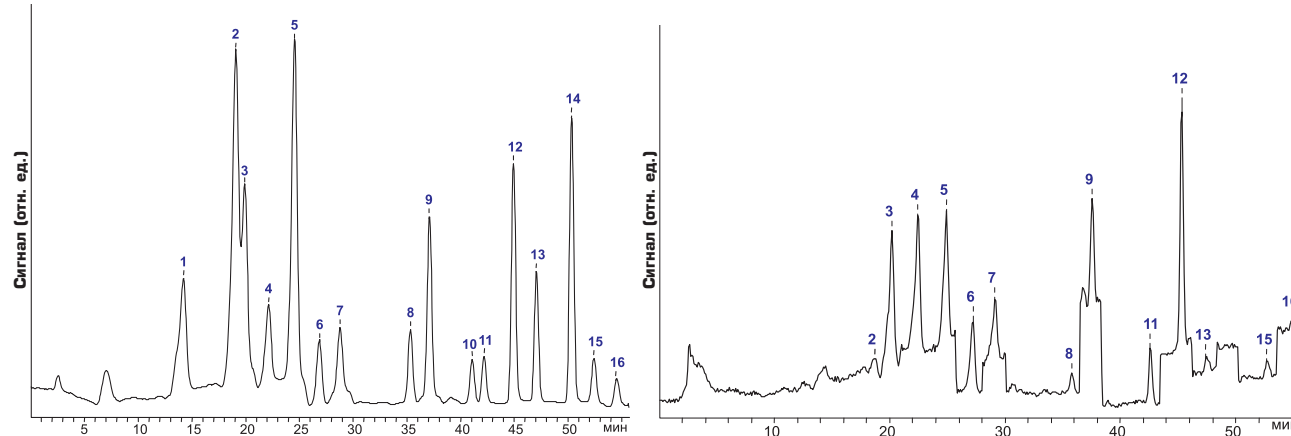




РЕШЕНИЯ, РАЗРАБОТАННЫЕ ГРУППОЙ КОМПАНИЙ «ЛЮМЭКС» ДЛЯ АНАЛИЗА БЕНЗ(А)ПИРЕНА И ДРУГИХ ПРИОРИТЕТНЫХ ПАУ МЕТОДОМ ВЭЖХ

МОДУЛЬНЫЙ ЖИДКОСТНЫЙ ХРОМАТОГРАФ «ЛЮМАХРОМ®»



Модельный раствор

Проба: мидии

Рис. 4. Хроматограммы модельного раствора ПАУ (ЕРА 610 + бенз(е)пирен) и реальной пробы (мидии).

УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Колонка: «Supelcosil® LC PAH» (250 мм x 2,1 мм, 5 мкм)

Элюент: ацетонитрил (А) 50–100%, вода (В) 50–0%; 200 мкл/мин

Объем дозируемой пробы: 10 мкл

Температура: 25 °С

Детектирование: спектрофлуориметрическое («Флюорат®-02-Панорама»)

- 1 – нафталин
- 2 – аценафтен
- 3 – флуорен
- 4 – фенантрен
- 5 – антрацен
- 6 – флуорантен
- 7 – пирен
- 8 – бенз(а)антрацен
- 9 – хризен
- 10 – бенз(е)пирен
- 11 – бенз(б)флуорантен
- 12 – бенз(к)флуорантен
- 13 – бенз(а)пирен
- 14 – дибенз(а, h)антрацен
- 15 – бенз(ghi)перилен
- 16 – индено(1,2,3-cd)пирен

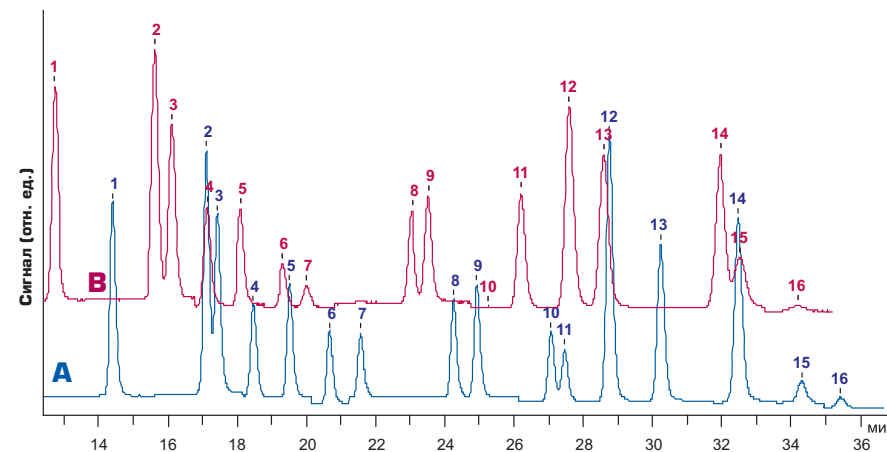


Рис. 5. Хроматограммы модельного раствора ПАУ (ЕРА 610 + бенз(е)пирен).

УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Колонка: «Pinnacle® II PAH» (150 мм x 2,1 мм, 4 мкм) (А); «Vydac® TP C18» (150 мм x 2,1 мм, 5 мкм) (В);

Элюент: ацетонитрил (А) 35–100%, вода (В) 65–0%; 200 мкл/мин

Объем дозируемой пробы: 20 мкл

Температура: 30 °С

Детектирование: спектрофлуориметрическое («Флюорат®-02-Панорама»)

Рекомендуемая конфигурация хроматографа для определения ПАУ в градиентном варианте:

- жидкостный хроматограф «Люмахром®» со спектрофлуориметрическим детектором (градиентный вариант исполнения);
- хроматографическая колонка, специализированная для анализа ПАУ;
- программное обеспечение для сбора и обработки данных «ПикЭксперт®» и персональный компьютер;
- термостат колонок.

www.lumex.ru

Центральный офис «ЛЮМЭКС»:

ООО «ЛЮМЭКС-МАРКЕТИНГ»

192029, Санкт-Петербург, пр. Обуховской обороны, 70, корп. 2

Тел.: +7 (812) 718-5390, 718-5391

факс: +7 (812) 718-68-65

Эл. почта: lumex@lumex.ru

Почтовый адрес: 190000 Санкт-Петербург, BOX 1234

Московское отделение «ЛЮМЭКС»:

ООО «ЛЮМЭКС-ЦЕНТРУМ»

117246, Москва, Научный проезд, 20,

строение 3, 6 этаж

Тел.: (495) 981-54-49

Эл. почта: byl@lumex.ru



12BR02.02-1

Информация, размещенная в данном буклете, является справочной

В объектах окружающей среды присутствуют различные органические соединения техногенного происхождения: фенолы, галогенированные углеводороды, ароматические и полиароматические углеводороды (ПАУ) и т. д. Среди этих классов соединений особое положение занимают ПАУ, известные своей крайне высокой канцерогенностью для человека при очень низких концентрациях. Именно это свойство ПАУ заставило контролирующие органы разных стран ввести крайне низкие значения ПДК для объектов окружающей среды, пищевых продуктов и продовольственного сырья. В США, странах ЕС и в России нормируется содержание разного набора веществ из приоритетной группы ПАУ (16 ПАУ – США, 5 ПАУ – ЕС, 3 ПАУ – Россия):

Приоритетные ПАУ, нормируемые в объектах окружающей среды в США¹, странах ЕС² и в России³

Антрацен ¹	Дибенз(а, h)антрацен ^{1,3}
Аценафтен ¹	Индено(1, 2, 3-cd)пирен ^{1,2}
Аценафтилен ¹	Нафталин ^{1,3}
Бенз(а)антрацен ¹	Пирен ¹
Бенз(ghi)перилен ^{1,2}	Фенантрен ¹
Бенз(а)пирен^{1,2,3}	Флуорантен ¹
Бенз(б)флуорантен ^{1,2}	Флуорен ¹
Бенз(к)флуорантен ^{1,2}	Хризен ¹

Во всех странах, контролирующих содержание ПАУ, маркером их присутствия в пробах выбран бенз(а)пирен (БаП). Среди всех нормируемых ПАУ именно он обладает наибольшей канцерогенностью, поэтому именно его определению уделяется первостепенное внимание.

Наиболее распространенным методом количественного определения БаП и других ПАУ является метод ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием. Этот метод позволяет уверенно определять ПАУ при содержаниях от долей ПДК в матрицах сложного состава.

I. БЕНЗ(А)ПИРЕН

Группой компаний «Люмэкс» разработаны и аттестованы методики определения бенз(а)пирена с использованием жидкостного хроматографа «Люмахром®» с флуориметрическим детектированием для следующих объектов:

- **воды природные, питьевые** (в том числе расфасованные в емкости) и **сточные** (ПНД Ф 14.1:2.4.186-02, изд. 2010 г.),
- **воздух рабочей зоны, атмосферный воздух населенных мест** (МУК 4.1.1273-03),
- **источники загрязнения атмосферы** (промышленные выбросы)* (ПНД Ф 13.1.16-98, изд. 2004 г.),
- **почвы, грунты, донные отложения, твердые отходы** (ПНД Ф 16.1:2.2.2.3.39-03, изд. 2012 г., МУК 4.1.1247-03),
- **пищевые продукты и продовольственное сырье**** (МВИ М 04-15-2009, атт. УНИИМ),
- **парафины нефтяные твердые** (МВИ М 04-39-2005, атт. УНИИМ).

* В течение 2008 г. специалистами компании проведены исследования по поиску замены фильтрам «АФАС-ПАУ», снятым с производства. Выбранные фильтры «Whatman® 934-АН» прошли успешную апробацию и могут быть использованы при отборе проб газов, улавливая аэрозольную часть ПАУ (рабочие температуры в газоходах до 150 °С).

** Нашумевшие истории с обнаружением БаП в шпротах способствовали разработке Группой компаний «Люмэкс» скрининг-решения в дополнение к имеющейся методике. Суть его заключается в том, что, в отличие от основной схемы анализа, когда 3-х часовому гидролизу подвергается аналитическая навеска пробы (рыба+масло), предложено предварительно анализировать БаП только в масле методом холодного гидролиза (нами показано, что большая часть БаП в банке шпротных консервов находится именно в масле). Время пробоподготовки снижается при этом в 20 раз!

На рис. 1 приведены примеры хроматографического разделения проб почв и воздуха рабочей зоны.

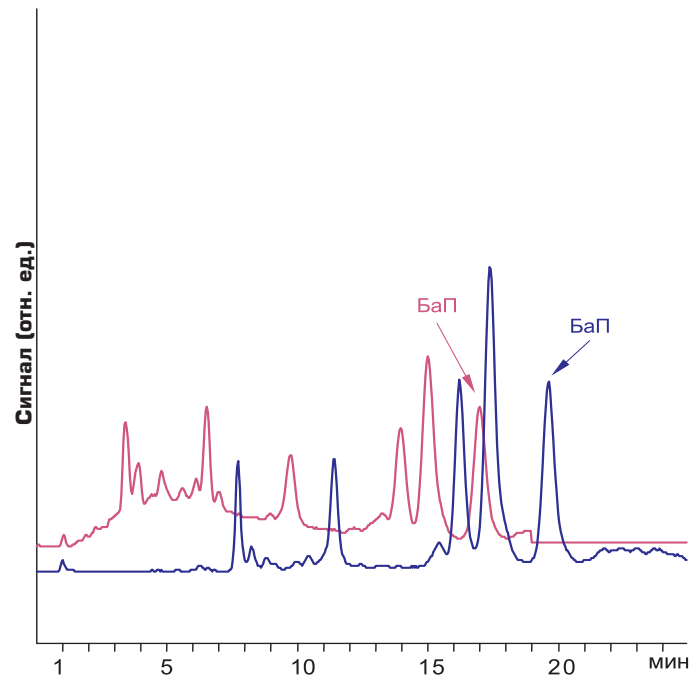


Рис. 1. Примеры хроматограмм реальных проб (почва и воздух рабочей зоны)

УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Колонка: «Кромасил® С18» (150x2,1 мм, 5 мкм)

«Кромасил® С18» (120x2,1 мм, 5 мкм)

Элюент: ацетонитрил / вода (4:1), 200 мкл/мин

Объем дозируемой пробы: 10 мкл

Детектирование: флуориметрическое («Флюорат®-02»)

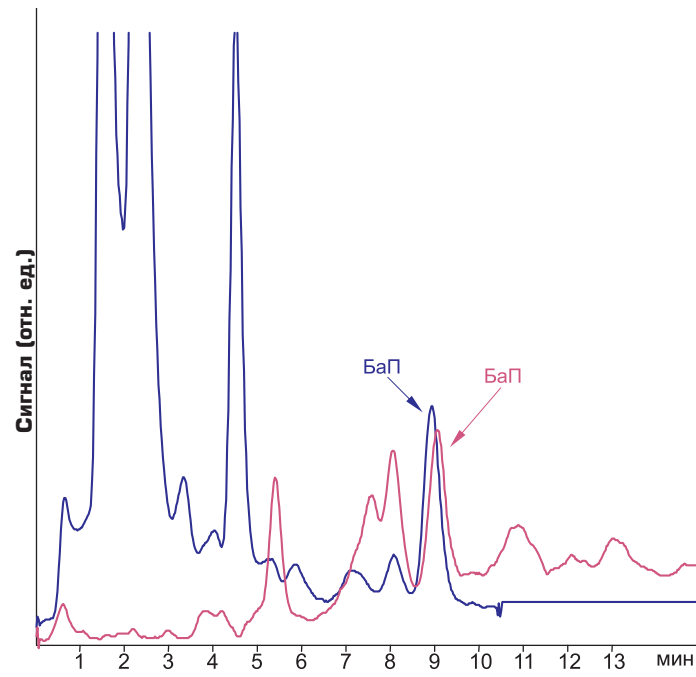


Рис. 2. Примеры хроматограмм реальных проб, полученные с использованием сверхкоротких колонок (почва и сосиски охотничьи)

УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Колонка: «Кромасил® С18» (50x2,1 мм, 5 мкм)

Элюент: ацетонитрил / вода (4:1), 200 мкл/мин

Объем дозируемой пробы: 10 мкл

Детектирование: флуориметрическое («Флюорат®-02»)

ДОСТОИНСТВА РЕШЕНИЯ:

- Использованы **колонокки собственного производства**:
 - экономичность анализа (при внутреннем диаметре колонки 2,1 мм минимизируется расход подвижной фазы);
 - высокая селективность разделения (БаП хорошо отделяется от матричных компонентов, в том числе от сопутствующих ПАУ);
 - экспрессность при использовании сверхкоротких колонок, **рис. 2** (быстрый анализ без потери селективности разделения БаП от других ПАУ);
 - долгое время жизни колонки (качество набивки в сочетании со свойствами сорбента, а также использование предколонки «Люмэкс-комплекс» с функцией дополнительной защиты гарантируют при правильной эксплуатации воспроизводимые результаты без потери эффективности разделения в течение 2–3 тысяч анализов).
- Использован **высокочувствительный селективный флуориметрический детектор** (следовый анализ БаП в разных матрицах).
- Не требуется градиентная техника элюирования (*дешевле прибор, ниже требования к квалификации оператора*).

Стандартный комплекс для определения бенз(а)пирена:

- жидкостный хроматограф «Люмахром®» с флуориметрическим детектором;
- набор для анализа БаП в соответствующем объекте (или комплексный набор для анализа БаП во всех средах) с хроматографической колонкой (набором колонок);
- программное обеспечение для сбора и обработки данных и персональный компьютер;
- термостат колонок (желательно).

II. ПОЛИАРОМАТИЧЕСКИЕ УГЛЕВОДОРОДЫ

А). Изократическое элюирование

Наряду с БаП все чаще и чаще возникает необходимость количественного определения и других ПАУ. Благодаря блочно-модульной конструкции можно выбрать конфигурацию жидкостного хроматографа «Люмахром®» в зависимости от поставленных задач. Например, **изократический** режим элюирования со **спектрофлуориметрическим** детектированием с программируемым изменением условий регистрации позволяет определять до 12 индивидуальных компонентов из числа приоритетных ПАУ в различных объектах (**рис. 3**). Для каждой из трех неразделенных в условиях анализа пар пиков ПАУ (хризен + бенз(а)антрацен, бенз(б)флуорантен + бенз(е)пирен и бензперилен + инденопирен) при необходимости можно спектрально (с помощью того же детектора) подавить менее нужный ПАУ в пользу более информативного для данной задачи.

В этих же условиях могут быть проанализированы 5 ПАУ (нафталин, фенантрен, антрацен, пирен и БаП) в промвыбросах металлургических предприятий в соответствии с методикой СПЭК-03-2008, разработанной АО ВАМИ.

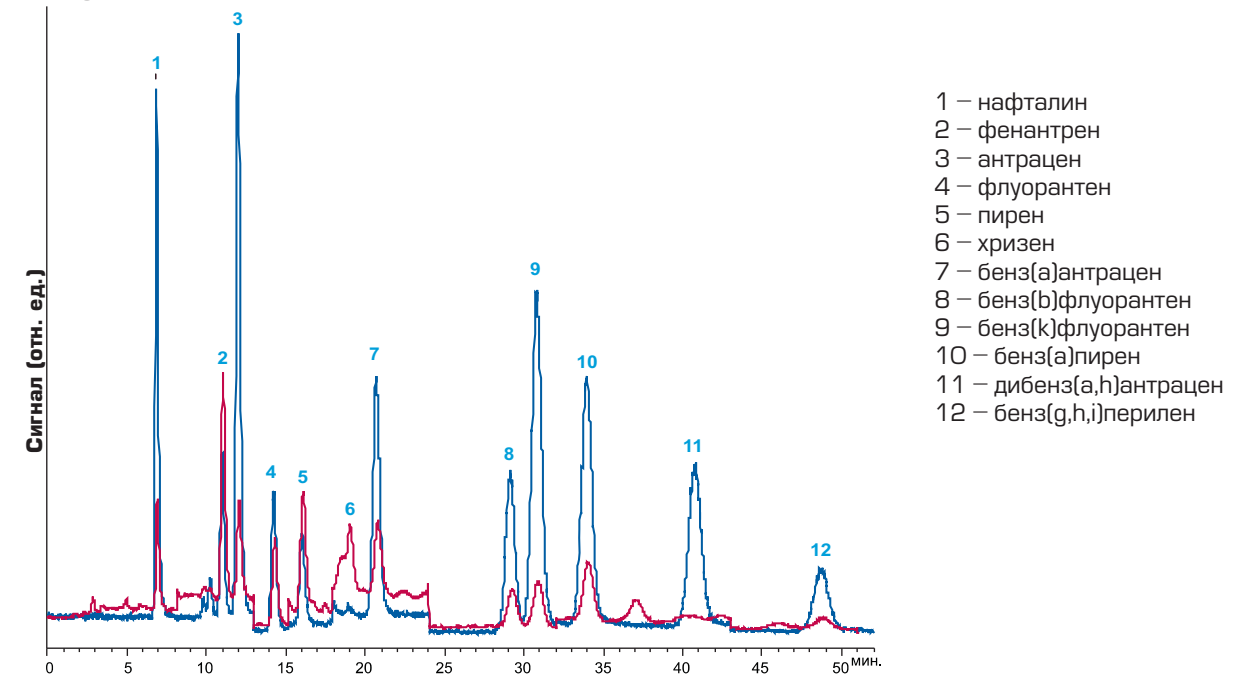


Рис. 3. Хроматограмма модельного раствора ПАУ (ЕРА 610) и реальной пробы почвы.

УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Колонка: «Кромасил® С18» (200x2,1 мм, 5 мкм)

Элюент: ацетонитрил / вода (3:1), 200 мкл/мин

Объем дозируемой пробы: 10 мкл

Температура: 24° С

Детектирование: спектрофлуориметрическое («Флюорат®-02-Панорама»)

Стандартный комплекс для определения ПАУ в изократическом варианте:

- жидкостный хроматограф «Люмахром®» со спектрофлуориметрическим детектором (изократический вариант исполнения);
- хроматографическая колонка «Кромасил® С18» (200x2,1 мм);
- программное обеспечение для сбора и обработки данных «ПикЭксперт®» и персональный компьютер;
- термостат колонок.

Б). Градиентное элюирование

В конце 2008 г. в России приняты два национальных стандарта по определению 16 ПАУ в промвыбросах (ГОСТ Р ИСО 11338-1-2008 и ГОСТ Р ИСО 11338-2-2008 «Выбросы стационарных источников. Определение содержания полициклических ароматических углеводородов в газообразном состоянии и в виде твердых взвешенных частиц»).

Общепринятая международная практика определения 16–18 приоритетных ПАУ в объектах окружающей среды предполагает использование градиентной техники элюирования и специализированных хроматографических колонок. Все это в сочетании со спектрофлуориметрическим детектором, программируемым во времени, позволяет оптимально разделять и количественно определять все флуоресцирующие ПАУ согласно списку (рис. 4, 5).