

# Оглавление

<b>ПРЕДИСЛОВИЕ КО ВТОРОМУ ИЗДАНИЮ</b> .....	3
<b>ВВЕДЕНИЕ</b> .....	5
<b>Глава I. ПРОБЛЕМЫ ИДЕНТИФИКАЦИИ ТОКСИЧНЫХ ВЕЩЕСТВ</b> ..	7
1. Современные методы определения загрязнений .....	7
2. Определение загрязнений воздуха, воды и почвы методом газовой хроматографии .....	10
2.1.Arteфакты на стадии пробоотбора загрязнений воздуха .....	12
2.1.1. Процессы сорбции .....	14
2.1.2. Химические реакции .....	16
2.1.3. Соедсорбция примесей .....	20
2.2. Arteфакты при извлечении примесей из ловушки .....	21
2.2.1. Термодесорбция .....	21
2.2.2. Экстракция .....	24
2.3. Arteфакты при хроматографировании загрязняющих веществ .....	27
3. Arteфакты в анализе загрязнений почвы .....	31
4. Arteфакты в анализе загрязнений воды .....	33
4.1. Методы испарения .....	34
4.2. Жидкостная экстракция .....	34
4.3. Сорбционное концентрирование .....	36
4.4. Направленная кристаллизация (вымораживание) .....	40
4.5. Мембранные методы .....	40
4.6. Газовая экстракция (стриппинг) .....	40
5. Проблема идентификации загрязнений .....	41
5.1. Реакционная газовая хроматография .....	44
5.2. Выбор способа идентификации загрязнений .....	47
5.3. Проблемы метрологии идентификации .....	48
6. Современные методы пробоподготовки .....	49
6.1. Твердофазная экстракция .....	50
6.2. Твердофазная микроэкстракция .....	52
6.2.1. Вода .....	53
6.2.2. Почва .....	54
6.2.3. Воздух .....	55
6.3. Жидкостно-жидкостная экстракция .....	56
6.3.1. Вода .....	56
6.3.2. Почва .....	56
6.4. Сверхкритическая флюидная экстракция .....	57
6.5. Экстракция в микроволновом поле .....	57
6.6. Экстракция водой в субкритическом состоянии .....	58
7. Заключение .....	60
Литература .....	61
<b>Глава II. ХАРАКТЕРИСТИКИ УДЕРЖИВАНИЯ</b> .....	67
1. Идентификация однотипных соединений .....	68
2. Анализ на колонках с различными насадками .....	86

3. Компьютерная идентификация	98
4. Условия однозначной хроматографической идентификации органических соединений	106
5. Заключение	121
Литература	122

### **ГЛАВА III. ХЕМОСОРБЦИЯ. СЕЛЕКТИВНЫЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ КОЛОНКИ** . . . . . 125

1. Хемосорбционное извлечение загрязнений из воздуха	125
1.1. Аммиак, амины и N-нитрозамины	129
1.2. Гидразины	134
1.3. Циановодородная кислота и ее производные	135
1.4. Оксиды азота и нитраты	138
1.5. Галогены и галогенсодержащие соединения	142
1.6. Кислородсодержащие органические соединения	146
1.7. Соединения серы	156
1.8. Соединения фосфора	162
1.9. Гидриды, оксиды, металлы, металлорганические соединения	163
1.10. Диеновые углеводороды	165
2. Хемосорбционное извлечение загрязняющих веществ из воды и почвы	165
3. Селективные хроматографические колонки	167
3.1. Винилхлорид	167
3.2. Ароматические углеводороды	169
3.3. Полихлорированные дибензо- <i>p</i> -диоксины	174
3.4. Летучие органические соединения и неорганические газы	175
4. Высокоэффективные хроматографические системы	176
5. Капиллярные колонки для экологического анализа	181
6. Заключение	185
Литература	185

### **ГЛАВА IV. ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКЦИИ ПОСЛЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО РАЗДЕЛЕНИЯ** . . . . . 191

1. Классификационные химические реакции	191
2. Техника выполнения реакций после хроматографического разделения	193
3. Качественные реакции в санитарно-химическом анализе	197
4. Селективность качественных реакций	204
4.1. Спирты	204
4.2. Карбонильные соединения	206
4.3. Сернистые соединения	210
4.4. Эфиры и нитрилы	211
4.5. Амины	212
4.6. Ароматические и ненасыщенные соединения	213
4.7. Галогенуглеводороды	213
4.8. Неорганические газы	214
5. Комбинация химических реакций с временами удерживания	216
6. Надежность идентификации	221
7. Заключение	223
Литература	223

<b>Глава V. ДОКОЛОНОЧНЫЕ РЕАКЦИИ (МЕТОД ВЫЧИТАНИЯ)</b> . . . . .	225
1. Реакции вычитания в хроматографической системе . . . . .	226
2. Реакции вычитания вне хроматографа . . . . .	228
3. Использование реакций вычитания для групповой идентификации летучих органических соединений . . . . .	229
4. Реакции вычитания в шприце . . . . .	256
5. Метод вычитания в аналитической практике идентификации загрязнений воздуха . . . . .	259
6. Метод вычитания в анализе загрязнений воды и почвы . . . . .	269
7. Заключение . . . . .	270
Литература . . . . .	271
<b>Глава VI. СЕЛЕКТИВНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ. ХРОМАТО-РАСПРЕДЕЛИТЕЛЬНЫЙ МЕТОД</b> . . . . .	275
1. Эффективность экстракции . . . . .	275
2. Выбор растворителя . . . . .	280
3. Селективность экстракции . . . . .	283
4. Термодесорбция . . . . .	293
5. Сверхкритическая флюидная экстракция . . . . .	295
6. Хромато-распределительный метод . . . . .	300
7. Комбинация коэффициентов распределения с индексами удерживания . . . . .	308
8. Практика использования хромато-распределительного метода . . . . .	321
8.1. Качественный анализ . . . . .	321
8.2. Пассивный пробоотбор . . . . .	325
9. Новые варианты селективной экстракции . . . . .	327
10. Заключение . . . . .	329
Литература . . . . .	329
<b>Глава VII. ПОЛУЧЕНИЕ ПРОИЗВОДНЫХ</b> . . . . .	333
1. Силилирование . . . . .	333
1.1. Триметилсилильные реагенты (ТМС) . . . . .	334
1.2. Диметилсилильные реагенты . . . . .	338
1.3. Хлорметилсилильные реагенты . . . . .	339
2. Алкилирование . . . . .	342
3. Ацилирование . . . . .	347
4. Получение оксимов и гидразонов . . . . .	350
5. Реакционно-хроматографическое определение загрязняющих веществ в объектах окружающей среды . . . . .	353
5.1. Углеводороды . . . . .	353
5.2. Карбонильные соединения . . . . .	356
5.3. Фенолы и хлорфенолы . . . . .	366
5.4. Спирты, карбоновые кислоты, оксиды и ангидриды кислот . . . . .	370
5.5. Амины и гидразины . . . . .	373
5.6. Серусодержащие и фосфорсодержащие органические соединения . . . . .	380
5.7. Галогенсодержащие органические соединения . . . . .	383
5.8. Металлорганические соединения . . . . .	391
5.8.1. Соединения ртути . . . . .	391
5.8.2. Соединения свинца . . . . .	394
5.8.3. Соединения олова . . . . .	395

5.9. Неорганические соединения	397
5.9.1. Реакционно-хроматографическое определение фторидов	397
5.9.2. Определение хлора и его соединений	402
5.9.3. Определение хлороводорода	403
5.9.4. Определение фосгена	404
5.9.5. Определение брома и его соединений	407
5.9.6. Определение йода	409
5.9.7. Определение озона	410
5.9.8. Реакционно-хроматографическое определение оксидов азота	411
5.9.9. Определение аммиака	420
5.9.10. Определение гидразина и азидов	421
5.9.11. Циановодородная кислота и ее производные	423
5.9.12. Летучие неорганические гидриды	424
5.9.13. Моноксид углерода	428
5.9.14. Определение анионов	430
5.9.15. Металлы	432
6. Заключение	434
Литература	435

<b>Глава VIII. СЕЛЕКТИВНЫЕ ДЕТЕКТОРЫ</b>	<b>443</b>
1. Классификация газохроматографических детекторов	444
2. Пламенно-ионизационный детектор	446
3. Фотоионизационный детектор	452
4. Селективные детекторы	461
4.1. Термоионный детектор	461
4.2. Электрозахватный детектор	465
4.3. Пламенно-фотометрический детектор	474
4.4. Хемилюминесцентные детекторы	480
4.5. Электролитический детектор (детектор Холла)	486
4.6. Спектральные детекторы	489
4.6.1. Масс-спектрометрический детектор	489
4.6.2. ИК-спектральный детектор	492
4.6.3. Ультрафиолетовый абсорбционный детектор	493
4.6.4. Атомно-спектроскопические детекторы	494
5. Селективные детекторы в анализе загрязненной воды	502
5.1. Пробоподготовка	508
5.2. Фракционирование загрязняющих воду веществ	509
5.3. Детектирование загрязняющих веществ при анализе воды	510
5.4. Определение летучих органических загрязнений воды	514
5.5. Определение органических соединений средней летучести	517
5.5.1. Полициклические ароматические углеводороды	520
5.5.2. Фенолы	522
5.5.3. Хлор-, азот- и фосфорорганические пестициды, полихлорированные бифенилы (ПХБ) и полибромированные бифенилы	525
5.5.4. Анилины и нитроароматические соединения	530
5.5.5. Оловоорганические соединения	533
6. Селективные детекторы в анализе загрязнений почвы	537
6.1. Ионизационные детекторы	538
6.2. Спектральные детекторы	541

7. Определение токсикантов в биосредах . . . . .	543
7.1. Кровь и моча . . . . .	544
7.1.1. Металлы и металлоорганические соединения . . . . .	544
7.1.2. Летучие органические соединения . . . . .	547
7.1.3. Неорганические соединения . . . . .	550
7.2. Волосы . . . . .	554
7.3. Выдыхаемый воздух . . . . .	557
7.4. Биологические материалы . . . . .	558
7.4.1. Биологические ткани . . . . .	559
7.4.2. Микроорганизмы и растения . . . . .	564
7.4.3. Лекарства в биосредах . . . . .	570
8. Стандартные методики . . . . .	586
9. Заключение . . . . .	587
Литература . . . . .	587

## **Глава IX. РЕАКЦИОННО-СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ . . . . . 597**

1. Химико-сорбционные процессы в дохроматографическом реакторе . . . . .	598
2. Схема идентификации примесей методом РСК . . . . .	600
3. Применение РСК для идентификации примесей органических соединений . . . . .	607
3.1. Идентификация углеводородов . . . . .	607
3.1.1. Идентификация углеводородов в воздухе . . . . .	609
3.1.2. Идентификация углеводородов в воде . . . . .	617
3.2. Идентификация кислородсодержащих органических соединений . . . . .	618
3.3. Идентификация хлорпроизводных углеводородов . . . . .	623
3.4. Идентификация органических соединений серы . . . . .	627
3.5. Идентификация азотсодержащих органических соединений . . . . .	629
3.6. Групповой качественный анализ загрязнений воздуха . . . . .	631
3.7. Применение РСК для идентификации примесей неорганических соединений . . . . .	632
3.7.1. Галогенсодержащие газы . . . . .	634
3.7.2. Определение оксидов азота . . . . .	636
3.7.3. Определение сернистых газов . . . . .	638
3.7.4. Определение монооксида углерода . . . . .	639
3.7.5. Определение металлоорганических соединений . . . . .	640
4. Повышение информативности качественного анализа с помощью РСК . . . . .	640
5. Заключение . . . . .	643
Литература . . . . .	644

## **Глава X. ГИБРИДНЫЕ МЕТОДЫ . . . . . 647**

1. Хромато-масс-спектрометрия . . . . .	648
1.1. Определение загрязнений воздуха . . . . .	649
1.1.1. Определение летучих органических соединений . . . . .	649
1.1.2. Газохроматографический анализ с использованием канистр . . . . .	652
1.1.3. Воздух жилых помещений и административных зданий . . . . .	656
1.1.4. Локализация времен удерживания . . . . .	661
1.1.5. Применение хромато-масс-спектрометров в полевых условиях . . . . .	664
1.1.6. Определение диоксинов . . . . .	667
1.2. Определение загрязняющих веществ в воде . . . . .	671
1.2.1. Методы пробоотбора . . . . .	671

1.2.2. Новейшие методы пробоотбора . . . . .	673
1.2.3. Определение диоксинов . . . . .	678
1.2.4. Определение летучих органических соединений . . . . .	681
1.2.5. Определение полициклических ароматических углеводородов . . . . .	684
1.2.6. Определение фенолов . . . . .	685
1.2.7. Определение металлоорганических соединений . . . . .	686
1.3. Определение загрязняющих веществ в почве . . . . .	688
1.3.1. Определение диоксинов . . . . .	689
1.3.2. Определение летучих и малолетучих органических соединений . . . . .	690
1.3.3. Идентификация и определение металлоорганических соединений . . . . .	694
1.4. Определение токсикантов в биосредах . . . . .	695
1.4.1. Кровь и моча . . . . .	696
1.4.2. Биологические материалы . . . . .	700
1.4.3. Выдыхаемый воздух . . . . .	701
2. Сочетание газовой хроматографии с ИК-Фурье спектроскопией . . . . .	702
3. Комбинация высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрией . . . . .	704
4. Комбинации на основе тонкослойной хроматографии . . . . .	708
5. Комбинация газовой хроматографии с ЯМР-спектроскопией . . . . .	710
6. Комбинации гибридных методов . . . . .	714
6.1. Сочетание хромато-масс-спектрометрии и газовой хроматографии с атомно-эмиссионным детектором . . . . .	715
6.2. Сочетание хромато-масс-спектрометрии и газовой хроматографии с ИК-Фурье-спектрометром в качестве детектора . . . . .	718
6.3. Идентификация неизвестных соединений . . . . .	719
7. Некоторые особенности представления аналитической информации для газохроматографического определения загрязняющих компонентов в окружающей среде . . . . .	727
8. Заключение . . . . .	734
Литература . . . . .	734
<b>Предметный указатель . . . . .</b>	<b>743</b>