

NEWS

OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN
SERIES CHEMISTRY AND TECHNOLOGY

ISSN 2224-5286

Volume 5, Number 407 (2014), 27 – 33

DETERMINATION OF SEMIVOLATILE ORGANIC POLLUTANTS IN SOIL BY SOIL-PHASE MICROEXTRACTION: REVIEW

S. S. Yegemova¹, B. N. Kenessov¹, M. K. Nauryzbaev¹, Z. M. Mussina²

¹Center of Physical Chemical Methods of Research and Analysis, Almaty, Kazakhstan,

²JSC, D. V. Sokolskii Institute of Organic Catalysis & Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan

Key words: soil, classical sample preparation methods, solid-phase microextraction, organic contaminants.

Abstract. The international official (standard) methods for the determination of organic pollutants in soil were considered. Evaluated classical and modern methods of sample preparation of the soil. Shows the principle of the method of solid-phase microextraction. Were analyzed definition of semivolatile organic pollutants in soil by solid-phase microextraction.

УДК 541.13

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРЕДНЕЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНИТЕЛЕЙ В ПОЧВЕ МЕТОДОМ ТВЕРДОФАЗНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИИ: ОБЗОР

С. С. Егемова¹, Б. Н. Кенесов¹, М. К. Наурызбаев¹, З. М. Мусина²

¹Центр физико-химических методов анализа и исследований, Алматы, Казахстан,

²АО «Институт Органического катализа и электрохимии им. Д. В. Сокольского», Алматы, Казахстан

Ключевые слова: почва, классические методы пробоподготовки, твердофазная микроэкстракция, органические загрязнители почвы.

Аннотация. Рассмотрены международные официальные (стандартные) методы определения органических загрязнителей в почве. Оценены классические и современные методики пробоподготовки почвы. Показан принцип метода твердофазной микроэкстракции. Проанализированы работы по определению среднелетучих органических загрязнителей в почве методом твердофазной микроэкстракции.

Введение в проблему. Почва является одним из важнейших объектов окружающей среды, дающим более 90% продуктов питания и сырья для производства самой разнообразной продукции [1].

К основным загрязнителям почвы относятся: пестициды (ядохимикаты); минеральные удобрения, отходы и отбросы производств (химическая промышленность, черная и цветная металлургия), газодымовые выбросы загрязняющих веществ в атмосферу, нефть и нефтепродукты и т.д.

В мировой практике контроль за загрязнением почвы выполняется с помощью стандартных методик (таблица 1). Определение летучих и малолетучих органических загрязнителей из почвы является одним из наиболее важных экологических анализов, так как они обладают высокой токсичностью [1].

Российская методика [2] определения летучих органических соединений (ЛОС) в почвах и отходах производства и потребления основана на методике продувки и улавливания на сорбент (purge and trap) с последующим анализом целевых компонентов на газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием (ГХ/МС).

Таблица 1 – Основные стандартизированные методики мира по определению органических загрязнителей в почве

№	Наименование документа, страна	Пробоподготовка	Метод анализа	Количество определяемых загрязнителей	Среднее время анализа одного образца
1	US EPA 8270C. Определение среднелетучих органических соединений методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием. США	Экстракция органическим растворителем в аппарате Сокслета	ГХ/ПИД	От 160 до 260	7 часов
2	US EPA 8260C. Определение летучих органических соединений методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием. США	Термодесорбция	ГХ/МС	114 ЛОС	6 часов
3	DIN ISO 10382. Качество почвы. Определение содержания хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов. Газохроматографический метод с электронзахватным детектором. Германия	–	ГХ/ЭЗД	–	–
4	СТБ ИСО 13877-2005 Качество почвы. Определение полициклических ароматических углеводородов. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии. Белоруссия	–	Хроматограф высокого разрешения (HPLC) с УФ-обнаружением	–	–
5	ГОСТ Р 53217-2008 (ИСО 10382:2002). Качество почвы. Определение содержания хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов. Газохроматографический метод с электронзахватным детектором. Россия	Экстракция, очистка экстракта, концентрирование	ГХ/ЭЗД	33	6 часа
6	МУК 4.1.1062-01. Хромато-масс-спектрометрическое определение труднолетучих органических веществ в почве и отходах производства и потребления. Россия	Экстракция диэтиловым эфиром, концентрирование экстракта, рекстракции хлороформом	ГХ/ЭЗД	34	6 часов
8	2142-80 МУК по определению хлорорганических пестицидов в воде, почве, продуктах питания, кормах и табачных изделиях методом хроматографии в тонком слое. Россия	Экстракция, очистка экстрактов, хроматографирование в тонком слое окиси алюминия, силикагеля или пластинок «Силуфол»	ГХ/ЭЗД		7 часов
9	СТ РК ISO 11264-2012. Качество почв. Определение гербицидов. Метод жидкостной хроматографии высокого разрешения (HPLC) с УФ-обнаружением. Казахстан	Экстракция смесью ацетона и воды (1:1), концентрирование (смесь ацетонитрала с водой без дальнейшей очистки)	Хроматограф высокого разрешения (HPLC) с УФ-обнаружением	28	6 часов
10	СТ РК 2131-2011. Определение содержания хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов. Газохроматографический метод с электронзахватным детектором. Казахстан	Экстракция, очистка экстракта, концентрирование	ГХ/ЭЗД	33	7 часов
<i>Примечание:</i> – – нет доступа к данной информации – предлагаю поместить в самой таблице. US EPA – United States Environmental Protection Agency, Агентство по охране окружающей среды США. DIN – Deutsches Institut für Normung e.V. – Немецкий институт по стандартизации. ISO – International Organization for Standardization, международная организация, занимающаяся выпуском стандартов. СТБ – Стандарт Республики Беларусь. ГОСТ – государственный стандарт. СТРК – Стандарт Республики Казахстан. ГХ/МС – газовая хроматография с спектрометрическим детектированием. ГХ/ПИД – газовая хроматография с пламенно-ионизационным детектором. ГХ/ЭЗД – газовая хроматография с электронзахватным детектором. ЛОС – летучие органические соединения.					

Американские методики US EPA (United States Environmental Protection Agency) 8270 и 8270 С охватывают существенно большее количество токсических соединений – от 160 до 260 загрязнителей различной природы. Пробоподготовка труднолетучих загрязнителей из почвы в данных методах основана на экстракции, например, сверхвысокочастотное излучение (СВЧ) или экстракции органическим растворителем в аппарате Сокслета. EPA 8260 предписывают определение в почвах и опасных отходах от 50 до 115 ЛОС. Первые две методики в отличие от российских методик анализируют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором (ГХ/ПИД) на капиллярной колонке. Современный EPA 8260, основанный на термодесорбции позволяет надежно идентифицировать и определять количественно 114 ЛОС [3].

Классические и современные методики пробоподготовки почвы. Анализ методик определения загрязнителей в объектах окружающей среды показал, что на пробоподготовку приходится от 50 до 90% всех временных и трудовых затрат [1].

Как видно из таблицы 2, пробоподготовка в официальных (стандартизированных) методиках анализа труднолетучих соединений в почве осуществляется выведением органических загрязнителей из матрицы экстракцией органическими растворителями, термодесорбцией, экстракцией органическим растворителем в аппарате Сокслета с последующей очисткой и концентрированием экстракта с помощью различных методов, являющимися основами классических методов пробоподготовки: продувка и улавливание на сорбент, фильтрование, осаждения, дериватизация, твердофазная экстракция, паровфазный анализ и т.д.

Среди используемых в настоящее время методов пробоподготовки при определении органических загрязнителей в объектах окружающей среды наибольшую чувствительность и степень автоматизации способны обеспечить такие методы, как метод продувки и улавливания, ТФМЭ и ПФА (паровфазный анализ). Благодаря использованию этих методов значительно повышается чувствительность определения, уменьшается время анализа и затраты на реактивы. Возможность автоматизации процесса уменьшает ошибку анализа за счет уменьшения влияния человеческого фактора. Эти методы позволяют достичь пределов обнаружения на уровне 1 ppt. Однако наиболее популярным и, как следствие, широко используемым является метод ТФМЭ, что вызвано простотой его аппаратного оформления, гибкостью, универсальностью, экспрессностью и др [4].

Метод был разработан Артуром и Павлишиным из Университета Ватерлоо (Канада) в 1989 году. Данный метод позволяет объединить стадии пробоотбора, очистки, экстракции, концентрирования. Основной принцип ТФМЭ отражен на рисунке 1 при рассмотрении хода пробоподготовки. При применении данного метода достигается высокая чувствительность концентрирования соединений на микропокрытии, при экстракции из газовой фазы на волокне концентрируются лишь летучие и полунлетучие соединения, достигается полная автоматизируемость [5].

Рисунок 1 – Ход пробоподготовки метода твердофазной микроэкстракции

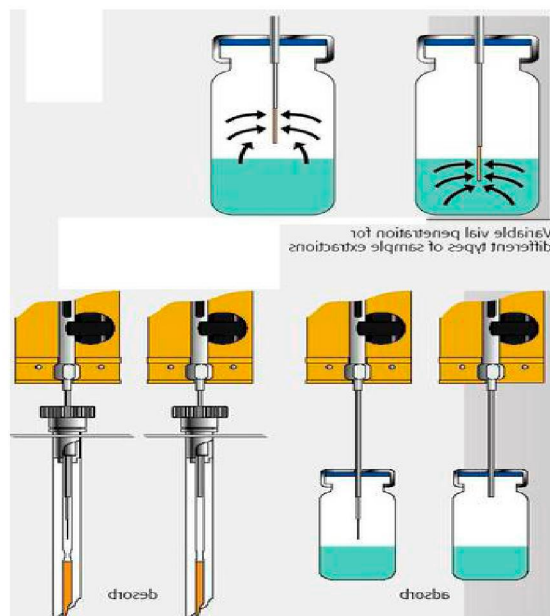


Таблица 2 – Определение органических загрязнителей из матрицы почвы при применении ТФМЭ

№	Наименование соединений	Условия метода ТФМЭ	Ссылка
1	ПАУ	Скрининг. ПФА/ТФМЭ/ГХ/МС 100 µm PDMS, 40 мин	7
2	ПАУ	ТФМЭ/ ВЭЖХ-УФ 15 µm PDMS, время экстракции 60 мин	8
3	ПАУ	ТФМЭ/ ГХ/ПИД Cold fiber (холодное волокно)	9
4	ВТЕХ, хлорированные углеводороды	ПФА/ТФМЭ/ГХ/МС 100 µm PDMS, 10 мин	10
5	ВТЕХ	ПФА/ТФМЭ/ГХ/МС 75 µm Car, 30 мин, температура экстракции 30°C	11
6	н-алканы	ТФМЭ/ГХ Волокно на основе активированного угля и поливинил хлорида, 15 мин, 150°C	12
7	Углеводороды	ГХ/МС PDMS 30 µm, время экстракции 5 мин	13
8	Летучие углеводороды	ТФМЭ/ГХ/МС 75 µm Car/PDMS, время экстракции – 60 минут при температуре 40°C, экстракция из 500 мл емкости (60-100 г+5 мкл внутренний стандарт)	14
9	Дизельное топливо: 12% линейные алканы, 52% насыщенных углеводородов (разветвленные и циклические), 21% алкилированные ароматические углеводороды, 6% полициклические ароматические углеводороды и 9% неизвестных соединений	ТФМЭ/ГХ/МС PDMS, (100µm), 47°C, 45-50 мин 0,1-1 мг/л из водной вытяжки, 1-50 мг/кг сухой почвы	15
10	Неэтилированный бензин, дизельное топливо и керосин	ТФМЭ/ГХ/МС PDMS 100 µm, 45 мин, 90°C	16
11	ЛОС (15): метилбензол, этилбензол, 1,3-диметилбензол, 1,4-диметилбензол, нонан, пропилбензол, 1-этил-2-метилбензол, 1-этил-4-метилбензол, 1,2,4-триметилбензол, 1,2,5-триметилбензол, 1,2,3-триметилбензол, декан лимонин, 4-метил-фенол, ундекан	ТФМЭ/ГХ/МС PDMS 100 µm, 5 мин 0.5-30 мкг/г	17
12	Пестициды	ТФМЭ/ВЭЖХ 85 µm PA, время экстракции 3 часа, 60°C	18
13	Пестициды	ТФМЭ/ГХ/ЭЗД, -АФД, 100 µm PDMS, водный раствор	19
14	Гексахлороциклогексан	ТФМЭ/ГХ/ЭЗД, углеродное волокно	20
15	20 пестицидов	ТФМЭ/ГХ/МС 100 µm PDMS, 85 µm PA, 30 мин, добавление соли	21
16	18 хлорорганических пестицидов	ТФМЭ/ГХ/МС, -АФД 100 µm PDMS, 90 мин, добавление соли	22
17	Хлорорганические пестициды	ТФМЭ/ГХ/ЭЗД 100 µm PDMS, 65 µm DVB/PDMS, 60 мин, 70°C	23
18	Хлорорганические пестициды (мирекс, хлордан, ДДТ, гептахлор, гексахлороциклогексан, диэлдрин, эндрин, альдрин, гексахлорбензол)	ТФМЭ/ГХ/МС 100 µm PDMS, 60 мин, 65°C	24
19	Хлорорганические пестициды	ТФМЭ/ГХ/ЭЗД 60 мин, 60°C, добавление соли	25
20	Хлорорганические пестициды	ТФМЭ/ВЭЖХ 75 µm Car/PDMS, 100 µm PDMS, 60 µm DVB/PDMS, 85 µm PA	26
21	Фосфорорганические пестициды (малатион, паратион, фонат, диазинон, дисульфотон)	ТФМЭ/ГХ/ПИД 85 µm PA, 60 мин, 80°C	27
22	Триазинифосфорорганические пестициды	ТФМЭ/ГХ/МС 100 µm PDMS, добавление соли	28
23	Атразин и фосфорорганические пестициды	ТФМЭ/ГХ/МС 100 µm PDMS, 60 мин, добавление соли	29
24	Фунгициды, винклозолин, дихлоран	ТФМЭ/ГХ/МС 85 µm PA, 5% ацетон/вода	30
25	Фунгициды, пириметанил, кресоксим-метил	ТФМЭ/ГХ/МС 85 µm PA	31
26	J-8	ТФМЭ/ГХ/МС 100 µm PDMS, 20 мин, 90°C	32

Примечание: PDMS – полидиметилсилоксан, PA – полиакрилат, Car/PDMS – Car/полидиметилсилоксан, DVB/PDMS – полидиметилсилоксан-дивинилбензол, Car – карбоксен, ПАУ – полициклические ароматические углеводороды, ВТЕХ – бензол, толуол, этилбензол и ксилол, J-8 – компоненты ракетного топлива.

Метод не требует растворителей и сложной аппаратуры, и может использоваться для концентрирования летучих и нелетучих компонентов из жидких, твердых или газообразных проб. Метод широко применяется в сочетании с ГХ и ГХ/МС, так как при сорбции аналитов из газовой фазы исключается возможность попадания нелетучих веществ в испаритель хроматографа. На сегодняшний день данный метод нашел применение при анализе объектов окружающей среды. Многие декретированные методики ЕРА (США) для воды, воздуха и биосфер уже дополнены разделами пробоподготовки на основе ТФМЭ [6].

Определение среднелетучих органических загрязнителей в почве методом ТФМЭ. Определение органических соединений в образцах почвы с использованием ТФМЭ затруднено ввиду влияния множества факторов на равновесие в системе «почва – газовая фаза над почвой», являющимся основным показателем данной методики. Учеными предложено несколько способов, которые позволяют установить равновесие между твердой и газовой фазой над образцом, рассмотренных в работах в таблице 2.

Многие предлагаемые методики предназначены для качественного определения или скрининга летучих соединений в почве. Изучая литературные источники можно сделать следующие выводы: возможность совмещения ТФМЭ с классическими методами пробоподготовки [7, 10], селективность волокон для различных видов аналитов [8, 10, 16, 21, 25], широкое применение при скрининге почв [7, 17, 19, 20, 22, 28], определение летучих органических соединений [7-17], определение среднелетучих органических соединений [18-31], положительное влияние на извлечение среднелетучих органических загрязнителей из почвы при добавлении соли [25, 28, 29], добавление органических растворителей [30], экстракция из почвенно-водной суспензии [7-32], применение холодного волокна для извлечения аналитов из почвы [9], а также установлено определение применения в экстракции из газовой фазы, в большинстве случаев применяется для ЛОС, для труднолетучих прямая экстракция и т.д.

Анализ работ в данной области выявил увеличение количества соединений определения органических соединений методом ТФМЭ. На сегодняшний день при применении ТФМЭ были определены:

- пестициды (хлорорганические и фосфорорганические);
- ароматические углеводороды, ПАУ;
- ВТЕХ;
- фунгициды;
- полициклические ароматические углеводороды;
- фенольные соединения, ПВХ;
- углеводороды, летучие углеводороды;
- н-алканы;
- выбросы реактивных самолетов;
- продукты трансформации 1,1-диметилгидразина;

Анализ литературы показан актуальность совершенствования методик определения среднелетучих органических загрязнителей в почве. Методы пробоподготовки почв, используемые в стандартизированных методиках времязатратные дорогостоящие, требующие сложного дополнительного оборудования и использования органических загрязнителей и т.д. Метод твердофазной микроэкстракции позволяет определить широкий токсических органических загрязнителей быстро (время пробоподготовки сокращается на 70%), не требуя сложной дополнительной аппаратуры, экономя средства (более 50 экстракций на одну трубку с волокном) а также хорошо сочетается с хроматографическим анализом и автоматическим устройством для ввода проб в хроматограф. На сегодняшний день научный и практический интерес представляют методики количественно определения среднелетучих и труднолетучих органических загрязнителей в почве.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Другов А.Ю., Родин А.А. Анализ загрязненной почвы и опасных отходов. Практическое руководство. – М.: Бинокс, 2007. – С. 414.
- [2] Определение органических веществ в почвах и отходах производства и потребления: Сборник методических указаний. МУК 4.1.1061-4.1.1062-01. Издание официальное. – М.: Минздрав России, 2001. – С. 26.
- [3] Keith L.H.-Compilation of EPA's Sampling and Analysis Methods 2nd ed., CRC Press, Boca Raton, FL, 1996. – P. 1500.

- [4] Kenessov B.N. Identification of transformation products unsymmetrical dimethylhydrazine in soils by solid-phase microextraction coupled with gas chromatography with mass spectrometry // Reports of the National Academy of Sciences. – 2009. – № 2. – P. 43-47.
- [5] Handbook of Solid Phase Microextraction / Edited by Pawliszyn J. University of Waterloo. – Canada, 2011.
- [6] Другов Ю.С., Зенкевич И.Г., Родин А.А. Газохроматографическая идентификация загрязнителей воздуха, воды, почвы и биосред: Практическое руководство. – М.: Бином, 2005. – С. 743.
- [7] Havenga W.J., Rohwer E.R. Chemical characterization and screening of hydrocarbon pollution in industrial soils by headspace SPME // J-Chromatogr. A. – 2 Jul 1999. – Vol. 848(1-2). – P. 279-295.
- [8] Chen, J., Pawliszyn, J. Solid Phase microextraction Coupled to HPLC // Anal. Chem. – 1999. – Vol. 567. – P. 2530-2533.
- [9] Edmar Martendal., Eduardo Carasek. A new approach based on a combination of direct and headspace cold-fiber solid-phase microextraction modes in the same procedure for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons and phthalate esters in soil samples // Journal of Chromatography A. – 2011. – P. 1707-1714.
- [10] James K., Stack M.A. The determination of volatile organic compounds in soils using SPME with gas chromatography-mass spectrometry // J. High Res. Chromatogr. – 1996. – Vol. 19. – P. 515-519.
- [11] Martos P., Pawliszyn J. Calibration of solid-phase microextraction for air analyses based on physical chemical properties of the coating // Anal. Chem. – 1997. – Vol. 69. – P. 206-215.
- [12] Farajzadeh M., Matin A. A. A new PVC-activated charcoal fibre coated on silver wire: application in determination of n-alkanes in the headspace of soil samples by SPME/GC // Analytical Sciences. – 2002. – Vol. 18(1). – P. 77-81.
- [13] Eriksson M., Faeldt J., Dalhammar G., Borg-Karlson A. K. Determination of hydrocarbons in old creosote contaminated soil using headspace solid-phase microextraction and GC-MS // Chemosphere. – 2001. – Vol. 44(7). – P. 1641-1648.
- [14] Бродский Е.С., Буткова О.Л., Шелепчиков А.А., Калинин Г.А., Мир-Кадырова Е.Я., Фешин Д.Б., Жильников В.Г. Определение состава и оценка содержания летучих углеводородов в почве методом твердофазной микроэкстракции и газовой хроматографии/ масс-спектрометрии // Аналитика и контроль. – 2013. – Т. 17, № 1.
- [15] Cam D., Gagni S. Determination of petroleum hydrocarbons in contaminated soils using solid-phase microextraction with gas chromatography-mass spectrometry // Journal of Chromatographic Science. – 2001. – Vol. 39(11). – P. 481-486.
- [16] Quinlan W., Wood J., Wylie A. Surface geochemical results complement conventional development approaches // World Oil. – Vol. 225. – P. 54-65.
- [17] James K. J., Stack M.A. The Determination of Volatile Organic Compounds in Soils using Solid Phase Microextraction with GC-MS // J. High Resol. Chromatogr. – 1996. – Vol. 19. – P. 515-519.
- [18] Rada D., Durovic, Jelena S., Gajić Umiljendić, Svjetlana B. Cupać and Ljubiša M. Ignjatović. Solid phase microextraction as an efficient method for characterization of the interaction of pesticides with different soil types // J. Braz. Chem. Soc. – 2010. – Vol. 21(6). – P. 985-994.
- [19] J. Beltran, F.J. Lopez, F. Hernandez. Review: Solid-phase microextraction in pesticide residue analysis // Journal of Chromatography A. – 2000. – Vol. 885. – P. 389-404.
- [20] Hernandez F., Beltran J., J.Lopez F., V.Gaspar J. Use of solid-phase microextraction for the quantitative determination of herbicides on soil and water samples // Anal. Chemistry. – 2000. – Vol. 72. – P. 2313-2322.
- [21] Doong R., Liao P. Determination of organochlorine pesticides and their metabolites in soil samples using headspace SPME // J. Chromatogr. A. – 2001. – Vol. 918(1). – P. 177-188.
- [22] Fu Shan, Jiang Ting, Wang Xia, Xu Xiaobai, Yuan Jimpeng, Zhao R. A novel headspace SPME method for the exact determination of organochlorine pesticides in environmental soil samples // Anal. Bioanal. Chem. – 2006. – Vol. 384(7-8). – P. 1584-1589.
- [23] D. Vega Moreno, Z. Sosa Ferrera, J. J. Santane Rodriaguez. Sample extraction method combining micellar extraction-SPME and HPLC for the determination of organochlorine pesticides in agricultural soils // J. Agric. Food Chem. – 2006. – Vol. 54(20). – P. 13-20.
- [24] Ng W., Teo M., Lakso H. Determination of organophosphorus pesticides in soil by headspace SPME // J. Anal. Chem. – 1999. – Vol. 363(7). – P. 673-679.
- [25] Zamboni C. G., Palmisano F., Losito I., Cilenti A. Solid-phase microextraction coupled to gas chromatography-mass spectrometry for the study of soil adsorption coefficients of organophosphorus pesticides // Journal of Environmental Monitoring. – 2002. – Vol. 4(4). – P. 477-481.
- [26] Rada D. Đurović, Tijana M. Đorđević, Ljiljana R. Šantrić, Slavica M. Gašić, Ljubiša M. Ignjatović. Headspace solid phase microextraction method for determination of triazine and organophosphorus pesticides in soil // Journal of Environmental Science and Health. – Part B. – 2010. – Vol. 45. – P. 626-632.
- [27] Camara C., Bouaid A., Fernandez P., Gonzalez M. J., Ramos L. Solid-phase microextraction method for the determination of atrazine and four organophosphorus pesticides in soil samples by gas chromatography // Journal of Chromatography A. – 2001. – Vol. 939(1-2). – P. 13-21.
- [28] Araujo L., Navalon A., Prieto A., Vilchez J. Determination of pyrimethanil and kresoxim-methyl in soils by headspace SPME and GC-MS // Anal. Bioanal. Chem. – 2004. – Vol. 379(7-8). – P. 1100-1105.
- [29] Sonia Fuster, Joaquim Beltran, Francisco J. Lopez, Felix Hernandez Application of solid phase microextraction for the determination of soil fumigants in water and soil samples // Analytical Chemistry, Dept. Experimental Sciences, University Jaume I, PO Box 8029AP, 12080 Castell_n, Spain
- [30] Ferrari F., Sanusi A., Millet M., Montury M. Multiresidue method using SPME for the determination of various pesticides with different volatility in confined atmospheres // Anal. and Bioanal. Chemistry. – 2004 – Vol. 379(3). – P. 476-483.
- [31] Junxia Wang, Ludovic Tuduri, Maurice Millet, Olivier Briand, Michel Montury. Flexibility of solid-phase microextraction for passive sampling of atmospheric pesticides // J. Chromatogr. A. – 2009. – Vol. 1216. – P. 3031-3037.
- [32] Stacy Brown, Mark Rickrode, Thomas Caldwell. Journal of Environmental Monitoring. – 2002. P. 377-376.

REFERENCES

- [1] Drugov YU.S., Rodin A.A. Analiz zagryaznennoy pochvy i opasnykh otkhodov. Prakticheskoye rukovodstvo. M.: Binokom, **2007**. S. 414 (in Russ)
- [2] Opredeleniye organicheskikh veshchestv v pochvakh i otkhodakh proizvodstva i potrebleniya: Sbornik metodicheskikh ukazaniy. MUK 4.1.1061-4.1.1062-01. Izdaniye ofitsial'noye. M.: Minzdrav Rossii, **2001**. S. 26.
- [3] Keith L.H.-Compilation of EPA's Sampling and Analysis Methods 2nd ed., CRC Press, Boca Raton, FL, 1996. P.1500.
- [4] Kenessov B.N. Reports of the National Academy of Sciences. 2009. N 2. P. 43-47.
- [5] Handbook of Solid Phase Microextraction. Edited by Pawliszyn J. University of Waterloo. Canada, **2011**.
- [6] Drugov YU.S., Zenkechich I.G., Rodin A.A. Gazokhromatograficheskaya identifikatsiya zagryazniteley vozdukha, vody. pochvy i biosred. Prakticheskoye rukovodstvo. M.: Binokom, **2005**. C. 743.
- [7] Havenga W.J., Rohwer E.R. J-Chromatogr. A. 2 Jul **1999**. Vol. 848(1-2). P. 279-295.
- [8] Chen, J., Pawliszyn, J. Anal. Chem. **1999**. P. 2530-2533.
- [9] Edmar Martendal., Eduardo Carasek. Journal of Chromatography A. **2011**. 1707-1714.
- [10] James K., Stack M. J. High Res. Chromatogr. **1996**. P. 515-519.
- [11] Martos P., Pawliszyn J. Anal. Chem. **1997**. 215.
- [12] Farajzadeh M., Matin A.A. Analytical Sciences. **2002**. P. 77-81.
- [13] Eriksson M., Faeldt J., Dalhammar G., Borg-Karlson A. K. Chemosphere. 2001. P.1641-1648.
- [14] Brodskiy Ye.S., Butkova O.L., Shelepchikov A.A., Kalinkevich G.A., Mir-Kadyrova Ye.YA., Feshin D.B., Zhil'nikov V.G. Analitika i kontrol'. **2013**. P. 17-23.
- [15] Cam D., Gagni S. Journal of Chromatographic Science. **2001**. P. 481-486.
- [16] Quinlan W., Wood J., Wylie A. World Oil. **1998**. P. 54-65.
- [17] James K. J., Stack M.A. J. High Resol. Chromatogr. **1996**. P. 515-519.
- [18] Rada D., Durovic, Jelena S., Gajić Umiljendić, Svjetlana B. Cupać and Ljubiša M. Ignjatović. J. Braz. Chem. Soc. **2010**. P. 985-994.
- [19] J. Beltran, F.J. Lopez, F. Hernandez. Review. **2000**. P. 389-404.
- [20] Hernandez F., Beltran J., J.Lopez F., V.Gaspar J. Anal.Chemistry. 2000. P. 2313-2322.
- [21] Doong R., Liao P. J. Chromatogr. A. **2001**. P. 177-188.
- [22] Fu Shan, Jiang Ting, Wang Xia, Xu Xiaobai, Yuan Jinpeng, Zhao R. **2006**. P. 1584-1589.
- [23] D. Vega Moreno, Z. Sosa Ferrera, J. J. Santane Rodriaguez. J. Agric. Food Chem. **2006**. P. 13-20.
- [24] Ng W., Teo M., Lakso H. J. Anal. Chem. **1999**. P.673-679.
- [25] Zamboni C. G., Palmisano F., Losito I., Cilenti A. Journal of Environmental Monitoring. **2002**. P. 477-481.
- [26] Rada D. Đurović, Tijana M. Đorđević, Ljiljana R. Šantrić, Slavica M. Gašić, Ljubiša M. Ignjatović. **2012**. Vol. 45. P.626-632.
- [27] Camara C., Bouaid A., Fernandez P., Gonzalez M. J., Ramos L. Journal of Chromatography A. **2001**. P. 13-21.
- [28] Araujo L., Navalon A., Prieto A., Vilchez J. Anal. Bioanal. Chem. **2004**. P. 1100-1105.
- [29] Sonia Fuster, Joaquim Beltran, Francisco J. Lopez, Felix Hernandez. Analytical Chemistry, Dept. Experimental Sciences, University Jaume I, PO Box 8029AP, 12080 Castell_n, Spain
- [30] Ferrari F., Sanusi A., Millet M., Montury M. Anal. and Bioanal. Chemistry. **2004**. P. 476-483.
- [31] JunxiaWang, Ludovic Tuduri, Maurice Millet, Olivier Briand, Michel Montury. J. Chromatogr. A. **2009**. P.3031-3037.
- [32] Stacy Brown, Mark Rickrode, Thomas Caldwell. Journal of Environmental Monitoring. **2002**. P. 377-376.

**ҚАТТЫ ФАЗАЛЫ МИКРОЭКСТРАКЦИЯ ӘДІСІМЕН ТОПЫРАҚ ҚҰРАМЫНДАҒЫ
ОРГАНИКАЛЫҚ ЛАСТАУШЫЛАРДЫ АНЫҚТАУ ӘДІСТЕРІ: ШОЛУ**

С. С. Егемова¹, Б. Н. Кенесов¹, М. К. Наурызбаев¹, З. М. Мусина²

¹Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Физика-химиялық зерттеу әдістері орталығы,
Алматы, Қазақстан,

²АҚ «Д. В. Сокольский атындағы Органикалық катализ және электрохимия институты», Алматы, Қазақстан

Тірек сөздер: топырақ, топырақ үлгілерін даярлау әдістемелері, қатты фазалы микроэкстракция, үлгі дайындау, органикалық лақтаушылар.

Аннотация. Органикалық лақтаушыларды топырақ құрамынан анықтаудың халықаралық ресми және отандық әдістері қарастырылды. Классикалық және қазіргі таңғы топырақ үлгілерін даярлау әдістемелері бағаланды. Қаттыфазалы микроэкстракция әдісінің негізгі принциптері көрсетілді. Топырақ құрамынан аз мөлшерде ұшқыш органикалық лақтаушыларды қаттыфазалы микроэкстракция әдісімен анықтаудың әдеби шолуы жасалды.

Поступила 15.09.2014г.