

М Е Т О Д Ы   В   Х И М И И

Ю. С. Другов, А. А. Родин

# **ПРОБОПОДГОТОВКА В ЭКОЛОГИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ**

**ПРАКТИЧЕСКОЕ РУКОВОДСТВО**

6-е издание, электронное



Москва  
Лаборатория знаний  
2020

УДК 543.544  
ББК 24.4  
Д76

*Серия основана в 2003 г.*

**Другов Ю. С.**

**Д76** Пробоподготовка в экологическом анализе : практическое руководство / Ю. С. Другов, А. А. Родин. — 6-е изд., электрон. — М. : Лаборатория знаний, 2020. — 858 с. — (Методы в химии). — Систем. требования: Adobe Reader XI ; экран 10". — Загл. с титул. экрана. — Текст : электронный.

ISBN 978-5-00101-787-5

В практическом руководстве подробно обсуждаются методы пробоподготовки в практической экоаналитике при определении загрязняющих веществ в воздухе, воде, почве, биосредах и продуктах питания. Особое внимание уделено новейшим методам извлечения из матриц (твердофазная экстракция, сверхкритическая флюидная хроматография, экстракция в микроволновом поле, экстракция водой в сверхкритическом состоянии и сочетание этих методов с дериватизацией целевых компонентов). Представлены многие стандартные методики.

Для химиков-аналитиков, выполняющих экологические анализы, студентов и аспирантов химических вузов и учебных заведений экологического направления.

**УДК 543.544  
ББК 24.4**

**Деривативное издание на основе печатного аналога:** Пробоподготовка в экологическом анализе : практическое руководство / Ю. С. Другов, А. А. Родин. — 3-е изд., доп. и перераб. — М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. — 855 с. : ил. — (Методы в химии). — ISBN 978-5-94774-764-5.

**В соответствии со ст. 1299 и 1301 ГК РФ при устранении ограничений, установленных техническими средствами защиты авторских прав, правообладатель вправе требовать от нарушителя возмещения убытков или выплаты компенсации**

ISBN 978-5-00101-787-5

© Лаборатория знаний, 2015

# Оглавление

---

Некоторые обозначения и сокращения, используемые в книге .....	3
<b>Введение</b> .....	5
<b>Глава I. Воздух</b> .....	7
1. Отбор проб воздуха в контейнеры .....	11
1.1. Типы контейнеров .....	12
1.2. Возможные артефакты .....	15
1.3. Практическое использование контейнеров .....	17
1.4. Технология пробоотбора с использованием канистра .....	24
2. Абсорбционное улавливание загрязнений воздуха .....	29
2.1. Типы абсорберов .....	30
2.2. Использование абсорберов в практике анализа загрязненно- го воздуха .....	31
2.3. Возможные артефакты .....	37
2.4. Повторное концентрирование .....	40
2.5. Дериватизация .....	44
2.5.1. Фотометрические методы .....	44
2.5.2. Тонкослойная хроматография .....	45
2.5.3. Высокоэффективная жидкостная хроматография .....	49
2.5.4. Газовая хроматография .....	55
2.5.4.1. Карбонильные соединения .....	55
2.5.4.2. Амины и гидразины .....	63
2.5.4.3. Фенолы и хлорфенолы .....	66
2.5.4.4. Циановодородная кислота и ее производные .....	67
2.5.4.5. Карбоновые кислоты .....	69
2.5.4.6. Соединения серы и фосфора .....	70
2.5.4.7. Фтор и его соединения .....	72
2.5.4.8. Определение хлора и его соединений .....	74
2.5.4.9. Определение озона .....	76
2.5.4.10. Определение оксидов азота .....	77
3. Криогенное концентрирование .....	81
3.1. Криогенные ловушки .....	83
3.2. Возможные артефакты. Осушка пробы .....	86
3.3. Криофокусирование .....	91
3.4. Практика криогенного пробоотбора в определении загрязне- ний воздуха .....	96
3.4.1. Моноксид углерода .....	96
3.4.2. Гидриды .....	97
3.4.3. Азотсодержащие неорганические газы .....	98
3.4.4. Соединения серы .....	98
3.4.5. Углеводороды .....	100
3.4.6. Галогенсодержащие углеводороды .....	101
3.4.7. Альдегиды и кетоны .....	106
3.5. Микроловушки .....	104
4. Сорбция (адсорбция) .....	109
4.1. Активный уголь .....	115
4.2. Углеродсодержащие сорбенты .....	120
4.3. Пористые полимерные сорбенты .....	125

4.3.1. Тенаксы	127
4.3.2. Порапаки	132
4.3.3. Полисорбы	135
4.3.4. Новые отечественные полимерные сорбенты	139
4.3.5. Полидифенилфталиды	142
4.3.6. Хромосорбы	151
4.3.7. Полимерные смолы ХАД	152
4.3.8. Пенополиуретан	154
4.4. Колоночные сорбенты	155
4.5. Силикагель	157
4.6. Молекулярные сита	163
4.7. Оксид алюминия	164
4.8. Многослойные ловушки	165
4.9. Пассивный пробоотбор	166
4.10. Хемосорбенты. Дериватизация	172
4.11. Улавливание аэрозолей	180
4.11.1. Фильтры	182
4.11.1.1. Металлы и металлоорганические соединения	186
4.11.1.2. Органические соединения	187
4.11.2. Комбинированные ловушки	191
4.11.3. Твердофазная микроэкстракция	196
5. Приготовление концентрационных трубок с сорбентом	196
6. Выбор оптимальных условий сорбции примесей	201
6.1. Селективность сорбентов	202
6.2. Возможные артефакты. Реакционно-сорбционное концентрирование	205
6.3. Влияние условий пробоотбора на эффективность сорбции примесей	210
6.3.1. Свойства соединения	212
6.3.2. Природа сорбента	214
6.3.3. Скорость потока воздуха	218
6.3.4. Объем отобранного воздуха	219
6.3.5. Температура концентрирования	220
6.3.5а. Влажность воздуха	220
6.3.6. Соадсорбция	221
6.3.7. Концентрация	222
6.4. Десорбция примесей из сорбента	224
6.4.1. Экстракция растворителем	224
6.4.2. Экстракция в аппарате Сокслета	226
6.4.3. Термодесорбция	227
6.5. Влияние условий экстракции на полноту извлечения примесей	232
6.6. Повышение эффективности десорбции	239
6.7. Выбор способа пробоотбора	241
6.8. Метрологическая оценка результатов измерений в анализе загрязненного воздуха	246
Литература	254
<b>Глава II. Вода</b>	<b>265</b>
1. Проблемы аналитического контроля загрязнений воды	265
1.1. Питьевая вода и здоровье	266
1.2. Оценка загрязненности воды	271
1.3. Приоритетные загрязнители воды	275
2. Методы извлечения загрязняющих веществ из воды	285
2.1. Прямая инъекция	285
2.1.1. Хроматографические методы	286
2.1.2. Спектральные методы	294
2.1.3. Электрохимические методы	299
2.2. Жидкостно-жидкостная экстракция	301
2.2.1. Стандартные зарубежные методики	310

2.2.1.1. Среднелетучие органические соединения . . . . .	310
2.2.1.2. Полициклические ароматические углеводороды . . . . .	315
2.2.1.3. Фенолы . . . . .	332
2.2.2. Стандартные российские методики . . . . .	339
2.2.2.1. Хлорированные углеводороды . . . . .	339
2.2.2.2. Нефтепродукты . . . . .	348
2.2.2.3. Симм-триазиновые гербициды в морской воде . . . . .	357
2.2.2.4. Фенолы в морской воде . . . . .	364
2.2.2.5. Тяжелые металлы в морской воде . . . . .	376
2.2.2.6. Гидразины . . . . .	381
2.2.3. Картриджи для жидкостной экстракции . . . . .	393
2.2.4. Дериватизация . . . . .	394
2.2.4.1. Анилины и нитроароматические соединения . . . . .	403
2.2.4.2. Бензидины . . . . .	406
2.2.4.3. Оловоорганические соединения . . . . .	410
2.2.4.4. Гербициды на основе феноксиуксусных кислот и бентазон . . . . .	424
2.2.5. Очистка образца перед анализом . . . . .	429
2.3. Твердофазная экстракция . . . . .	430
2.3.1. Теория и практика твердофазной экстракции . . . . .	432
2.3.2. Рутинные анализы . . . . .	438
2.3.2.1. Фталаты . . . . .	438
2.3.2.2. Фенолы . . . . .	439
2.3.2.3. Полициклические ароматические углеводороды . . . . .	443
2.3.2.4. Пестициды . . . . .	445
2.3.2.5. Гологенуглеводороды . . . . .	449
2.3.2.6. Металлы . . . . .	451
2.3.3. Стандартные методики . . . . .	457
2.3.3.1. Органические соединения средней летучести . . . . .	457
2.3.3.2. Хлор-, азот- и фосфорорганические пестициды, полихлорированные бифенилы (ПХБ) и полибромированные бифенилы (ПББ) . . . . .	464
2.3.3.3. Фенолы . . . . .	475
2.3.3.4. Гербициды на основе феноксиуксусных кислот и бентазон . . . . .	480
2.3.3.5. Гербициды на основе фенилмочевины и пирозон . . . . .	486
2.3.3.6. Триазиновые гербициды . . . . .	491
2.3.3.7. Унифицированные отечественные методики определения пестицидов в воде . . . . .	499
2.3.4. Мембранные методы . . . . .	501
2.3.5. Извлечение аналита из сорбционных ловушек . . . . .	510
2.3.6. Экстракция на палочке магнитной мешалки . . . . .	511
2.3.7. Иммуноаффинная пробоподготовка образцов . . . . .	513
2.4. Твердофазная микроэкстракция . . . . .	516
2.5. Газовая экстракция . . . . .	529
2.5.1. Рутинные анализы . . . . .	536
2.5.2. Стандартные методики . . . . .	537
2.5.2.1. Летучие органические соединения . . . . .	537
2.5.2.2. Хлоральгидрат . . . . .	553
2.5.3. Спрей-экстракция . . . . .	556
2.6. Статический и динамический паровфазный анализ . . . . .	557
2.6.1. Ароматические и галогенуглеводороды . . . . .	558
2.6.2. Летучие органические соединения . . . . .	562
2.7. Микроволновая пробоподготовка . . . . .	566
2.8. Системы ввода пробы . . . . .	575
2.9. Заключение . . . . .	577
Литература . . . . .	579

<b>Глава III. Почва</b>	<b>589</b>
1. Эколого-химическая характеристика почвы	589
2. Артефакты в анализе загрязнений почвы	593
3. Отбор проб	595
4. Извлечение загрязняющих веществ из почвы	597
4.1. Термодесорбция	598
4.1.1. Летучие органические соединения	599
4.1.2. Малолетучие органические соединения	605
4.1.3. Металлоорганические соединения	607
4.2. Жидкостная экстракция	608
4.2.1. Полициклические ароматические углеводороды	611
4.2.2. Взрывчатые и отравляющие вещества	615
4.2.3. Гептил	616
4.2.4. Фенолы	618
4.2.5. Пестициды и полихлорбифенилы	620
4.2.6. Сложные смеси загрязнений	626
4.2.7. Диоксины	629
4.2.8. Металлоорганические соединения	633
4.2.9. Другие загрязнители	638
4.3. Экстракция субкритической водой	639
4.3.1. Полициклические ароматические углеводороды	639
4.3.2. Пестициды и полихлорированные бифенилы	640
4.4. Сверхкритическая флюидная экстракция	643
4.4.1. Пестициды, ПАУ, ПХБ и диоксины	650
4.4.2. Металлоорганические соединения	654
4.5. Экстракция в микроволновом поле	656
4.5.1. Фенолы, ПАУ и пестициды	657
4.5.2. Металлоорганические соединения	660
4.6. Парофазный анализ	662
5. Стандартные методики	665
5.1. Определение остаточных количеств Десмедифама в воде, почве, корнеплодах и зеленой массе сахарной, столовой и кормовой свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии	665
5.2. Методика выполнения измерений массовой доли бенз(а)пирена в продовольственном сырье, пищевых продуктах и почве методом высокоэффективной жидкостной хроматографии	678
5.3. Хромато-масс-спектрометрическое определение летучих органических веществ в почве и отходах производства и потребления	692
5.4. Определение металлов	700
Литература	702
<b>Глава IV. Биосреды</b>	<b>709</b>
1. Кровь и моча	710
1.1. Металлы и металлоорганические соединения	710
1.2. Летучие органические соединения	714
1.3. Неорганические соединения	717
2. Волосы, ногти, кожа	721
3. Выдыхаемый воздух	724
4. Биологические материалы	726
4.1. Биологические ткани	727
4.1.1. Органические соединения олова	729
4.1.2. Органические соединения ртути и свинца	730
4.1.3. Соединения мышьяка и селена	732
4.1.4. Диоксины	733
4.2. Микроорганизмы и растения	733
4.3. Лекарства в биосредах	740
4.3.1. Моча	741

4.3.2. Кровь .....	751
4.3.3. Токсичные примеси в лекарствах .....	756
5. Стандартные методики .....	758
Литература .....	758

## Глава V. Пищевые продукты 763

1. Химическое загрязнение продуктов питания и здоровье населения .....	764
2. Газовая хроматография .....	770
2.1. Пестициды .....	772
2.1.1. Традиционные методы извлечения .....	772
2.1.2. Твердофазная микроэкстракция .....	777
2.1.3. Твердофазная дисперсия матрицы .....	778
2.1.4. Унифицированные методики .....	780
2.2. Летучие органические соединения .....	781
2.2.1. Консервирование и упаковка продуктов .....	781
2.2.2. Алкогольные напитки .....	785
2.3. Металлы и металлоорганические соединения .....	789
2.4. Диоксины .....	789
3. Высокоэффективная жидкостная хроматография .....	793
3.1. Подготовка образца .....	794
3.1.1. Этапы подготовки образца .....	794
3.1.2. Твердые образцы .....	797
3.1.3. Жидкие образцы .....	799
3.2. Способы получения химических производных .....	801
3.2.1. Добавление хромофорных групп .....	801
3.2.2. Добавление флуоресцентной метки .....	801
3.2.3. Получение производных до разделения на колонке или после разделения на колонке .....	802
3.2.4. Автоматическое получение производных .....	802
3.2.5. Микроволновая подготовка проб в анализе пищевых продуктов .....	803
3.3. Примеры определения остаточных и загрязняющих веществ .....	806
3.3.1. Остатки химиотерапевтических и противопаразитарных лекарственных средств .....	806
3.3.2. Лекарственные препараты тетрациклинового ряда .....	808
3.3.3. Микотоксины .....	809
3.3.4. Пестициды .....	812
3.3.5. Карбаматные пестициды .....	814
3.3.6. Глифосат .....	815
3.4. Стандартные российские методики .....	817
3.4.1. Определение массовой концентрации микотоксинов в продовольственном сырье и продуктах питания. Подготовка проб методом твердофазной экстракции (Методические указания МУК 4.1.787-99) .....	818
3.4.1.1. Афлатоксин В1 (АТ-В1), зеараленон (ЗОН), дезоксиниваленол (ДОН) и токсин Т-2 (Т-2) .....	820
3.4.1.2. Афлатоксин М1 .....	825
3.4.2. Определение содержания химических элементов в диагностируемых биосубстратах, поливитаминных препаратах с микроэлементами, в биологически активных добавках к пище и в сырье для их изготовления методом атомной эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной аргонной плазмой .....	832
3.4.3. Определение химических элементов в биологических средах и препаратах методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой .....	846
Литература .....	847