

© КОЛЛЕКТИВ АВТОРОВ, 2025

Читать онлайн
Read online

**Некрасова Л.П., Сбитнев А.В., Филимонова Е.И., Кулешова О.Ю., Водянова М.А.**

Определение ацетальдегида в почве методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором в сочетании со статическим парофазным анализом

ФГБУ «Центр стратегического планирования и управления медико-биологическими рисками здоровью»
Федерального медико-биологического агентства, 119121, Москва, Россия

РЕЗЮМЕ

Введение. Ацетальдегид представляет опасность для окружающей среды, поэтому его содержание регламентируется в воздухе, воде и почве. ПДК в почве установлен на уровне 10 мг/кг, однако нормативно-методические документы для определения этого вещества в почве отсутствуют.

Цель исследования – определение ацетальдегида в почве методом газовой хроматографии в сочетании со статическим парофазным анализом.

Материалы и методы. Для исследований использовали образцы дерново-подзолистой, песчаной, городской почв и чернозёма обыкновенного, отобранных в Московской, Курской, Мурманской и Тверской областях. Определение ацетальдегида проводили на аппаратно-программном комплексе на базе газового хроматографа «Хроматэк-Кристал 5000.2» (ЗАО «Хроматэк», Россия) с пламенно-ионизационным детектором (ПИД) и внешним дозатором равновесного пара Lab Hut HT 200 H-200 (HTA s.r.l., Италия), с капиллярной колонкой DB-624 (Agilent, США) 60 м, 0,53 мм, 3 мкм.

Результаты. Изучен большой массив (более тысячи) образцов почв. Во всех пробах присутствовал ацетальдегид, концентрация которого колебалась от 0,04 до 6 мг/кг. Исследована зависимость сигнала пламенно-ионизационного детектора (ПИД) от массы пробы, её влажности, времени и температуры терmostатирования. Установлено, что оптимальная масса навески при использовании фляконов вместимостью 20 мл составляет 2 г, а влажность пробы для большинства типов почв – 20%. Анализ образцов почвы по методу EPA 5021 с добавлением к 2 г почвы 10 см³ модифицирующего раствора или реагентной воды приводит к очень низким значениям площадей хроматографических пиков или их отсутствию. Извлечение ацетальдегида непосредственно из образца почвы позволяет увеличить чувствительность определения в 10–60 раз.

Ограничения исследования. Градиуровочные графики, построенные с использованием различных типов почв, могут иметь разные угловые коэффициенты, поэтому с целью унификации целесообразно использовать водные растворы, хотя такой подход может вносить систематическую погрешность в результаты анализа.

Заключение. Разработан метод определения ацетальдегида в почве методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором в сочетании со статическим парофазным анализом. Предел определения составил 0,04 мг/кг.

Ключевые слова: ацетальдегид; парофазный анализ; газохроматографический анализ; летучие органические соединения; почва

Соблюдение этических стандартов. Исследование не требует представления заключения комитета по биомедицинской этике или иных документов.

Для цитирования: Некрасова Л.П., Сбитнев А.В., Филимонова Е.И., Кулешова О.Ю., Водянова М.А. Определение ацетальдегида в почве методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором в сочетании со статическим парофазным анализом. *Гигиена и санитария*. 2025; 104(12): 1772–1778. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2025-104-12-1772-1778> <https://elibrary.ru/ibnkwh>

Для корреспонденции: Некрасова Лариса Петровна, e-mail: L.Nekrasova@cspmz.ru

Участие авторов: Некрасова Л.П. – концепция и дизайн исследования, проведение экспериментальных исследований, сбор материала и обработка данных, написание текста, редактирование; Сбитнев А.В. – проведение экспериментальных исследований, сбор материала и обработка данных; Филимонова Е.И. – проведение экспериментальных исследований, обработка результатов, статистический анализ; Кулешова О.Ю. – проведение экспериментальных исследований, сбор материала и обработка данных; Водянова М.А. – сбор материала, обработка результатов. Все соавторы – утверждение окончательного варианта статьи, ответственность за целостность всех её частей.

Конфликт интересов. Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов в связи с публикацией данной статьи.

Финансирование. Исследование выполнено в рамках государственного задания.

Поступила: 18.09.2025 / Поступила после доработки: 09.10.2025 / Принята к печати: 02.12.2025 / Опубликована: 15.01.2026

**Larisa P. Nekrasova, Anton V. Sbitnev, Ekaterina I. Filimonova, Oksana Ju. Kuleshova,
Maria A. Vodianova**

Determination of acetaldehyde in soil by gas chromatography with a flame ionization detector in combination with static headspace analysis

Center for Strategic Planning of the Federal medical and biological agency, Moscow, 119121, Russian Federation

ABSTRACT

Introduction. Acetaldehyde is hazardous to the environment, and therefore its content in the air, water and soil is regulated. The maximum permissible concentration in soil is set at 10 mg/kg, but there are no regulatory and methodological documents for its determination in soil.

Objective of the study. Determination of acetaldehyde in soil by gas chromatography in combination with static headspace analysis.

Materials and methods. The studies were carried out on samples of sod-podzolic, sandy, and urban soils, as well as ordinary chernozem, collected in the Moscow, Kursk, Murmansk, and Tver regions. Acetaldehyde was detected using a hardware and software complex based on a Chromatec-Crystal 5000.2 gas chromatograph (Chromatec, Russia) with a flame ionization detector (FID) and an external Lab Hut HT 200 H-200 equilibrium vapor dispenser (HTA s.r.l., Italy), with a DB-624 capillary column (Agilent, USA) 60 m, 0.53 mm, 3 μm.

Results. A large array (more than a thousand) of soil samples was analyzed (list the characteristics of the soils). Acetaldehyde was present in all samples, the concentration of which ranged from 0.04 mg/kg to 6.0 mg/kg. The dependence of the FID signal on the sample mass, its humidity, time, and temperature of thermostating was studied. The optimal sample mass when using 20 ml vials is 2 g, and the sample humidity for most soil types was found to be 20%. Analysis of soil samples by the EPA 5021 method with the addition of 10 cm³ of a modifying solution or reagent water to 2 g of soil leads to very low values of the chromatographic peak areas, or their absence. Extraction of acetaldehyde directly from the soil sample allows increasing the sensitivity of the detection by 10–60 times.

Limitations. Calibration graphs constructed using different types of soils may have different slopes, therefore, for the purpose of unification, it is advisable to use aqueous solutions, although this approach may introduce a systematic error in the analysis results.

Conclusion. A method for detecting acetaldehyde in soil using gas chromatography with a flame ionization detector in combination with static headspace analysis has been developed. The detection limit was 0.04 mg/kg.

Keywords: acetaldehyde; headspace analysis; gas chromatographic analysis; volatile organic compounds; soil

Compliance with ethical standards. The study does not require the conclusion of the Biomedical Ethics Committee.

For citation: Nekrasova L.P., Sbitnev A.V., Filimonova E.I., Kuleshova O.Ju., Vodianova M.A. Determination of acetaldehyde in soil by gas chromatography with a flame ionization detector in combination with static headspace analysis. *Gigiena i Sanitariya / Hygiene and Sanitation, Russian journal*. 2025; 104(12): 1772–1778. https://doi.org/10.47470/0016-9900-2025-104-12-1772-1778 https://elibrary.ru/ibnkwh (In Russ.)

For correspondence: Nekrasova Larisa Petrovna, e-mail: LNekrasova@cspmz.ru

Contribution: Nekrasova L.P. – concept and design of the study, conducting experimental studies, writing the text, collecting material and processing data, editing; Sbitnev A.V. – conducting experimental studies, collecting material and processing data; Filimonova E.I. – conducting experimental studies, processing results, statistical processing; Kuleshova O.Yu. – conducting experimental studies, collecting material and processing data; Vodianova M.A. – collection of material, processing of results. All authors are responsible for the integrity of all parts of the manuscript and approval of the manuscript final version.

Conflict of interest. The authors declare no conflict of interest.

Funding. The study had no sponsorship.

Received: September 18, 2025 / Revised: October 10, 2025 / Accepted: December 2, 2025 / Published: January 15, 2026

Введение

Ацетальдегид – второе соединение в гомологическом ряду альдегидов, бесцветная жидкость с резким запахом. Плотность 0,784 г/см³, температура плавления минус 123,37 °C, температура кипения – плюс 20,2 °C, давление паров при температуре плюс 20 °C – 98,7 кПа. Ацетальдегид относится к летучим органическим соединениям (ЛОС), хорошо растворяется в воде, спирте, эфире; умеренно токсичен, предельная концентрация в воздухе рабочей зоны составляет 5 мг/м³. Пары ацетальдегида при попадании на кожу и слизистые оболочки вызывают их поражение. LD₅₀ для крыс при пероральном введении составляет 661 мг/кг массы тела [1]. Поскольку ацетальдегид представляет угрозу для окружающей среды, его концентрация в воде, воздухе и почве нормируется (табл. 1).

В соответствии с СанПин 1.2.3865–21 «Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания» ПДК ацетальдегида в почве 10 мг/кг установлена по воздушно-миграционному показателю. На основании проведенных ранее исследований влияния ацетальдегида на светлокаштановую почву была обоснована ПДК ацетальдегида в почве по водно-миграционному показателю – 27 мг/кг [2]. Ацетальдегид не только используется в промышленности для получения ряда органических веществ и полимеров [3], но также довольно распространён в природе [4]: присутствует в продуктах растительного происхождения [5, 6], образуется в почве в результате деятельности микроорганизмов [7, 8]. Ацетальдегид присутствует в атмосферном воздухе, и его концентрация подвержена суточным колебаниям [9]. В результате бытовой деятельности человека в воздухе закрытых помещений образуется ацетальдегид, который относится к девяти приоритетным опасным загрязнителям среды обитания [10]. Ацетальдегид – продукт микробиологической трансформации в почвах и донных отложениях нефтяных углеводородов, углеводородов и белковых веществ [11]. Высокие

его концентрации действуют угнетающе на почвенных червей [12], а низкие стимулируют жизнедеятельность микробного сообщества [2].

Несмотря на то что установлена ПДК ацетальдегида в почве, нормативно-методические документы для его определения отсутствуют. Статический парофазный анализ (ПФА) является эффективным и робастным методом определения ЛОС в воде, почве, донных отложениях, отходах производства и потребления, биологических жидкостях и продуктах питания [13]. Наиболее эффективен этот метод для соединений, плохо растворимых в воде [14]. Показано, что использование ПФА для соединений с константной равновесия K = C_L/C_G (где C_L – концентрация анализа в жидкости, C_G – его концентрация в паровой фазе) менее 10 даёт существенный выигрыш в чувствительности определения [14]. Ацетальдегид относится к высоколетучим соединениям, при этом он хорошо растворим в воде. Константа равновесия для альдегидов и кетонов согласно [13] составляет 3 · 10² – 2 · 10³, что делает определение ацетальдегида методом ПФА проблематичным. Так, методика американского агентства по охране окружающей среды EPA 5021A включает 58 ЛОС [15], однако ацетальдегид в этом списке отсутствует. Обзор методов определения ЛОС в почвах представлен в работе [16], где показано, что в качестве пробоподготовки для определения водорастворимых ЛОС в почве рекомендуется азеотропная дистилляция – длительный, трудоёмкий метод. Авторами [17] предложена методика определения 52 ЛОС в воде, в том числе ацетальдегида, чувствительность определения которого на пламенно-ионизационном детекторе составила 30 мкг/дм³ [17]. С учётом этих данных можно предположить возможность определения ацетальдегида в почве методом ПФА.

Цель работы – разработать метод определения ацетальдегида методом газовой хроматографии на пламенно-ионизационном детекторе в сочетании со статическим парофазным анализом.

Таблица 1 / Table 1

ПДК ацетальдегида в объектах окружающей среды согласно СанПин 1.2.3865–21

MPC in environmental facilities in accordance with SanPiN 1.2.3865–21

Объект An object	ПДК MPC	Класс опасности Hazard class
Атмосферный воздух / Atmospheric air	0.01 мг/м ³ mg/m ³ (максимальная разовая maximum one-time) 0.005 мг/м ³ mg/m ³ (среднегодовая average annual)	3
Вода / Water	0.2 мг/дм ³ mg/dm ³	4
Почва / Soil	10 мг/кг mg/kg	—

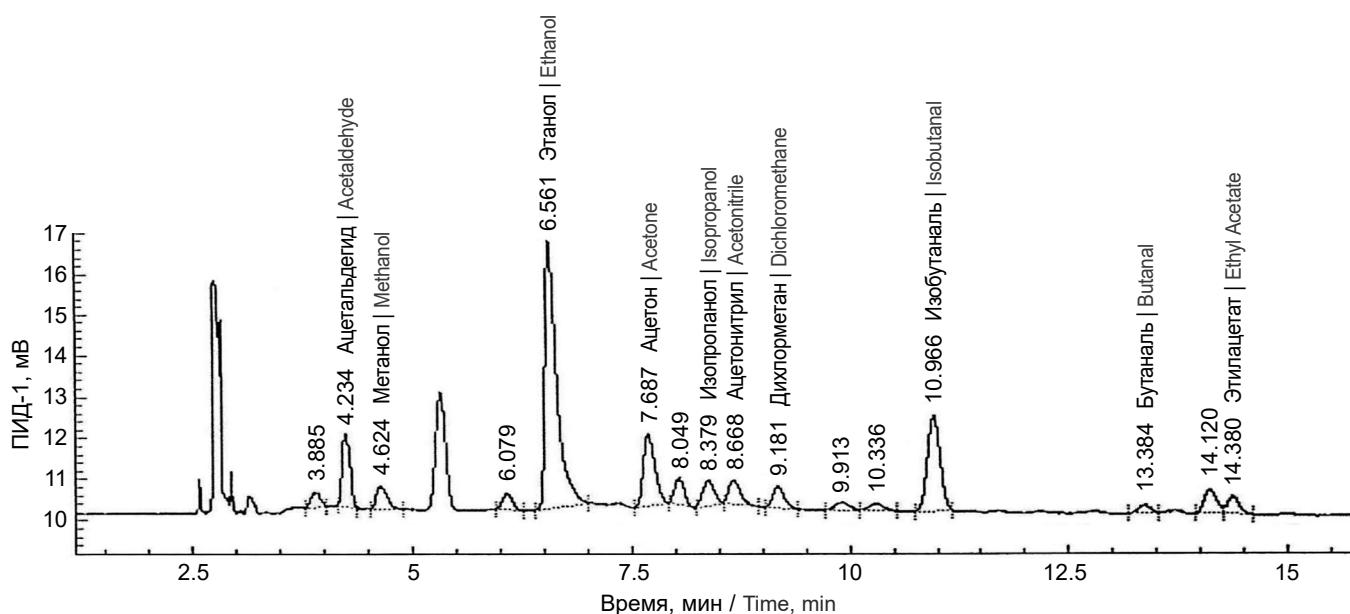


Рис. 1. Хроматограмма дерново-подзолистой почвы (образец № 1).

Fig. 1. Chromatogram of sod-podzolic soil (sample No. 1).

Материалы и методы

Оборудование. Для проведения исследований использовали аппаратно-программный комплекс для медицинских исследований на базе газового хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000.2» (ЗАО «Хроматэк», Россия) с пламенно-ионизационным детектором и внешним дозатором равновесного пара Lab Hut HT 200 НТА с.г.и., Италия). Хроматографическое разделение проводили на капиллярной колонке Rtx 1701 (Restek, США) (60 м; 0,32 мм; 3 мкм) и DB-624 (Agilent, США) (60 м; 0,53 мм; 3 мкм). Программирование температуры осуществляли в режиме: плюс 45 °C (9 мин) – 5 °C/мин до температуры плюс 115 °C (7 мин) – 5 °C/мин до температуры плюс 135 °C (7 мин) – 10 °C/мин до температуры плюс 180 °C (14 мин) – 25 °C/мин до температуры плюс 220 °C (10 мин). Газ-носитель – азот, скорость потока – 4,9 мл/мин, температура испарителя – плюс 230 °C, температура детектора – плюс 280 °C. Определению не мешают другие соединения, поскольку хорошо разделяются на хроматографической колонке в условиях анализа (рис. 1). Параметры НТ-200: время кондиционирования составляло 25–50 мин, температура кондиционирования – плюс 80–90 °C, температура иглы – плюс 85–95 °C. Деионизированную воду получали на установке ICW-3000 System (Millipore Corporation, Франция).

Объекты исследования. Для исследований использовали образцы дерново-подзолистой, песчаной, городской почв и чернозёма обыкновенного, отобранных в Московской, Курской и Тверской областях. Отбор проб осуществляли в соответствии с ГОСТ ISO 14507–2015 «Качество почвы. Предварительная подготовка проб для определения органических загрязняющих веществ». Анализировали пробы естественной влажности. Значение влажности определяли в отдельной порции пробы. Для проведения модельных экспериментов пробы сушили на воздухе, удаляли остатки растений, измельчали в фарфоровой ступке и просеивали через сито 1–2 мм. Высушенные пробы хранили в банках с завинчивающимися крышками. Для исследования зависимости чувствительности определения от влажности образцы подготавливали следующим образом: почву массой 20 г увлажняли до требуемой влажности, затем во флаконы для ПФА отбирали навески по 2 г, либо навеску сухой почвы массой 2 г увлажняли до необходимой влажности со-

ответствующим объёмом деионизированной воды, либо добавляли 10 мл модифицирующего раствора или 10 мл деионизированной воды. Модифицирующий раствор готовили в соответствии с EPA 5021A [15]. Статистическую обработку результатов проводили в программе Microsoft Excel, доверительный интервал средних значений рассчитывали по критерию Стьюдента для вероятности 95%.

Реактивы. Ацетальдегид для хроматографии (ХромЛаб, Россия), кислота ортофосфорная х.ч., 87% («Компонент-реактив», Россия), хлорид натрия х.ч., («Компонент-реактив», Россия), песок белый кварцевый, фракция 0,2–0,4 мм, не содержащий ЛОС («Аквафильтр», Россия), деионизированная вода, полученная на установке ICW-3000 System.

Результаты

Характеристика объектов исследования. Описание образцов и их характеристики представлены в табл. 2. Исследования зависимости площади пика от влажности, массы навески и условий термостатирования проводили, не вводя в образцы почвы дополнительных порций ацетальдегида. Градуировочные графики строили, используя белый кварцевый песок и образец № 7, содержащий следовые количества ацетальдегида.

Зависимость площади пика от массы навески (высоты слоя почвы). Можно было предположить, что увеличение навески почвы должно привести к увеличению чувствительности определения как за счёт увеличения массы ацетальдегида, так и за счёт уменьшения объёма газовой фазы. Для определения зависимости площади пика от массы навески высущенной пробы, содержащей ацетальдегид, массой 0,5–3 г помещали в хроматографическую виалу вместимостью 20 мл, герметично укупоривали и устанавливали на автосамплер парофазного дозатора. Если масса навески почвы находилась в пределах 0,5–2 г (2,5 г в зависимости от плотности почвы), наблюдалась линейная зависимость площади пика ацетальдегида от массы почвы. Дальнейшее увеличение массы навески и соответственно высоты слоя почвы нарушило пропорциональность площади пика (S) от массы анализируемого образца (m) и приводило к уменьшению площади пика при увеличении массы образца. Вероятно, этот эффект связан с тем, что увеличение высоты слоя почвы затрудняло диффузию ацетальдегида в газовую fazу

Таблица 2 / Table 2

Характеристика образцов почвы, использованных в работе

Characteristics of soil samples used in the work

Образец, № Sample, №	Характеристика пробы Sample characteristics	Полная влагоёмкость, % Full moisture capacity, %	pH водной вытяжки pH of the water extract
1	Дерново-подзолистая почва рыже-коричневого цвета. По гранулометрическому составу относится к подгруппе «средний суглинок» The sod-podzolic soil is reddish-brown in color. According to its granulometric composition, it refers to the subgroup of medium loam	37.4	6.5
2	Чернозём обыкновенный, по гранулометрическому составу можно отнести к лёгкому (среднему) суглинку Ordinary chernozem, according to its granulometric composition, can be attributed to light (medium) loam	38.8	8.42
3	Чернозём обыкновенный, по гранулометрическому составу можно отнести к супеси или лёгкому суглинку Ordinary chernozem, according to its granulometric composition, can be attributed to a slurry or light loam	47.0	8.06
4	Преимущественно песок с небольшими включениями рыжих частиц Mostly sand with small inclusions of red particles	25.0	7.81
5	Органоминеральный или органический грунт; имеет тёмно-серый (чёрный) цвет; по гранулометрическому составу можно отнести к тяжёлому суглинку Organo-mineral or organic soil; has a dark gray/black color; according to the granulometric composition, it can be attributed to heavy loam	202	7.5
6	Урбанозём с включением светлых и тёмных частиц. По гранулометрическому составу образец можно отнести к подгруппам «тяжёлая супесь» и «лёгкий суглинок» Urbanozem with inclusion of light and dark particles. According to the granulometric composition, the sample can be classified into the subgroups heavy sandy loam and light loam	36.6	7.9
7	Осадок из отстойников – в составе частицы размером менее 1 мм, представлены пылевой (не менее 7,2%) и песчаной (более 80%) фракциями с преобладанием мелкопесчаной фракции (69%). Соотношение пылевой фракции к песчаной – 1 : 12 Sediment from sedimentation tanks consists of particles less than 1 mm in size, represented by dust (at least 7.2%) and sand (more than 80%) fractions with a predominance of fine sand fraction (69%). The ratio of the dust to sand fraction is 1 : 12	31.5	6.2

либо приводило к его вторичному поглощению верхними слоями почвы. Такая зависимость наблюдалась как для высушенной, так и для увлажнённой почвы. Из данных эксперимента можно полагать, что оптимальная масса навески составляла 2 г. С учётом данного обстоятельства, а также того, что зарубежные методики определения ЛОС методом статического парофазного анализа с использованием фланков вместимостью 20 мл используют навеску массой 2 г, все модельные эксперименты проводили с такой массой пробы.

Зависимость площади пика от влажности почвы. Поскольку ЛОС чрезвычайно летучи, в соответствии с ГОСТ ISO 14507–2015 они должны быть определены в отобран-

ных образцах максимально быстро. При этом пробы почвы могут содержать различное количество влаги, которое для пересчёта содержания ЛОС на сухую почву определяется в отдельном анализе. Представляло интерес определение влияния влажности почвы на площади пиков ацетальдегида. Для этого проводили следующий модельный эксперимент. При определении зависимости площади пика от влажности почвы навеску массой 2 г помещали в хроматографическую виалу (флакон) вместимостью 20 мл для ПФА, добавляли деионизированную воду для создания требуемой влажности, герметично укупоривали, перемешивали и давали системе равномерно увлажниться в течение часа. Затем флакон устанавливали на автосampler парофазного дозатора НТ-200. Все измерения проводили в трёх повторностях.

Для разных типов почв зависимости площади пика от влажности почвы имели отличия, которые в значительной степени определялись полной влагоёмкостью почвы. Как правило, такая зависимость в большинстве случаев имела максимум, который приходился на почву 20–30%-й влажности, если её полная влагоёмкость не превышала 50% (рис. 2). Для органоминерального грунта (образец № 5) вплоть до 100%-й влажности наблюдалось увеличение сигнала детектора, но уже при 120%-й влажности происходило его резкое падение.

Сравнение площадей пиков ацетальдегида при различных способах подготовки образца представлены в табл. 3, из которой отчётливо видно, что добавление к пробе почвы 10 мл десорбированной воды или модифицирующего раствора, как это делается при определении большого числа ЛОС [15], плохо подходит для определения ацетальдегида в пробах почвы. Более всего это относится к образцам чернозёма (соотношение площадей 61,4; 39,8; 20,7), а менее всего – к песчаной почве.

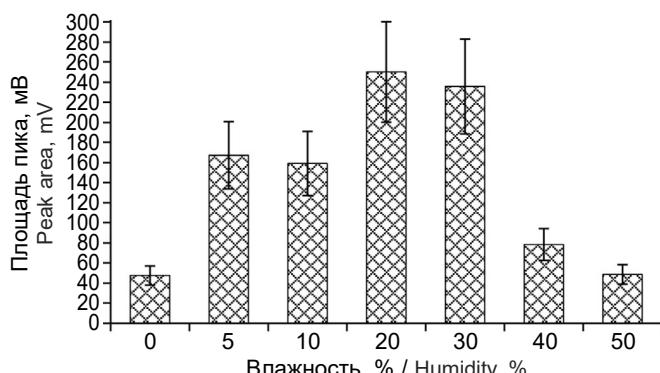


Рис. 2. Зависимость площади пика ацетальдегида от влажности чернозёма обыкновенного (полная влагоёмкость 38,8%).

Fig. 2. Dependence of the peak area of acetaldehyde on the moisture content of ordinary chernozem (total moisture capacity 38.8%)

Таблица 3 / Table 3

Зависимость площади пика ацетальдегида на ПИД от способа подготовки образца

Dependence of the acetaldehyde peak area on the flame ionization detector on the sample preparation method

Образец, № Sample, №	Площадь пика / Peak area				
	Исходная (влажность, %) The initial (humidity, %)	Высушенная The dried	Влажность 20% Humidity 20%	+ 10 мл воды + 10 mL of water	+ 10 мл модификатора + 10 mL of modifier
1	61.2 ± 9.6 (14.3)	23.5 ± 2.6	90.62 ± 11.3	10.39 ± 2.59	12.07 ± 2.47
2	81.5 ± 22.8 (17.9)	65.0 ± 4.1	154.88 ± 36.3	2.52 ± 0.71	Не обнаружен Not detected
3	323.0 ± 38.5 (25.2)	87.1 ± 8.8	290.1 ± 31.2	7.28 ± 1.85	13.95 ± 3.11
4	19.1 ± 3.9 (15.4)	20.0 ± 2.1	17.8 ± 2.7	2.14 ± 0.54	4.15 ± 1.12
7	10.21 ± 1.96 (4.9)	Не анализировали Not analyzed	6.58 ± 1.54	Не обнаружен Not detected	Не обнаружен Not detected

Таблица 4 / Table 4

Характеристики градуировочных графиков при разных способах построения (n = 7)

Characteristics of calibration graphs in different methods of construction (n = 7)

Условия построения градуировочного графика Conditions for constructing a calibration graph	Диапазон концентраций Concentration range	Коэффициент <i>a</i> в уравнении $Y = a \cdot X$ Coefficient <i>a</i> in the equation $Y = a \cdot X$	<i>R</i> ²
2 мл стандартного раствора 2 ml of standard solution	0.1–13.0 мг/дм ³ mg/dm ³ 1–85 мг/дм ³ mg/dm ³	203.01 203.96	0.9976 0.9992
2 г белого кварцевого песка + 2 мл стандартного раствора (влажность 100 %) 2 g of white quartz sand + 2 ml of standard solution (100% humidity)	1–85 мг/дм ³ mg/dm ³ 1–85 мг/кг mg/kg	194.76	0.9972
2 г почвы + 0,4 мл стандартного раствора (влажность 20%) 2 g of soil + 0.4 ml of standard solution (humidity 20%)	0.5–20 мг/кг mg/kg	372.18	0.9953
2 г белого кварцевого песка + 0,4 мл стандартного раствора 2 g of white quartz sand + 0.4 ml of standard solution	0.035–2.0 мг/кг mg/kg	555.83	0.9974

Зависимость площади пика от условий термостатирования. Изменение температуры термостатирования в парофазном дозаторе с плюс 80 до плюс 90 °C при неизменном времени термостатирования приводило к увеличению площади пика в среднем на 26%. Было изучено влияние времени термостатирования на площади пика ацетальдегида. Наряду с термостатированием в парофазном дозаторе увлажнённые пробы помещали на 1 ч в сушильный шкаф при температуре плюс 90 °C. При этом площадь пика ацетальдегида увеличивалась на 35–90%.

Построение калибровочного графика. Градуировочный график строили разными способами: с использованием 2 мл стандартного раствора ацетальдегида заданной концентрации, 2 г белого кварцевого песка, не содержащего ацетальдегида, с добавлением 2 мл стандартного раствора ацетальдегида заданной концентрации, а также путём внесения в 2 г почвы заданного количества ацетальдегида и с помощью внесения в 2 г кварцевого песка заданного количества ацетальдегида (табл. 4). Для построения калибровочного графика был выбран образец почвы, содержащий минимальное количество ЛОС, которое определяли в исходной пробе. Поскольку для преобладающего числа различных почв влажность 20% является предпочтительной при проведении анализа, график строили в условиях 20%-й влажности, добавляя к образцу почвы, высушенному в условиях чистого помещения, 0,4 мл раствора ацетальдегида в воде заданной концентрации (см. табл. 4).

Определение содержания ацетальдегида в натурных образцах почвы. Для оценки содержания ацетальдегида в образцах почвы применяли градуировочный график, построенный с использованием 2 мл стандартного раствора ацетальдегида в воде. Образцы почвы для анализа отбирали на территориях городских и сельских поселений, парковых зон, лесных мас-

сивов, на полигонах твёрдых бытовых отходов (ТБО), вблизи промышленных предприятий, железнодорожных путей и у водоёмов. Во всех исследованных образцах присутствовал ацетальдегид. Значимых закономерностей содержания ацетальдегида от характера территории выявлено не было (такая задача в данной работе и не ставилась). В пробах, отобранных на территории Курской (г. Курчатов), Московской областей и в г. Железногорске Красноярского края содержание ацетальдегида было в среднем выше, чем в г. Яровое Алтайского края и населённых пунктах Мурманской области. Максимальная концентрация ацетальдегида была зафиксирована на очистных сооружениях в г. Железногорске (9,8 мг/кг). Повышенные по сравнению с другими территориями концентрации ацетальдегида отмечались в парковых зонах – в пределах 2–2,5 мг/кг. Также отдельные высокие значения были выявлены на полигоне ТБО в г. Яровое: 4,5–5 мг/кг.

Обсуждение

Методики определения ЛОС американского Агентства по охране окружающей среды EPA предлагают различные подходы к детектированию ЛОС и способы пробоподготовки почвенных образцов [18–22]. Наиболее полную информацию об определении 131 ЛОС содержит EPA 8260 [18], где отмечена низкая чувствительность определения спиртов и альдегидов при использовании парофазного анализа (статического и динамического вариантов) в условиях анализа 2 г почвы с добавлением 10 мл модифицирующего раствора. Известно, что выигрыш в чувствительности определения ЛОС в водных пробах тем выше, чем меньше $K = C_L/C_G$ [14]. В случае почвенных образцов с добавлением водной фазы получаем тройную систему «твёрдая фаза – жидкость – газ».

При этом в газообразную фазу целевой анализ попадает в результате перехода сначала в жидкую, а затем в газообразную фазу. При этом известно, что коэффициент распределения для ацетальдегида имеет высокое значение, то есть низкую чувствительность при определении из водного раствора, в то же время эффективность его извлечения из твёрдой матрицы может быть выше, чем из жидкой, что подтверждается экспериментальными результатами, полученными в данной работе.

Влияние параметров пробоподготовки на эффективность определения ЛОС рассматривалось в работах [23–25]. В [25] были изучены факторы, влияющие на чувствительность определения керосинов в почвах. Показано, что высокая влажность образца резко снижает чувствительность определения анализов. Результаты этого исследования сходны с выводами, полученными в данной работе, хотя в них

изучались соединения, относящиеся к различным классам. В то же время работы [23, 24] демонстрируют иные закономерности для ароматических и галогенсодержащих углеводородов.

Заключение

Разработан газохроматографический метод равновесной паровой фазы для определения ацетальдегида в почве. Установлены оптимальные параметры пробоподготовки: масса навески 2 г, влажность образца 20%, температура термостатирования плюс 90 °C, время термостатирования 50 мин. Предел определения составил 0,04 мг/кг, СКО – 24%. Определению не мешают другие соединения, поскольку хорошо разделяются на хроматографической колонке в условиях анализа.

Литература

(п.п. 1, 4–10, 15, 18–22 см. References)

2. Сергиенко Л.И. Материалы к обоснованию предельно допустимой концентрации ацетальдегида в почве. *Гигиена и санитария*. 1984; 63(2): 69–72.
3. Кнунянц И.Л., ред. *Химическая энциклопедия*. М.: Советская энциклопедия; 1988.
11. Гаретова Л.А., Фишер Н.К., Имранова Е.Л., Киренко О.А., Кошельков А.М. Особенности формирования органических соединений в грунтах и донных отложениях промзоны г. Хабаровск. *Геохимия*. 2021; 66(5): 464–72. https://doi.org/10.31857/S0016752521030055 https://elibrary.ru/disisq
12. Калинникова Т.Б., Тимошенко А.Х., Колсанова Р.Р., Захаров С.В., Гайнутдинов М.Х., Шагидуллин Р.Р. Действие ацетальдегида на организмы свободноживущих почвенных нематод *Caenorhabditis elegans* линий N2 и IPE1. *Токсикологический вестник*. 2012; (4): 45–8. https://elibrary.ru/tqnznl
13. Родинков О.В. Современные тенденции развития парофазного газохроматографического анализа. *Аналитика*. 2021; (1): 30–9. https://doi.org/10.22184/2227-572X.2021.11.1.30.39 https://elibrary.ru/dlugcc
14. Витенберг А.Г. Статический парофазный анализ. Физико-химические основы и области применения. *Российский химический журнал*. 2003; 47(1): 7–22.
16. Некрасова Л.П. Определение летучих органических соединений в почвах газохроматографическим методом. Обзор литературы. *Гигиена и санитария*. 2024; 103(10): 1149–54. https://doi.org/10.47470/0016-9900-2024-103-10-1149-1154 https://elibrary.ru/odtblm
17. Сотников Е.Е., Загайнов В.Ф., Михайлова Р.И., Милочкин Д.А., Рыжова И.Н., Корнилов И.О. Парофазный анализ летучих органических соединений в питьевой воде методом газовой хроматографии. *Гигиена и санитария*. 2014; 93(2): 92–6. https://elibrary.ru/sbkjlz
23. Галактионова Е.Б., Сафарова В.И., Теплова Г.И., Кудашева Ф.Х. Оптимизация условий извлечения и определения летучих органических соединений в донных отложениях методом статического парофазного анализа в сочетании с хромато-масс-спектрометрией. *Вестник Башкирского университета. Раздел химия*. 2009; 14(1): 68–71. https://elibrary.ru/klttzz
24. Галактионова Е.Б., Сафарова В.И., Кудашева Ф.Х., Теплова Г.И. Определение летучих органических соединений в донных отложениях методом хромато-масс-спектрометрии в сочетании со статическим парофазным анализом. *Журнал аналитической химии*. 2012; 67(6): 613–8. https://elibrary.ru/oxxpyz
25. Болотник Т.А., Смоленков А.Д., Смирнов Р.С., Шпигун О.А. Определение ракетных керосинов в почвах методом статического парофазного анализа в сочетании с газовой хромато-масс-спектрометрией. *Вестник Московского университета. Серия 2: Химия*. 2015; 56(4): 212–20. https://elibrary.ru/uduobv

References

1. National Center for Biotechnology Information. PubChem Compound Summary for CID 177, Acetaldehyde. Available at: https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Acetaldehyde
2. Sergienko L.I. Materials for substantiating the maximum permissible concentration of acetaldehyde in soil. *Gigiena i Sanitaria (Hygiene and Sanitation, Russian journal)*. 1984; 63(2): 69–72. (in Russian)
3. Knunyants I.L., ed. *Chemical Encyclopedia [Khimicheskaya entsiklopediya]*. Moscow: Soviet Encyclopedia; 1988. (in Russian)
4. Jardine K., Harley P., Karl T., Guenther A., Lerdu M., Mak J.E. Plant physiological and environmental controls over the exchange of acetaldehyde between forest canopies and the atmosphere. *Biogeosciences*. 2008; 5(6): 1559–72. https://doi.org/10.5194/bg-5-1559-2008
5. Brancato A., Lavanco G., Cavallaro A., Plescia F., Cannizzaro C. Acetaldehyde, motivation and stress: behavioral evidence of an addictive ménage à trois. *Front. Behav. Neurosci.* 2017; 11: 23. https://doi.org/10.3389/fnbeh.2017.00023
6. Pesis E. The role of the anaerobic metabolites, acetaldehyde and ethanol, in fruit ripening, enhancement of fruit quality and fruit deterioration. *Postharvest Biol. Technol.* 2005; 37: 1–19. https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2005.03.001
7. Monard C., Caudal J.P., Cluzeau D., Le Garres J.L., Hellequin E., Hoeffer K., et al. Short-term temporal dynamics of VOC emissions by soil systems in different biotopes. *Front. Environ. Sci.* 2021; 9: 650701. https://doi.org/10.3389/fenvs.2021.650701
8. Mancuso S., Taiti C., Bazihizina N., Costa C., Menesatti P., Giagnoni L., et al. Soil volatile analysis by proton transfer reaction-time of flight mass spectrometry (PTR-TOF-MS). *Appl. Soil Ecol.* 2015; 86: 182–91. https://doi.org/10.1016/j.apsoil.2014.10.018
9. Panday R., Bhatt P.S., Tribikram Bhattacharai T., Shakya K., Seerama L. Seasonal and diurnal concentrations of ambient formaldehyde and acetaldehyde in Bangkok. *BMC Res. Notes*. 2016; 9: 491. https://doi.org/10.1186/s13104-016-2297-7
10. Saltherammer T. Acetaldehyde in the indoor environment. *Environ. Sci. Atmos.* 2023; 3(3): 474–93. https://doi.org/10.1039/D2EA00146B https://elibrary.ru/otbgn
11. Гаретова Л.А., Фишер Н.К., Имранова Е.Л., Киренко О.А., Кошельков А.М. Features of formation of organic compounds in the ground and bottom sediments of the industrial zone of Khabarovsk. *Geochem. Int.* 2021; 59(5): 528–36. https://doi.org/10.1134/S0016702921030058 https://elibrary.ru/pbblgx
12. Kalinnikova T.B., Timoshenko A.Kh., Kolsanova R.R., Zakharov S.V., Gainutdinov M.Kh., Shaguidullin R.R. Acetaldehyde action on the organism of free living soil nematodes *Caenorhabditis elegans* N2- and IPE1-lines. *Toksiologicheskiy vestnik*. 2012; (4): 45–8. https://elibrary.ru/tqnznl (in Russian)
13. Rodinkov O.V. Modern trends in the development gas chromatographic head space analysis. *Analitika*. 2021; (1): 30–9. https://doi.org/10.22184/2227-572X.2021.11.1.30.39 https://elibrary.ru/dlugcc (in Russian)
14. Vitenberg A.G. Static headspace analysis. Physico-chemical fundamentals and areas of application. *Rossiiskii khimicheskii zhurnal*. 2003; 47(1): 7–22. (in Russian)
15. Method 5021. A volatile organic Compounds in various Sample Matrices using equilibrium Headspace Analysis; 2014. Available at: https://epa.gov/sites/default/files/2015-12/documents/5021a.pdf
16. Nekrasova L.P. Detection of volatile organic compounds in soils (literature review). *Gigiena i Sanitaria (Hygiene and Sanitation, Russian journal)*. 2024; 103(10): 1149–54. https://doi.org/10.47470/0016-9900-2024-103-10-1149-1154 https://elibrary.ru/odtblm (in Russian)
17. Sotnikov E.E., Zagaynov V.F., Mikhaylova R.I., Milochkin D.A., Ryzhova I.N., Kornilov I.O. Headspace analysis of volatile organic compounds (VOC) in drinking water by the method of gas chromatography. *Gigiena i Sanitaria (Hygiene and Sanitation, Russian journal)*. 2014; 93(2): 92–6. https://elibrary.ru/sbkjlz (in Russian)
18. Method 8260D. Volatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry; 2017. Available at: https://epa.gov/sites/default/files/2017-04/documents/method_8260d_update_v1_final_03-13-2017.pdf
19. Method 5030C. Purge-and-Trap for aqueous Samples. Revision 3 May 2003. EPA Method 5030C (SW-846): Purge-and-Trap for Aqueous Samples. Available at: https://epa.gov/sites/default/files/2015-07/documents/epa-5030c.pdf
20. Method 5031 volatile, nonpurgeable water-soluble Compounds by azeotropic Distillation. Revision, 1996. Method 5031: Volatile, Nonpurgeable, Water-

- Soluble Compounds by Azeotropic Distillation, part of Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods. Available at: <https://epa.gov/sites/default/files/2015-12/documents/5031.pdf>
21. Method 5032 volatile organic Compounds by Vacuum Distillation. Revision 0 December 1996. Method 5032: Volatile Organic Compounds by Vacuum Distillation, part of Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods. Available at: <https://epa.gov/sites/default/files/2015-12/documents/5032.pdf>
22. Method 5035 Closed-System Purge-and-Trap and Extraction for volatile organics in Soil and Waste Samples. Revision, 1996. Method 5035: Closed-System Purge-and-Trap and Extraction for Volatile Organics in Soil and Waste Samples, part of Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods. Available at: <https://epa.gov/sites/default/files/2015-12/documents/5035.pdf>
23. Galaktionova E.B., Safarova V.I., Teplova G.I., Kudasheva F.Kh. Optimization of conditions for extraction and determination of volatile organic compounds in bottom sediments using static headspace analysis in combination with chromatograph mass spectrometry. *Vestnik Bashkirskogo universiteta. Razdel khimiya*. 2009; 14(1): 68–71. <https://elibrary.ru/kl1tzz> (in Russian)
24. Galaktionova E.B., Safarova V.I., Teplova G.I., Kudasheva F.K. Determination of organic compounds in bottom sediments by gas chromatography/mass spectrometry coupled with static headspace analysis. *Journal of Analytical Chemistry*. 2012; 67(6): 555–9. <https://doi.org/10.1134/S1061934812060020> <https://elibrary.ru/rgcjz>
25. Bolotnik T.A., Smolenkov A.D., Smirnov R.S., Shpigun O.A. Determination of rocket kerosene in soil by static headspace analysis coupled with gas chromatography–mass spectrometry. *Moscow University Chemistry Bulletin*. 2015; 70(4): 168–74. <https://doi.org/10.3103/S0027131415040021> <https://elibrary.ru/vaaqkr>

Сведения об авторах

Некрасова Лариса Петровна, канд. хим. наук, вед. науч. сотр. отд. физико-химических исследований и экотоксикологии ФГБУ «ЦСП» ФМБА России, 119121, Москва, Россия. E-mail: LNeckrasova@cspfmz.ru

Сбитнев Антон Владиславович, науч. сотр. отд. физико-химических исследований и экотоксикологии ФГБУ «ЦСП» ФМБА России, 119121, Москва, Россия. E-mail: ASbitnev@cspfmba.ru

Филимонова Екатерина Игоревна, химик отд. физико-химических исследований и экотоксикологии ФГБУ «ЦСП» ФМБА России, 119121, Москва, Россия. E-mail: EFilimonova@cspfmba.ru

Кулешиова Оксана Юрьевна, вед. специалист отд. физико-химических исследований и экотоксикологии ФГБУ «ЦСП» ФМБА России, 119121, Москва, Россия. E-mail: OKuleshova@cspmz.ru

Водянова Мария Александровна, канд. биол. наук, учёный секретарь ФГБУ «ЦСП» ФМБА России, 119121, Москва, Россия. E-mail: MVodyanova@cspfmbs.ru

Information about the authors

Larisa P. Nekrasova, PhD (Chemistry), leading researcher, Department of physicochemical research and ecotoxicology, Center for Strategic Planning of the Federal medical and biological agency, Moscow, 119121, Russian Federation, <https://orcid.org/0000-0002-1269-3161> E-mail: LNeckrasova@cspmz.ru

Anton V. Sbitnev, researcher, Department of physicochemical research and ecotoxicology, Center for Strategic Planning of the Federal medical and biological agency, Moscow, 119121, Russian Federation, <https://orcid.org/0000-0003-4406-4287> E-mail: ASbitnev@cspfmbs.ru

Ekaterina I. Filimonova, chemist, Department of physicochemical research and ecotoxicology, Center for Strategic Planning of the Federal medical and biological agency, Moscow, 119121, Russian Federation, <https://orcid.org/0009-0004-5290-3049> E-mail: EFilimonova@cspfmbs.ru

Oksana Ju. Kuleshova, leading specialist, Department of physicochemical research and ecotoxicology, Center for Strategic Planning of the Federal medical and biological agency, Moscow, 119121, Russian Federation, <https://orcid.org/0009-0003-0934-7641> E-mail: OKuleshova@cspfmbs.ru

Maria A. Vodianova, PhD (Biology), scientific secretary, Center for Strategic Planning of the Federal medical and biological agency, Moscow, 119121, Russian Federation, <https://orcid.org/0000-0003-3350-5753> E-mail: MVodyanova@cspfmbs.ru