЭ требует большого объема органического экстрагента при десорбции вод с высокой концентрацией нефтепродуктов.



**Рисунок 7.** Результаты образцов, извлеченных с использованием нового микроколончатого хроматографического метода и ЖФМЭ.

Также было обнаружено, что для одного образца при высоком содержании нефтепродуктов в воде (в основном сточных водах) используют несколько картриджей ЖФМЭ. Было обнаружено, что предложенный новый метод хроматографической микроколоники обеспечивает максимальное извлечение для всех типов проб воды (природных, сточных и питьевых) и в водах, загрязненных нефтепродуктами в различных концентрациях.

Также было доказано, что метод хроматографической микроколоники снижает выбросы органических растворителей в атмосферу из-за меньшего расхода реагентов, а также возможность повторного использования хроматографической микроколоники является преимуществом.

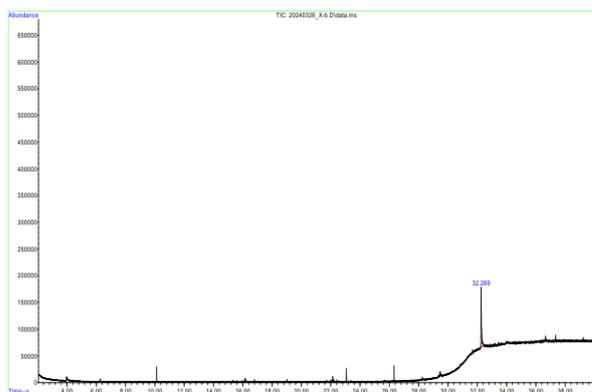


**Рисунок 8.** Схема подготовки проб для извлечения нефтепродуктов из проб воды.

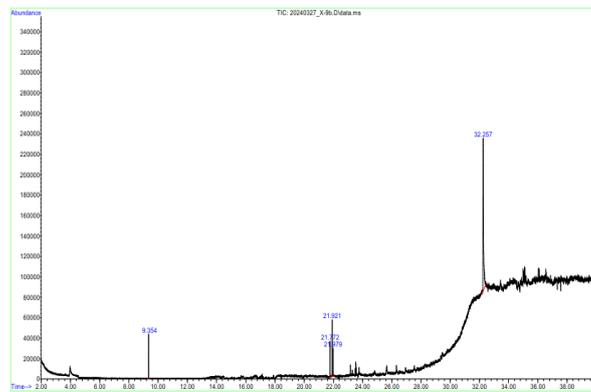
На основе представленных выше научно обоснованных результатов разработана оптимальная схема подготовки проб для извлечения нефтепродуктов методом хроматографической микроколоники в жидкой фазе с использованием органического растворителя (рис.8). Разработанная схема позволила обнаружить нефтепродукты в воде в диапазоне высоких ( $100 \text{ мг/дм}^3$ ) или наименьших ( $0,02 \text{ мг/дм}^3$ ) концентраций, используя метод хроматографических микроколонок с использованием небольшого количества органического растворителя и силикагеля.

На основе разработанной схемы были подготовлены искусственные пробы с концентрациями  $0,01$ ;  $0,02$ ;  $0,04$ ;  $0,06$  и  $0,1 \text{ мг/дм}^3$  соответственно для оценки порога обнаружения нефтепродуктов, выполнен анализ хроматограммы на газохроматографе с масс-спектрометрическим детектором. С целью оценки предела обнаружения искусственные образцы, приготовленные при низких концентрациях, анализировались газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектором.

Изучена возможность идентификации содержания углеводородов в искусственных образцах при наименьших концентрациях газохроматографическим методом с масс-спектрометрическим детектором. Результаты представлены на рис.9-10.



**Рисунок 9.** Хроматограмма искусственного образца с концентрацией нефтепродуктов  $0,01 \text{ мг/дм}^3$



**Рисунок 10.** Хроматограмма искусственного образца с концентрацией нефтепродуктов  $0,02 \text{ мг/дм}^3$

На основе результатов таблицы 4 и рисунка 9-10 рассчитаны пределы обнаружения углеводородов, идентифицированных газохроматографическим методом с масс-спектрометрическим детектором в искусственных образцах с концентрационным составом  $0,01$  и  $0,02 \text{ мг/дм}^3$ . Расчет нижних пределов обнаружения был выполнен на основе результатов градуировочного графика, основанного на единицах массовых долей стандартного отклонения. На основании результатов анализа было доказано, что нижний предел обнаружения общих нефтепродуктов составляет  $0,02 \text{ мг/дм}^3$ .

В четвертой главе **”Обоснование нового усовершенствованного газохроматографического метода с пламенно-ионизационным детектором существующими стандартными методами”** в целях оценки правильности нового усовершенствованного газохроматографического

метода был проведен анализ искусственных образцов с использованием стандартных методов, зарегистрированных в реестре стандартов Узбекистана и России. Для подтверждения метода использовали методы гравиметрический (МИВ 0697-2015, флуориметрический (ПНД Ф 118.3897485.13-92) и ИК-спектроскопии (МУК 4.1.1013-01).

Для оценки метода были подготовлены искусственные образцы с точным содержанием нефтепродуктов:

- ИО – 1, “введено” углеводородов – 0,5 мг/дм<sup>3</sup>;
- ИО – 2, “введено” углеводородов – 1,0 мг/дм<sup>3</sup>;
- ИО – 3, “введено” углеводородов – 5,0 мг/дм<sup>3</sup>;
- ИО – 4, “введено” углеводородов – 10,0 мг/дм<sup>3</sup>;

При оценке нового усовершенствованного метода и сравнении его со стандартными методами использовался метод “введено-найденно”. Результаты представлены в таблице 5.

**Таблица 5.**

Результаты определения содержания нефтепродуктов в искусственных образцах новыми усовершенствованными газохроматографическими и стандартными методами (P = 95, N = 3)

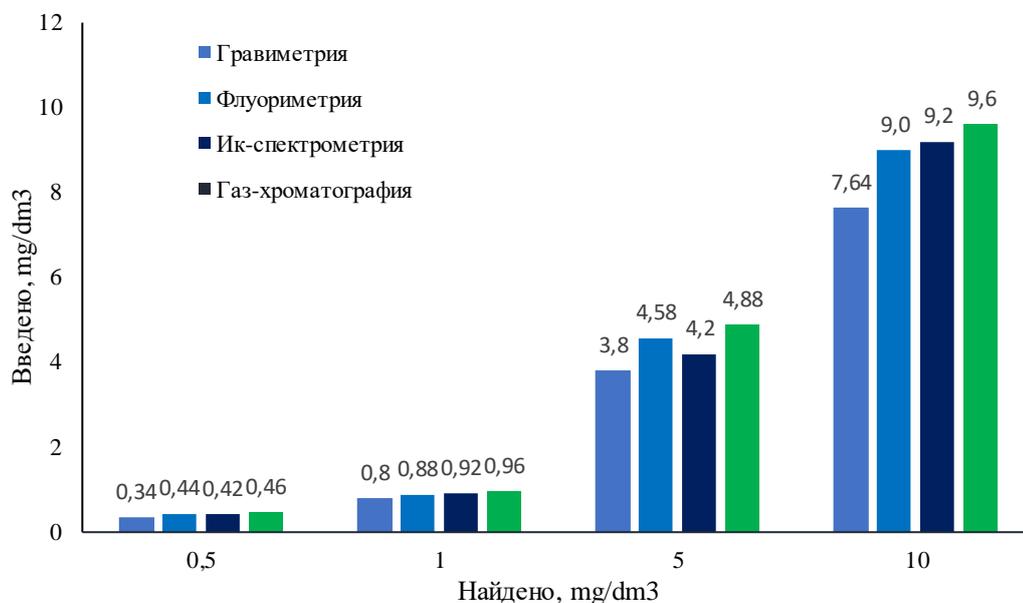
Метод	Название искусственного образца	Введено, мг/дм <sup>3</sup>	Найдено, мг/дм <sup>3</sup>	S	S <sub>r</sub>
Гравиметрический метод МИ Уз 0697-2015	ИО – 1	0,5	0,34±0,024	0,012	0,033
	ИО – 2	1,0	0,79±0,036	0,010	0,013
	ИО – 3	5,0	3,79±0,11	0,012	0,003
	ИО – 4	10,0	7,62±0,12	0,020	0,003
Флуориметрический метод ГОСТ 118.3897485.13-92	ИО – 1	0,5	0,43±0,020	0,023	0,054
	ИО – 2	1,0	0,86±0,021	0,015	0,018
	ИО – 3	5,0	4,55±0,101	0,030	0,007
	ИО – 4	10,0	9,20±0,096	0,080	0,009
Метод ИК-спектроскопии ГОСТ 4.1.1013-01	ИО – 1	0,5	0,40±0,011	0,020	0,050
	ИО – 2	1,0	0,94±0,028	0,020	0,021
	ИО – 3	5,0	4,24±0,103	0,040	0,010
	ИО – 4	10,0	9,64±0,14	0,040	0,004
Газохроматографический метод	ИО – 1	0,5	0,42±0,013	0,020	0,048
	ИО – 2	1,0	0,93±0,025	0,042	0,045
	ИО – 3	5,0	4,83±0,09	0,046	0,010
	ИО – 4	10,0	9,48±0,13	0,080	0,008

По результатам анализа сравнивались результаты стандартных методов и усовершенствованного газохроматографического метода. Результаты представлены на рисунке 11.

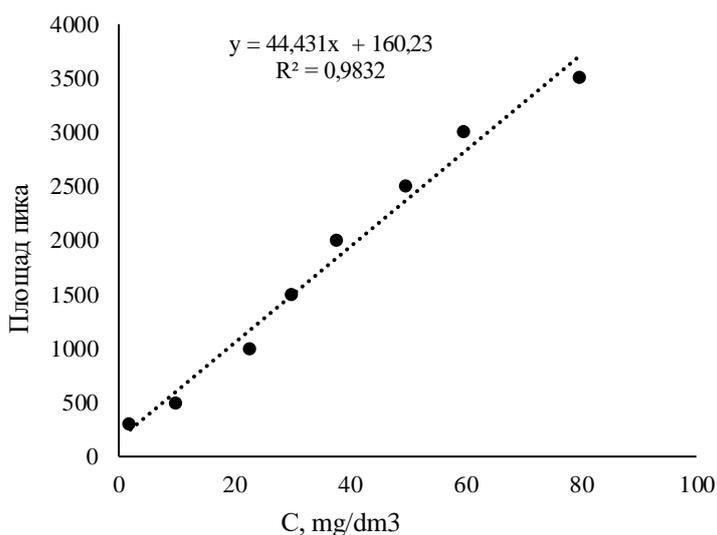
Как видно из таблицы 5 и рисунка 11, результаты проверки методом “введено-найденно” доказывают воспроизводимость и правильность разработанного метода. При этом относительное стандартное отклонение разработанного метода не превышает 0,048.

В пятой главе диссертации **"Метрологическое обоснование усовершенствованного газохроматографического метода с пламенно-**

**ионизационным детектором"** метрологические показатели нового усовершенствованного метода выполнены на основе стандарта ГОСТ 5725-2-2003 и стандарта РМГ 61-2010. Для оценки метрологических характеристик были подготовлены искусственные пробы нефтепродуктов с концентрациями от 1,0 до 120 мг/дм<sup>3</sup> с 8 различными концентрациями.



**Рисунок 11.** Результаты сравнительного анализа усовершенствованного газохроматографического метода и стандартных методов.



**Рисунок 12.** Кривая зависимости областей пиков нефтепродуктов от концентрации.

Для анализа искусственных образцов газохроматографическим методом с масс-спектрометрическим детектором брали по 1 мл образцов. Градуировочный график полученных результатов представлен на рисунке 12. Концентрация искусственных образцов взято в пределах 1,0-100,0 мг/дм<sup>3</sup>. Коэффициент приближения равен  $R^2=0,9832$ .

Усовершенствованный метод сравнивали с спектрофотометрическими и флуориметрическими методами ПНД Ф 118.3897485.13-92, МУК 14.1:2:4.5-95.

**Таблица 6**

Сравнение пламенно-ионизационного детекторного газохроматографического (ГХ-ПИД) и флуориметрического (I) методов определения нефтепродуктов в природных водах (N = 12, FL = 11, P = 0,95)

Объект анализа	ГХ-ПИД		I метод	
	Образец x, мг/дм <sup>3</sup>	S <sub>r</sub>	Образец x, мг/дм <sup>3</sup>	S <sub>r</sub>
Метод хроматографической микроколоники	0,52	0,038	0,50	0,040
t-критерий	t <sub>эксп</sub> =1,42; t <sub>табл</sub> =2,83		t <sub>эксп</sub> < t <sub>табл</sub>	
F-критерий	F <sub>эксп</sub> =3,18; F <sub>табл</sub> =4,47		F <sub>эксп</sub> < F <sub>табл</sub>	

Для каждого образца в целях оценки близости результатов параллельного определения проводились вычисления по двум независимым методам – фактора Стьюдента и фактора Фишера. Полученные результаты представлены в таблицах 6-8.

**Таблица 7**

Сравнение результатов пламенно-ионизационного детекторного газохроматографического (ГХ-ПИД) и спектрофотометрического (II) методов определения нефтепродуктов в сточных водах (n=12, fl=11, P=0,95)

Объект анализа	ГХ-ПИД		II метод	
	Образец x, мг/дм <sup>3</sup>	S <sub>r</sub>	Образец x, мг/дм <sup>3</sup>	S <sub>r</sub>
Метод хроматографической микроколоники	1,16	0,034	1,18	0,033
t-критерий	t <sub>эксп</sub> =1,36; t <sub>табл</sub> =2,83		t <sub>эксп</sub> < t <sub>табл</sub>	
F-критерий	F <sub>эксп</sub> =2,86; F <sub>табл</sub> =4,47		F <sub>эксп</sub> < F <sub>табл</sub>	

Сравнение результатов анализа на основе критериев Фишера и Стьюдента показывает, что вычисленные значения F- и T- критериев не превышают теоретических табличных значений. Это свидетельствует об отсутствии существенных различий между результатами методов анализа, а также систематических ошибок.

**Таблица 8**

Оценка конкурентоспособности пламенно-ионизационного детекторного газохроматографического метода определения нефтепродуктов с методами по ГОСТу

№	Определяемые параметры	Усовершенствованный метод	ПНД Ф 118.3897485.13-92 (флуориметрический метод)	МУК 14.1:2:4.5-95 (спектрофотометрический метод)
1	Среда, рН	$\geq 2$	2-3	$\leq 2$
2	Нижний предел определения	0,02	0,05	0,05
3	Органический реагент	Хлороформ	Гексан	Четырех хлористый углерод
4	Процесс экстракции	Хроматографическая микроколонка	Аппарат Сокслета	Центрифугирование и перегонка
5	$S_r$	0,034	0,040	0,033

Как видно из приведенных выше данных, усовершенствованный газохроматографический метод с пламенно-ионизационным детектором может быть использован для обнаружения нефтепродуктов в сточных и природных водах.

### ВЫВОДЫ

1. Были найдены и рекомендованы для применения оптимальные условия максимального извлечения нефтепродуктов из природных и сточных вод с помощью органических растворителей: органический растворитель - хлороформ, температура экстракции - 20°C, время экстракции 5-8 минут, среда воды  $pH \geq 2$ .

2. Для извлечения нефтепродуктов из жидкой фазы с помощью органического растворителя и очистки полученного элюата от полярных соединений был предложен метод хроматографической микроколонки с силикагелями  $Na_2SO_4$  и  $Al_2O_3$ .

3. Предложена схема анализа, позволяющая одновременно определять количество нефтепродуктов в водных ресурсах и определять фракционный состав.

4. С помощью разработанного газохроматографического метода с пламенно-ионизационным детектором установлен нижний предел определения количества нефтепродуктов, равный 0,02 мг/дм<sup>3</sup>, а конкурентоспособность усовершенствованного метода проверена методами ПНД Ф 118.3897485.13-92, МУК 14.1:2:4.5-95, флуориметрии и спектрофотометрии. Отсутствие систематических ошибок

усовершенствованного метода было доказано вычислением критериев Фишера и Стьюдента. Было замечено, что относительное стандартное отклонение разработанного метода не превышает 0,048.

5. Усовершенствованный газохроматографический метод извлечения и количественного определения нефтепродуктов в природных и сточных водах рекомендован для определения нефтепродуктов из пластовых вод Бухаро-Хивинских нефтегазовых месторождений в лаборатории «Гидрогеология нефти и газа» института «Геологии и разведки нефти-газовых месторождений».

6. С помощью усовершенствованного газохроматографического метода с пламенно-ионным детектором в Ферганской гидрогеологической станции, при «Узбекгидрогеология», в рамках проекта по теме «Ведение государственного мониторинга подземных вод на территории Ферганской области», проводили идентификацию и фракционирование нефтепродуктов в поверхностных, подземных и сточных водах, а также их экологическую оценку, результаты рекомендованы к применению на практике.

**SCIENTIFIC COUNCIL DSc.03/30.12.2019.K.01.03 FOR AWARDING  
THE SCIENTIFIC DEGREE OF DOCTOR OF SCIENCES AT THE  
NATIONAL UNIVERSITY OF UZBEKISTAN**

---

**NATIONAL UNIVERSITY OF UZBEKISTAN**

**MEYLIEVA MUNISKHON NORMUMINOVNA**

**IMPROVING THE GAS CHROMATOGRAPHIC METHOD FOR  
DETERMINING PETROLEUM PRODUCTS IN WASTE AND NATURAL  
WATERS**

**02.00.02 – analytical chemistry**

**ABSTRACT OF THE DISSERTATION OF DOCTOR  
OF PHILOSOPHY IN CHEMICAL SCIENCES (PhD)**

**Tashkent – 2024**

**The title of the doctor of philosophy (PhD) has been registered by the Supreme Attestation Commission at the Ministry of Higher education, science and innovations of the Republic of Uzbekistan with registration number B2024.2.PhD/K754.**

The dissertation was completed at the State Institution “Institute of Hydrogeology and Engineering Geology”.

The abstract of the dissertation in three languages (Uzbek, Russian and English (resume)) is available online of the Scientific council [www.ik-kimyo.nuu.uz](http://www.ik-kimyo.nuu.uz) and on the website of ZiyONET information-educational portal [www.ziyonet.uz](http://www.ziyonet.uz).

**Scientific adviser:**

**Smanova Zulayho Asanaliyeva**  
doctor of Chemical Sciences, professor

**Reviewer:**

**Abduraxmonov Ergashboy**  
doctor of Chemical Sciences, professor

**Ziyavitdinov Jamolitdin Fazlitdinovich**  
doctor of Chemical Sciences, professor

**Lead organization:**

Tashkent Pharmaceutical Institute

The defense of the dissertatsion will take place on «23» 11 2024 at 09<sup>00</sup> o'clock at a meeting of the Scientific council DSc.03/30.12.2019.K.01.03 at the National university of Uzbekistan. (Adress: 100174, Tashkent, University str, 4. Ph: (99871) 227-12-24, fax: (+99871) 246-02-24 e-mail: [ilmiy\\_kengash@nuu.ru](mailto:ilmiy_kengash@nuu.ru)).

The dissertatsion can be reviewed at the Information and Resource Center of the National university of Uzbekistan ( registration number 115) (Adress: 100174, Tashkent, University str, 4. Ph: (99871) 227-12-24, fax: (+99871) 246-02-24

The abstract of the dissertation was sent out “\_\_\_\_\_” \_\_\_\_\_ 2024  
(mailing protocol register No. 28 dated “\_\_\_” \_\_\_\_\_ 2024)

**Sh.Sh.Daminova**

Deputy Chairman of the Scientific Council for  
awarding academic degrees, Doctor of Chemical Sciences,  
professor

**N.H. Kutlimurotova**

Scientific Secretary of the Scientific Council for  
awarding academic degrees, Doctor of Chemical Sciences,  
professor

**B.N.Babaev**

Chairman of the scientific seminar at  
Scientific Council for the Award  
scientific degrees, Doctor of Chemical Sciences, Associate professor

## **Introduction (abstract to the dissertation of Doctor of Philosophy (PhD))**

**The purpose of the study is** to improve the gas chromatographic method for determining petroleum products in waste and natural waters.

**The object of research work is** the artificial mixtures containing petroleum products, wastewater and natural water samples taken from real objects.

### **The scientific novelty of the study is as follows:**

- optimal conditions for maximum extraction of fractions and quantities of petroleum products from water bodies were determined, regardless of the type of water bodies (underground and surface, waste, drinking water) and the concentration of petroleum products in the liquid phase ( $>0.02 \text{ mg/dm}^3$ ): organic solvent-chloroform, temperature -  $20^\circ\text{C}$ , extraction time 5-8 minutes, medium with  $\text{pH} \geq 2$ .

- the gas chromatographic method has been improved through the use of a new localized "chromatographic microcolumn" for maximum extraction of fractions and quantities of total petroleum products in the liquid phase;

- the gas chromatographic method with an express flame ionization mass spectrometric detector has been improved for the extraction of petroleum products from water resources using the chromatographic microcolumn method and quantitative and qualitative (identification) analysis in the conditions of selection of organic solvents and sample preparation;

- using an improved gas chromatographic method with a mass spectrometric detector, fractions of petroleum products contained in existing objects of observation drilling wells and wastewater samples at real objects were identified for the first time;

- using an improved method, artificial samples were analyzed and the relative standard deviation was proven to be less than 0,048 compared to existing standard gravimetric, fluorometric and IQ spectroscopy methods.

### **Implementation of research results.**

Based on the results of improving the gas chromatographic method for determining petroleum products in waste and natural waters: samples of waste, underground and formation waters prepared using the optimal method (organic solvent for maximum extraction of petroleum product fractions - chloroform, extraction temperature -  $20^\circ\text{C}$  and extraction time 5-8 minutes, aqueous medium  $\text{pH} \geq 2$ ), were used in the laboratories of the Fergana Hydrogeological Station and the Institute of Geology and Exploration of Oil and Gas Fields (Certificate of the Ministry of Mining and Geology dated July 2, 2024 No. 08-2330). As a result, it was found possible to select the optimal organic solvent for the extraction of petroleum products from water resources, significantly speed up the extraction process and qualitatively purify the eluate.

An improved gas chromatographic method for determining petroleum products in the liquid phase by a chromatographic microcolumn method using an organic solvent has been introduced into the activities of the Institute of Geology and Exploration of Oil and Gas Fields and the Fergana Hydrogeological Station (Certificate of the Ministry of Mining and Geology dated July 2, 2024 No. 08-2330). The result made it possible to effectively separate and quantify fractions of petroleum products from water resources, regardless of the concentration of petroleum products in them ( $>0.02 \text{ mg/dm}^3$ ).

**Structure and scope of the dissertation.** The content of the dissertation consists of an introduction, five chapters, a conclusion, a list of references and applications. The volume of the dissertation is presented in 130 pages.

**E'lon qilingan ishlar ro'yxati**  
**Список опубликованных работ**  
**List of published works**  
**I bo'lim (часть I; part I)**

1. Мейлиева М.Н. Опыт определение свободных цианид-ионов в природных и нефтяных водах методом титрования с помощью нитратов серебра // Жур. “Геология и минеральные ресурсы”, 2021. № 1.- С. 49-52. (04.00.00. № 2)
2. Meyliyeva M.N., Smanova Z.A., Axmadjonov U.G., Ermatova A.A. Suv resurslaridan neft mahsulotlarini kolonkali xromatografiya yordamida ajratib olish usulini baholash // Kompozitsion materiallar ilmiy texnikaviy va amaliy jurnali, 2024. №2. - В. 35-38 (02.00.00. № 4)
3. Айтметова Н.Р., Мейлиева М.Н. Подземные минеральные воды как базис санитарно-курортного развития Ташкентской области / Eurasian Journal of Academic research, -2022. Т.1. №9. - С. 228-233.
4. Meyliyeva M., Tursunova S., Jumayeva E., Smanova Z. Yer osti suvlarining azot birikmalari bilan ifloslanish omillari va nitrat ionlarining miqdoriy tahlili / Jurnal “Ekologiya xabarnomasi” / SINCE1995. 2/2024. - В. 57-63 (02.00.00, № 1)

**II bo'lim (часть II; part II)**

1. Meyliyeva M.N. Oqava va tabiiy suvlar tarkibida neft mahsulotlarini gravimetrik aniqlash usuli / “Yer haqidagi fanlarning dolzarb muammolari” mavzusidagi Respublika ilmiy va amaliy-texnik konferensiya. Mirzo Ulug‘bek nomidagi O‘zbekiston Milliy Universiteti – Tashkent. 2024. 26-aprel. - В. 308-311.
2. Мейлиева М.Н. Определение основных химических показателей питьевой воды в лабораторных условиях / “Влияние природных глобальных изменений и техногенных условий на гидрогеологические, инженерно-геологические и геоэкологические процессы: анализ результатов и прогнозирование развития”. Международная конференция – Ташкент. 2018. 12 октябрь. - С. 57-60.
3. Meyliyeva M.N. Yer osti va yer usti suvlarini neft mahsulotlari bilan ifloslanish omillari va tabiiy obyektlarga ta'sirini fluorimetrik tahlil usulida baholash / Tabiiy fanlar sohasidagi dolzarb muammolar va innovatsion texnologiyalar mavzusidagi Xalqaro ilmiy-amaliy konferensiya. – Tashkent. 2024y. 4-5-aprel. - В. 116-119.
4. Мейлиева М.Н. Определение свободных цианид-ионов в природных и нефтяных водах методом титрования нитратом серебра // O‘zbekistonda geografiya fanining dolzarb masalalari // Respublika ilmiy-amaliy konferensiya – Termiz. 2020y. 11 noyabr. - С. 401-404.
5. Мейлиева М.Н. Методы изучения очистки сточных и природных вод от нефтепродуктов / Научно инновационные аспекты современных гидрогеологических, инженерно-геологических и геоэкологических

исследований / Республиканская научно техническая конференция – Ташкент. 2022г. 14-октябрь. - С. 97-100.

6. Qayumova D.T., Bakiyev S.A., Meyliyeva M.N. Загрязнение поверхностных т подземных вод тяжелыми металлами (свинец, кадмий, медь, цинк, никель и др) Средней Азии / Jurnal. “Yoshlar va geologiya” – Toshkent – 2021/ - С. 41-47.

7. Meyliyeva M.N., Smanova Z.A. Разработка экспрессной методики определения ионов тяжелых металлов в объектах окружающей среды / Интеграция науки и практики как механизм эффективного развития геологической отрасли Республики Узбекистан. Международная научно-техническая конференция. Ташкент. 2016 й. - С. 68-70.