

ISSN 0016-9900

научно-практический
журнал

Гигиена и Санитария



«ИЗДАТЕЛЬСТВО "МЕДИЦИНА"»

2
2014

www.medlit.ru

- Гигиена окружающей среды и населенных мест
- Гигиена труда
- Гигиена детей и подростков
- Методы гигиенических исследований
- Профилактическая токсикология и гигиеническое нормирование

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ
ЗАЩИТЫ ПРАВ
ПОТРЕБИТЕЛЕЙ
И БЛАГОПОЛУЧИЯ ЧЕЛОВЕКА

ПОЧТОВЫЙ АДРЕС РЕДАКЦИИ:

115088, Москва, Новоостاپовская
ул., д. 5, стр. 14,
редакция журнала "Гигиена и
санитария"

Телефон редакции:
+7 495 670-74-90

Зав. редакцией
С. Л. Серебренникова

E-mail: gigsan@list.ru

ОАО «Издательство "Медицина"»

ЛР № 010215 от 29.04.97 г.

Сайт издательства:
www.medlit.ru

ОТДЕЛ РЕКЛАМЫ

Тел. +7 495 678-64-84

E-mail: oao-meditsina@mail.ru

Ответственность за достоверность
информации, содержащейся
в рекламных материалах,
несут рекламодатели

Художественный редактор

М. Б. Белякова

Корректор **Т. Д. Малышева**

Переводчик **Л. Д. Шакина**

Верстка **Е. М. Архипова**

Все права защищены. Ни одна часть
этого издания не может быть занесена в
память компьютера либо воспроизведена
любым способом без предварительного
письменного разрешения издателя.

Сдано в набор 20.03.2014.

Подписано в печать 07.04.2014.

Формат 60 × 88 1/8.

Печать офсетная

Печ. л. 12,00.

Усл. печ. л. 14,7.

Уч.-изд. л. 13,89.

Заказ 92.

ISSN 0016-9900. Гигиена
и санитария. 2014. № 2. С. 1—104.

Индекс 71429

Подписной тираж номера 807 экз.

Отпечатано в ООО "Подольская Периодика", 142110, г. Подольск, ул. Кирова, 15

ISSN 0016-9900



9 770016 990008

Двухмесячный научно-практический журнал.

Основан в 1922 г.

Гигиена и Санитария



«Издательство "Медицина"»

Журнал "Гигиена и санитария" входит в рекомендуемый ВАК перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени доктора и кандидата наук.

Журнал включен в Российский индекс научного цитирования. Импакт-фактор РИНЦ составляет 0,692

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ:

И. о. главного редактора **Ю.А. Рахманин**, д-р мед. наук, проф.,
акад. РАН

БЕЛЯЕВ Е. Н., д-р мед. наук, проф., член-корр. РАН

БОЛЬШАКОВ А. М., д-р мед. наук, проф.

ГОРБИЧ В. Ф., д-р мед. наук, проф.

ГУБЕРНСКИЙ Ю. Д., д-р мед. наук, проф.

ИВАНОВ С. И., д-р мед. наук, проф.

КАПЦОВ В. А., д-р мед. наук, проф., член-корр. РАН

КОРЕНКОВ И. П., канд. тех. наук, д-р биол. наук, проф.

КОРОЛЕВ А. А., д-р мед. наук, проф.

КРАСОВСКИЙ Г. Н., д-р мед. наук, проф., член-корр. РАН

КУЦЕНКО Г. И., д-р мед. наук, проф., акад. РАН

КУЧМА В. Р., д-р мед. наук, проф., член-корр. РАН

МЕЛЬНИЧЕНКО П. И., д-р мед. наук, проф.

НОВИКОВ С. М. д-р мед. наук, проф. (научный редактор)

ОНИЩЕНКО Г. Г., д-р мед. наук, проф., акад. РАН

ПАЛЬЦЕВ Ю. П., д-р мед. наук, проф.

ПИНИГИН М. А., д-р мед. наук, проф.

ПРОХОРОВ Н. И. д-р мед. наук, проф. (ответственный секретарь)

РУСАКОВ Н. В., д-р мед. наук, проф., акад. РАН

ТУЛАКИН А. В., д-р мед. наук, проф.

ФЕДОСЕЕВА В. Н., д-р биол. наук, проф.

ХОТИМЧЕНКО С. А., д-р мед. наук, проф.

ШАНДАЛА М. Г., д-р мед. наук, проф., акад. РАН (зам. главного редактора)

2

2014

Март

Апрель

16. Parry J.M. *A proposal for a new OECD. Guideline for the in vitro micronucleus test.* Available at: <http://www.oecd.org/dataoecd> (accessed 10 May 2010).
17. Titenko-Holland N., Jacob R.A., Shang N., Balaraman A., Smith M.T. Micronuclei in lymphocytes and exfoliated buccal cells of postmenopausal women with dietary changes in filate. *Mutat. Res.* 1998; 417: 101–14.
18. Complex of methods assessing the immune status of the individual Toolkit for medical laboratory technicians [Kompleks metodov otsenki immunnogo statusa cheloveka: Metodicheskoe posobie dlya vrachey-laborantov]. Moscow; 2001. (in Russian)
19. Dimitrijevic-Bussod M., Balzaretto-Maggi V.S., Gadbois D.M. Extracellular matrix and radiation G1 cell cycle arrest in human fibroblasts. *Cancer Res.* 1999; 59(19): 4843–7.
20. Raptis S., Barat B. Genetic instability in human tumors. *Experientia.* 2006; 96: 303–20.
21. Timoshevsky V.A., Nazarenko S.A. Biological indication of mutagenic effects and genetic instability in humans by integrating of numerical chromosome abnormalities. *Vestnik VOGiS.* 2006; 10(3): 530–40. (in Russian)

Поступила 27.10.12
Received 27.10.12

Методы гигиенических исследований

© КОЛЛЕКТИВ АВТОРОВ, 2014

УДК 613.31-074:543.544.45

Сотников Е.Е.¹, Загайнов В.Ф.², Михайлова Р.И.¹, Милочкин Д.А.², Рыжова И.Н.¹, Корнилов И. О.²

ПАРОФАЗНЫЙ АНАЛИЗ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

¹ФГБУ «НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А.Н. Сысина» Минздрава России, 119121, Москва; ²ЗАО СКБ «Хроматэк», 424000, Республика Марий Эл, г. Йошкар-Ола

В статье представлена методика парофазного анализа 52 летучих органических соединений в питьевой воде методом газовой хроматографии с использованием хроматографа «Кристалл 5000.2» с тремя детекторами и автоматической приставкой Lab Hut HT 200N-200 для подготовки образца воды и ввода парогазовой фазы. Нижний предел обнаружения для всех соединений в 2 - 10 раз ниже соответствующего нормативного значения.

Ключевые слова: газовая хроматография; статический парофазный анализ; летучие соединения.

Sotnikov E.E.¹, Zagajnov V.F.², Mihajlova R.I.¹, Milochkin D.A.², Ryzhova I.N.¹, Kornilov I.O.² – HEADSPACE ANALYSIS OF VOLATILE ORGANIC COMPOUNDS (VOC) IN DRINKING WATER BY THE METHOD OF GAS CHROMATOGRAPHY

¹A. N. Sytin Research Institute of Human Ecology and Environmental Health, 119121, Moscow, Russian Federation; ²JSC SDO CHROMATEC, 424000, Yoshkar-Ola, Republic Mari El, Russian Federation

In the paper there is presented a methodology of analysis of headspace 52 volatile organic compounds in drinking water by the method of gas chromatography with the use of the chromatograph "Crystal 5000.2" with three detectors and automatic attachment Lab Hut 200N NT-200 for the preparation of the sample water and vapor phase input. The lower limit of detection for all compounds in the 2-10 times lower than that of the corresponding standard value.

Key words: gas chromatography; static headspace; volatile compounds.

Введение

Определение летучих органических соединений (ЛОС) в питьевой воде на уровне предельно допустимых концентраций (ПДК) является сложной аналитической задачей, состоящей из их извлечения и концентрирования из исследуемого образца, последующего газохроматографического (ГХ) разделения и детектирования с помощью различных детекторов.

Для извлечения органических соединений из воды часто применяют жидкостную экстракцию (ЖЭ), например, после экстракции углеводородным растворителем для некоторых галогенсодержащих соединений (ГСС) с детектором по захвату электронов (ЭЗД) достигли чувствительности менее 0,1 мкг/л [1], ГОСТ Р51392–99. В последнее время при анализе питьевой воды находит применение метод микроэкстракции одной каплей растворителя (single-drop microextraction

– SDME), имеющий несколько различных вариаций [2 - 4]. Ограничения методов ЖЭ и SDME связаны с высокими требованиями к чистоте используемых реактивов, а кроме того, ЖЭ занимает много времени.

Для повышения чувствительности ГХ-анализа ЛОС его сочетают с твердофазной микроэкстракцией (ТФМЭ) [5]. Часть соединений из газовой фазы над водой или непосредственно из неё концентрируются на волокнах с сорбирующим покрытием, вводимых в сосуды с водой специальным шприцем с выдвигаемым из иглы волокном. Соединения сорбируются на покрытии волокна определенное время, затем волокно убирается внутрь иглы шприца и переносится в испаритель хроматографа. Ограничения метода с ТФМЭ связаны с частой сменой волокна и подбором соответствующего сорбирующего покрытия волокна при анализе различных классов ЛОС из воды.

Для определения микропримесей ЛОС в воде широко используется парофазный анализ (ПФА), основанный на сочетании газовой экстракции (ее статической (СПФА) или динамической (ДПФА) версии) с ГХ или хромато-масс-

Для корреспонденции: Сотников Евгений Евгеньевич, eugen.sotnikoff@yandex.ru

Таблица 1

Гигиенические нормативы соединений в питьевой воде

Наименование вещества	Вода систем централизованного водоснабжения ПДК*, мг/л	Питьевая вода, расфасованная в ёмкости ПДК**, мг/л	ДКМ,*** мг/л	Класс опасности	Наименование вещества	Вода систем централизованного водоснабжения ПДК*, мг/л	Питьевая вода, расфасованная в ёмкости ПДК**, мг/л	ДКМ,*** мг/л	Класс опасности
<i>Альдегиды</i>					Четыреххлористый углерод	0,002	0,002 ¹ ; 0,001 ²		1
Ацетальдегид	0,2		0,2	4		<i>Кетоны</i>			
<i>Азотсодержащие вещества</i>					Ацетон	2,2		0,1	3
Ацетонитрил	0,7			3	Метилэтилкетон	1,0			3
Нитробензол	0,01			3	<i>Спирты</i>				
Хлорпикрин	0,007				Метанол	3,0		0,2	2
Хлорциан	0,07	0,035 ^{1,2}		2	Изопропанол	0,25		0,1	4
<i>Ароматические вещества</i>					Пропанол	0,25		0,1	4
Бензол	0,001		0,01	1	Изобутанол	0,2		0,5	2
Толуол	0,024		0,01	4	Бутанол	0,1		0,1	2
Этилбензол	0,002		0,01	4	<i>Углеводороды C₆-C₇</i>				
м-, п-Ксилол	0,05		0,05	3	Гексан			0,1	4
о-Ксилол	0,05		0,05	3	Гептан			0,1	4
Стирол	0,02		0,01	1	<i>Хлорированные ароматические соединения</i>				
Изопропилбензол	0,1			3	Хлорбензол	0,02			3
α-Метилстирол			0,1	3	1,2-Дихлорбензол	0,002			3
Нафталин	0,01			4	1,3-Дихлорбензол	0,02			4
<i>Галогенированные углеводороды</i>					1,4-Дихлорбензол	0,002			3
Бромдихлорметан	0,03	0,01 ¹ ; 0,001 ²		4	1,2,3-Трихлорбензол	0,03			3
Бромформ	0,1	0,02 ¹ ; 0,001 ²		1	1,2,4-Трихлорбензол	0,03			3
Винилхлорид	0,0003			1	<i>Эфиры акриловых кислот (акриловой и метакриловой)</i>				
Гексахлорбутадиен	0,0006			1	Метилакрилат	0,02			2
Дибромхлорметан	0,03	0,01 ¹ ; 0,001 ²		2	Метилметакрилат	0,01		0,25	2
1,2-Дибром-3-хлорпропан	0,001			1	<i>Эфиры уксусной кислоты</i>				
Метиленхлорид (дихлорметан)	0,02			1	Метилацетат	0,1			3
1,2-Дихлорпропан	0,02			2	Этилацетат	0,2		0,1	2
Цис-1,3-дихлорпропилен	0,02			1	Бутилацетат	0,1			4
Транс-1,3-дихлорпропилен	0,02			1	<i>Примечание. * – предельнодопустимые концентрации веществ в воде в соответствии с ГН 2.1.5.1315-03; ГН 2.1.5.2280-07; ** – СанПиН 2.1.4.1116-02 для питьевой воды, расфасованной в ёмкости: 1 – расфасованная питьевая вода первой категории; 2 – расфасованная питьевая вода высшей категории; *** – допустимые количества миграции (ДКМ) химических веществ из полимерных изделий в продукты питания в соответствии с ГН 2.2.3.972-00.</i>				
Транс-1,2-дихлорэтилен	0,05			2	спектрометром (ГХ-МС) [6]. К особенностям ПФА относятся прежде всего возможность определения ЛОС в объектах, прямой ввод проб которых в ГХ невозможен или нецелесообразен из-за недостаточной чувствительности детектирования, присутствия легкоразлагающихся веществ и нежелательности загрязнения колонки нелетучими соединениями.				
1,2-Дихлорэтан	0,003			1	ДПФА применяется при сочетании газового хроматографа с селективными детекторами, электрокондуктометрическим и фотоионизационным (ФИД) или чаще в сочетании с ГХ-МС, что позволяет анализировать и точно идентифицировать различные классы соединений в воде и определять их на уровне 0,1 мкг/л [4]. Однако необходимость контроля				
1,1-Дихлорэтилен	0,03			2					
Цис-1,2-дихлорэтилен	0,05			2					
Трихлорэтилен	0,005			1					
Тетрахлорэтилен	0,005			1					
Хлороформ	0,06	0,03 ¹ ; 0,001 ²		1					

чистоты сорбционных трубок, при анализе таких низких концентраций веществ, дороговизна ГХ-МС с приставками ДПФА и сложность эксплуатации ограничивают их широкое применение в аналитической практике.

СПФА на практике чаще используют при анализе ГСС с ЭЗД или для определения ацетона, метанола, углеводов C_3 , C_6 , C_8 , C_{10} и некоторых ароматических соединений с пламенно-ионизационным детектором (ПИД) в воде в соответствии с МУК 4.1.646–96 и МУК 4.1.650–96. Однако в связи с изменением нормативных показателей в питьевой воде и воде, расфасованной в ёмкости (табл.1), чувствительность ранее разработанных методик СПФА с ГХ с образцом воды объёмом 5 мл стала недостаточной.

Материалы и методы

Нами разработана методика измерений массовой концентрации нормируемых летучих азотсодержащих и ароматических веществ, ацетальдегида, галогенированных углеводов, кетонов, спиртов, углеводов $C_6 - C_7$, хлорированных ароматических соединений и эфиров акриловых и уксусной кислот в воде централизованных систем питьевого водоснабжения и питьевой воде, расфасованной в ёмкости, методом ГХ.

Методика МВИ 214.0.005.013Д аттестована Федераль-

ным государственным унитарным предприятием Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы (ФГУП ВНИИМС). Свидетельство об аттестации № 01.00225/205-26-11 от 30 мая 2011 г., порядковый номер регистрации в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2011.10278.

По этой методике анализировали 52 ЛОС в питьевой и бутилированной воде. Аналитический комплекс содержал газовый хроматограф «Кристалл 5000.2» с тремя детекторами: ПИД, ЭЗД и ФИД (ЗАО СКБ «Хроматэк», Россия) и автоматическую приставку для СПФА (Lab Hut NT 200H-200, Италия). Автоматическая приставка проводит стабильную подготовку образца воды, выделение из неё ЛОС и воспроизводимый ввод анализируемых соединений в испаритель, что позволяет повысить точность и чувствительность анализа. Для проведения автоматической статической газовой экстракции соединений из образца (10 мл) воды помещают её во флаконы вместимостью 20 мл, герметично закрывают и устанавливают в лоток приставки НТ 200H-200. Приставка приводится в рабочее состояние в соответствии с инструкцией по эксплуатации и выбранным методом анализа. Флаконы с водой в течение 35 мин прогреваются при температуре 80°C, а шприц - при 85°C. При этом образец воды встряхивается шейкером в течение 25 мин, а внутренний объём шприца про-

Таблица 2

Значения нижнего предела обнаружения ($C_{\text{ниж}}$) соединений на ПИД, ФИД и ЭЗД

Наименование вещества	$C_{\text{ниж}}$, мкг/л			Наименование вещества	$C_{\text{ниж}}$, мкг/л		
	ПИД	ФИД	ЭЗД		ПИД	ФИД	ЭЗД
Винилхлорид	0,2**	0,08*		Ацетон	10		
Ацетальдегид	30,0			Дибромхлорметан			0,05
Метанол	40,0			Толуол	0,1**	0,05	
1,1-Дихлорэтилен	1,0		0,5	Тетрахлорэтилен		0,05	0,01
Цис-1,3-дихлорпропилен		0,1	0,7	Транс-1,3-дихлорпропилен		0,1	0,5
Метилацетат	10,0			Бутилацетат	4,0		
Гексан	0,5			Этилбензол	0,1**	0,05	
Ацетонитрил	5,0			Хлорбензол	0,1**	0,05	
Изопропанол	20,0			м-,п-Ксилолы	0,1**	0,05	
Метиленхлорид			2,0	о-Ксилол	0,1**	0,05	
Пропанол	20,0			Стирол	0,1**	0,05	
Этилацетат	10,0			Изопропилбензол	0,1**	0,05	
Метилэтилкетон	8,0			α-Метилстирол	0,1**	0,05	
Гептан	0,5			1,3-Дихлорбензол		0,5	1,0
Метилакрилат	1,5			1,4-Дихлорбензол		0,5	1,0
Бензол	0,05**	0,05		1,2-Дихлорбензол		0,5	1,0
Изобутанол	20,0			Нитробензол	1,0**	1,0	1,0
Транс-1,2-дихлорэтилен		0,5	1,0	1,2,4-Трихлорбензол		0,5	0,5
Цис-1,2-дихлорэтилен		0,5	1,0	1,2,3-Трихлорбензол		0,5	0,5
1,2-Дихлорэтан	1,0		1,5	Хлорциан			0,05
Трихлорэтилен			0,02	Нафталин	1,0**	0,5	
Бутанол	20,0			Бромдихлорметан			0,01
Метилметакрилат	1,0			Бромформ			0,1
1,2-Дихлорпропан			1,5	Гексахлорбутадиен			0,05
Хлороформ			0,1	Хлорпикрин			0,01
Четырёххлористый углерод			0,01	1,2-Дибром-3-хлорпропан			0,2

Примечание: Значения $C_{\text{ниж}}$ для соединений в соответствии с табл. 3. * – уровень определения винилхлорида достигается при работе с ФИД на колонке 1 без делителя потока; ** – $C_{\text{ниж}}$ достигается при работе с ПИД на колонке 1 без делителя потока.

дувается азотом со скоростью 10 мл/мин в течение 10 мин. Затем парогазовая фаза объемом 1 мл отбирается шприцем и вводится в один из заданных испарителей хроматографа.

Для калибровки прибора использовали следующие стандарты корпорации "Restek" (США): стандартный образец Drinking Water VOA MegaMix 524.2 Rev 4.1 (73 компонента в метаноле); стандартный образец VOA Purgeable Halocarbon Mix # 1 (23 компонента в метаноле); стандартный образец TCLP VOA Mix (11 компонентов, включая винилхлорид, в метаноле). Применяли также стандартный образец корпорации "Aldrich" (США) EPA 551B (7 компонентов, включая хлорпикрин в метаноле) и особо чистые химические вещества компаний «Химмед» (Россия) и "Aldrich" (США). Градуировочные растворы готовили в пузырьках объемом 10–20 мл в 5–10 мл растворителя с помощью аттестованных шприцев вместимостью 1, 10, 100 мкл серии SGE-Chromatec. Производитель ЗАО СКБ "Хроматэк". ТУ 4321-011-12908609–08.

Для разделения ЛОС применяли капиллярную колонку Rtx-1701 ("Restek", США) длиной 60 м; внутренним диаметром 0,53 мм с толщиной пленки 3 мкм, соединенную через делитель потока с ПИД/ФИД или с одним из детекторов. Для хроматографического разделения ГСС использовали капиллярную колонку 007-624 ("Quadrex", США) длиной 50 м, внутренним диаметром 0,53 мм с толщиной пленки 5 мкм.

Температура колонки Rtx-1701 (1) программировалась в следующем режиме: 45°C (9 мин) – 5°C/мин до 115°C (7 мин) – 5°C/мин до 135°C (7 мин) – 10°C/мин до 180°C (14 мин) – 25°C/мин до 220°C (10 мин).

Температура колонки 007-624 (2) программировалась в режиме: 45°C (7 мин) – 5°C/мин до 115°C (7 мин) – 5°C/мин до 135°C (7 мин) – 5°C/мин до 220°C (10 мин).

Газ-носитель – азот со скоростью 4,9 мл/мин в колонке 1 и 5,9 мл/мин в колонке 2; температура испарителей 1, 2 230°C; температура ПИД, ЭЗД 280°C; температура ФИД 230°C; продувка испарителей потоком азота со скоростью 6 мл/мин.

Результаты и обсуждение

При этих условиях на колонке 1 достигнуто хорошее разделение винилхлорида, ацетальдегида, метанола, этилбензола, м-, п-ксилолов, о-ксилола, стирола. Коэффициент разделения (R_s) этилбензола и хлорбензола (неполное разрешение на колонке) равен 0,6. Идентификацию соединений проводили по временам удерживания индивидуальных соединений на двух колонках и дополнительно для некоторых из них по соотношению их сигнала на ПИД/ФИД/ЭЗД.

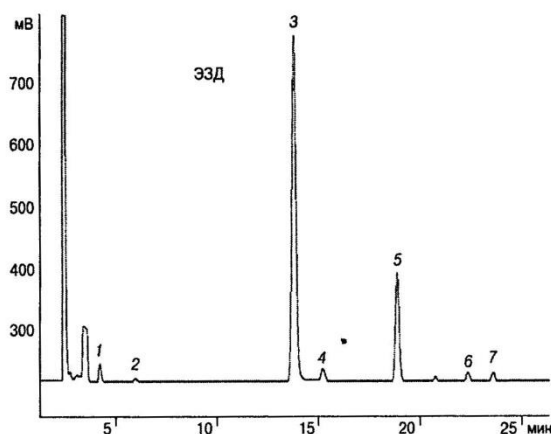
Нижние пределы обнаружения (C_{min}) анализируемых ЛОС на колонках Rtx-1701 с ПИД и ФИД и 007-624 с ЭЗД соответственно представлены в табл. 2. Как видно из табл. 2 значения нижних пределов обнаружения вещества были в несколько (2–10) раз ниже его соответствующего нормативного значения. Значения показателей погрешностей разработанной методики представлены в табл. 3. Высокие значения погрешностей на ФИД для винилхлорида на уровне ПДК требуют частой проверки (1 раз в 2–3 нед) стабильности градуировочной характеристики этого детектора. Если измеренная концентрация анализируемого вещества превышает верхнюю границу диапазона измерений (установленной градуировочной зависимости, см. табл. 3), пробу разбавляют очищенной водой (разбавление должно быть не более, чем в 10 раз).

На рисунке хроматограмма анализа ГСС на колонке 2 с ЭЗД в московской воде в осенний период. Концентра-

Таблица 3

Значения погрешности и её составляющих на ПИД, ЭЗД и ФИД

Диапазон измерений массовой концентрации органических веществ, мкг/л	Показатель точности (границы относительной погрешности методики) $\pm \delta, \%$ ($p = 0,95$)	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_p, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_R, \%$	Предел повторяемости, $r, \%$ ($p = 0,95; n = 2$)
ПИД				
Ацетальдегид, ацетонитрил, кетоны, спирты, эфиры акриловых и уксусной кислот				
От 5 до 100 включительно	28	7	14	19
Свыше 100 до 500 включительно	16	5	8	14
Углеводороды C_6-C_7				
От 50 до 200 включительно	18	5	9	14
Ароматические соединения, 1,2-дихлорэтан и нитробензол				
От 0,5 до 20 включительно	28	7	14	19
Свыше 20 до 100 включительно	16	5	8	14
ЭЗД				
ГСС				
От 0,4 до 1 включительно	32	7,5	15	21
Св. 1 до 40 включительно	22	5	10	14
ФИД				
Бензол				
От 0,5 до 1 включительно	28	9	14	25
Винилхлорид				
От 0,3 до 1,5 включительно	45	11	22	32
Непредельные галогенированные углеводороды, кроме винилхлорида				
От 2 до 20 включительно	24	8	12	22



Хроматограмма анализа ГСС на ЭЗД в московской воде в осенний период.

По оси абсцисс – время (в мин); по оси ординат – сигнал детектора (в мВ).
На хроматограмме: 1 – хлорциан; 2 – сероуглерод; 3 – хлороформ; 4 – четыреххлористый углерод; 5 – бромдихлорметан; 6 – хлорпикрин; 7 – тетрахлорэтилен.

ции: хлороформ 9,7 мкг/л, бромдихлорметан 1,3 мкг/л. Концентрации остальных нормируемых соединений < 1 мкг/л. В этом же образце воды на колонке 1 с ПИД и ФИД зафиксировали: винилхлорид < 0,2 мкг/л, ацетальдегид 118 мкг/л, ацетон 12,1 мкг/л, бензол < 0,05 мкг/л, хлороформ 9,4 мкг/л.

Разработанная методика позволяет анализировать в питьевой воде с использованием двух колонок с ЭЗД, ПИД и ФИД десятки других ненормируемых соединений, входящих в состав стандартных образцов: Drinking Water VOA Mega-Mix 524.2 Rev 4.1 (73 компонента) и VOA Purgeable Halocarbon Mix # 1 (23 компонента).

Исследования показали, что содержание винилхлорида в московской воде не было выше нормативных значений. Весной и осенью в водопроводной воде нередко фиксируются ЭЗД хлорпикрин и хлорциан с содержанием < 0,2 мкг/л. Некоторые ароматические соединения (бензол, толуол, ксилолы) и транс-1,2-дихлорэтилен на ФИД, а 1,2-дихлорэтан и ацетонитрил на ПИД обнаруживаются в питьевой воде на уровне нижнего предела обнаружения (см. табл. 2). Углеводороды $C_6 - C_9$ зафиксированы ГХ с ПИД летом в период дождей. Часто в водопроводной воде фиксируются в незначительных количествах (< 3 мкг/л) ненормируемые соединения: сероуглерод, бутаналь, пентаналь, гесаналь. Хлорбензол иногда обнаруживается в воде при использовании для хранения новых емкостей из поликарбоната; при длительном хранении бутилированной воды в ней обнаруживаются в незначительных количествах альдегиды (гексаналь, гептаналь, октаналь), характеризующие вкус и запах воды. Стирол фиксируется в воде после контакта горячих напитков (чая, кофе) с новыми стаканами из полистирола.

Заключение

Разработана высокочувствительная методика анализа нормируемых соединений (ЛОС) в воде с использованием отечественного серийного газового хроматографа с тремя детекторами, не уступающая зарубежным аналогам. Методика позволяет анализировать 52 ЛОС в воде централизованных систем питьевого водоснабжения и питьевой воде, расфасованной в емкости, на уровне значений уточненных нормативных показателей.

Литература (пп. 2–5 см. References)

1. Дмитриев М.Т., Христова В. Газохроматографическое определение хлорорганических соединений в воде. *Гигиена и санитария*. 1991; 3: 85-86.
6. Сониясси Р., Сандра П., Шлетт К. *Анализ воды. Органические примеси*. Санкт-Петербург: «ТеЗа»; 2000.

References

1. Dmitriev M.T., Christova V. Gas chromatographic determination of organochlorine compounds in water. *Gigiena i sanitariya*. 1991; 3: 85-86 (Moscow) (in Russian).
2. Patel K., Mehta P., Sahoo U., Sen A.K., Dhanya B. A Single Drop Micro Extraction and Future Trends. *Int. J. Chem Tech Res.* 2010; 2 (3): 1638-52.
3. Przyjazny A., Kokosa J. M. Analytical characteristics of the determination of benzene, toluene, ethylbenzene and xylenes in water by headspace solvent microextraction. *Journal of Chromatography A*. 2002; 977: 143-153.
4. Fang C., Xiong Y., Liang Q., Li Y., Peng P. Optimization of headspace single-drop microextraction technique for extraction of light hydrocarbons (C6-C12) and its potential applications. *Organic Geochemistry*. 2011; 42: 316-322.
5. Furtula V., Davies John-Mark., Mazumder A.. An Automated Headspace SPME-GC-ITMS Technique for Taste and Odour Compound Identification. *Water Qual. Res. J. Canada*, 2004; 39 (3): 213-222.
6. Soniassy R., Sandra P., Schlett C. *Water analysis. Organic micropollutants. [Анализ воды. Органические примеси]*. St. Petersburg: "Teza", 2000 (in Russian).

Приложение

СПИСОК РОССИЙСКИХ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ

1. ГН 2.1.5.1315-03 Гигиенические нормативы. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования. Минздрав России. Москва. 2003.
2. ГН 2.1.5.2280-07 Гигиенические нормативы. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования. Дополнения и изменения к ГН 2.1.5.1315-03. Зарегистрировано Минюстом России 22.11.2007, регистрационный номер 10520.
3. ГН 2.2.3.972-00 Гигиенические нормативы. Предельно допустимые количества химических веществ, выделяющихся из материалов, контактирующих с пищевыми продуктами. – М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000. – 55 с.
4. ГОСТ Р 51392-99. Вода питьевая. Определение содержания летучих галогенсодержащих соединений газожидкостной хроматографией. ИПК издательство стандартов, 2000.
5. МУК 4.1.646-96 Методические указания по газохроматографическому определению галогенсодержащих веществ в воде. Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения: Сборник методических указаний. – М.: Информационно-издательский центр Минздрава России, 1997. – 112 с.
6. МУК 4.1.650-96 Методические указания по газохроматографическому определению ацетона, метанола, бензола, толуола, этилбензола, пентана, о-, м-, п-ксилола, гексана, октана и декана в воде. Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения: Сборник методических указаний. – М.: Информационно-издательский центр Минздрава России, 1997. – 112 с.
8. СанПиН 2.1.4.1116-02 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды, расфасованной в емкости. Контроль качества. М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2002. – 27 с.