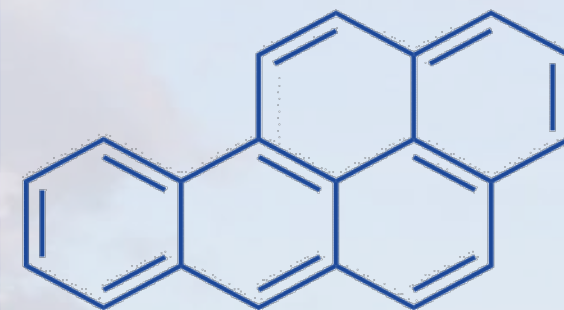


Актуальные вопросы количественного химического анализа

- ✓ **Оптимизация условий подготовки проб в анализе бенз(а)пирена**
- ✓ **Вопросы**

Бенз(а)пирен – полициклический ароматический углеводород, вещество первого класса опасности



Основные источники:

- ✓ Выбросы ТЭС
- ✓ Metallургическая и коксохимическая промышленность
- ✓ Лесные пожары
- ✓ Автомобильный транспорт

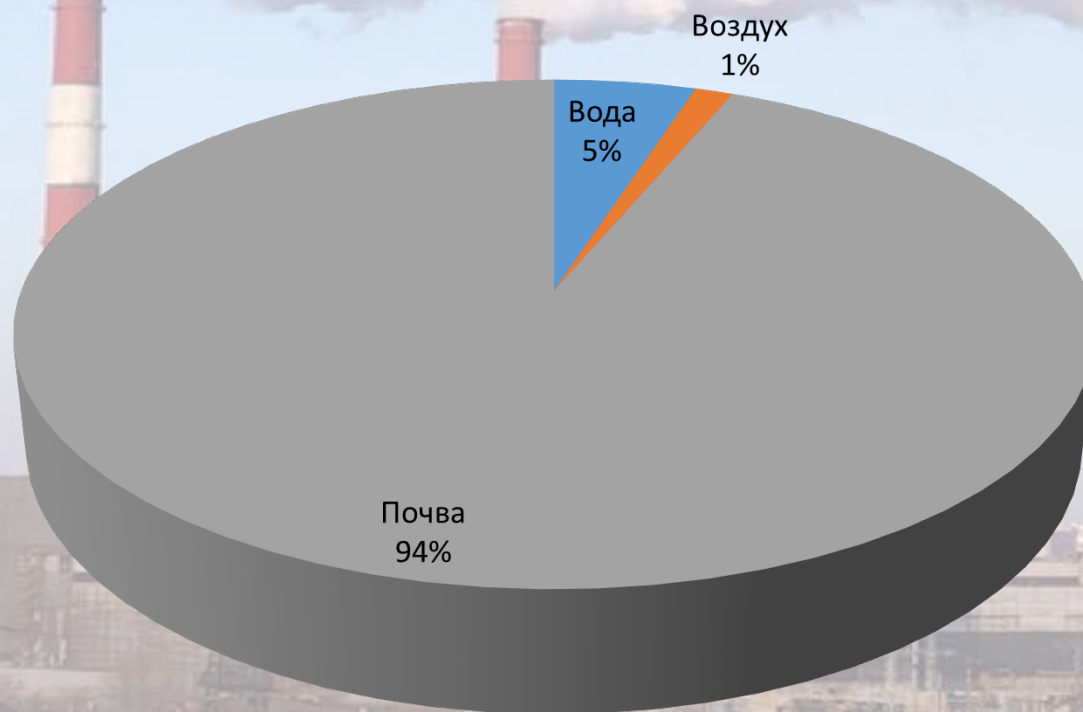
В окружающей среде накапливается в:

- ✓ Почве и донных отложениях
- ✓ Воде
- ✓ Растениях

Распространенные методы исследования объектов окружающей среды на содержание бенз(а)пирена

Воздух	Вода	Почва
МУК 4.1.1273-03	ГОСТ 31860-2012	БСТ-МВИ-03-03
ФР.1.31.2008.04627	ФР.1.31.2004.01032	ФР 1.31.2005.01725
МУК 4.1.2243-07		МУК 4.1.1274-03

Соотношение исследований проб почвы, воды и воздуха по показателю бенз(а)пирен, выполненных в I-III квартале 2015 года



Реактивы и материалы, необходимые для проведения пробоподготовки (в расчете на 1 пробу)

Реактивы и материалы	БСТ-МВИ-03-03 ПАУ	ФР.1.31.2005.01725	МУК 4.1.1274-03
Органические растворители	Ацетонитрил – 60 мл Бензол – 20 мл Тoluол – 10 мл Гексан – 6 мл	Гексан – 13 мл Этилацетат – 0,5 мл	Метилен хлористый – 46 мл Гексан – 78 мл Ацетонитрил – 5 мл
Патроны и сорбенты	Диапак А-3 (Диасорб А) Диапак П-3 Диапак С	Strata Si-1 (500мг/3мл)	Оксид алюминия

Сравнение методов определения бенз(а)пирена в почве

Метод анализа	Диапазон измерений, мг/кг	Погрешность измерений, %	Уровень затрат времени на анализ	Уровень финансовых затрат
МУК 4.1.1274-03	0,005 - 2,0	25-35	Средний	Средний
ФР.1.31.2005.01725	0,004 - 0,08	37	Низкий	Высокий
БСТ-МВИ-03-03 ПАУ	0,002 - 0,1	25	Высокий	Средний

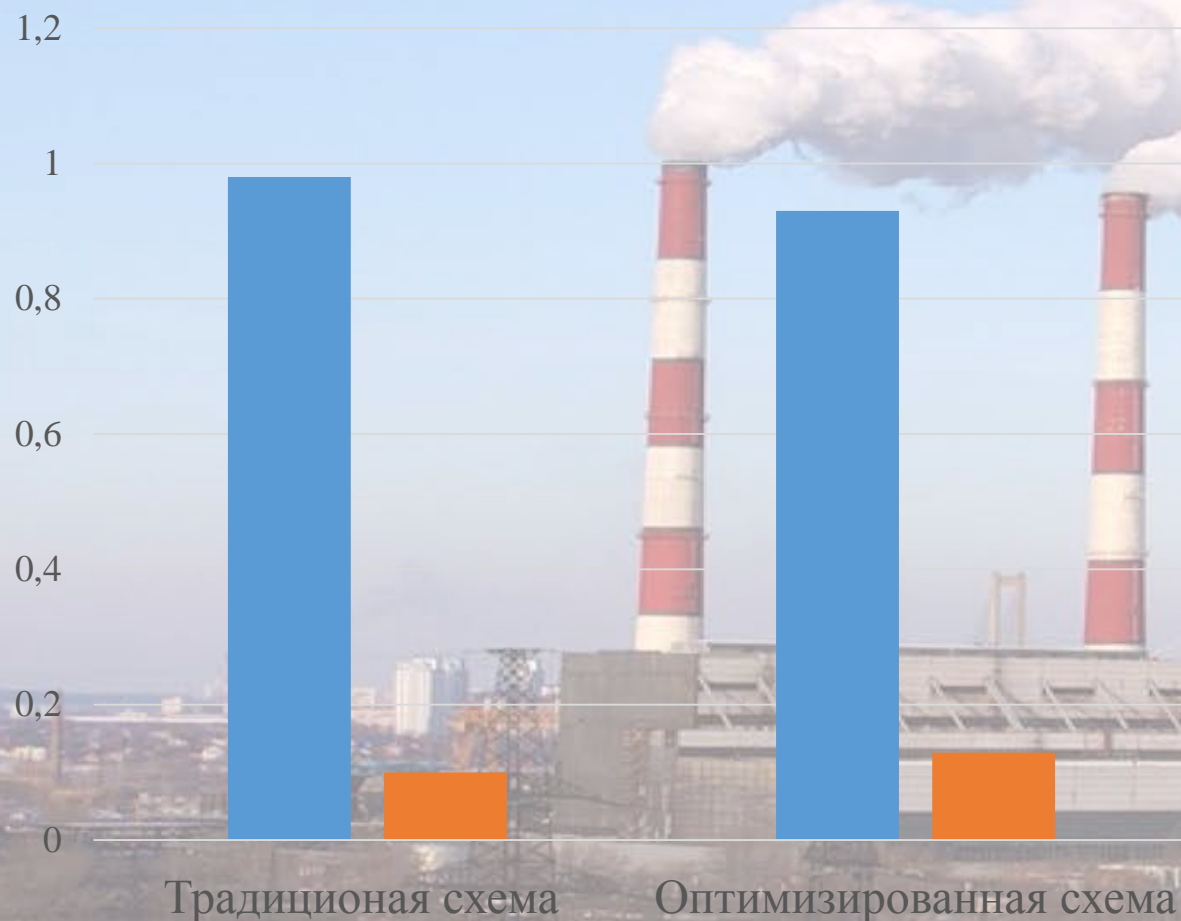
Сравнение методов очистки и концентрирования экстрактов бенз(а)пирена из почвы

Истинная концентрация модельного образца	Получено по БСТ-МВИ-03-03 ПАУ	Получено по ФР.1.31.2005.01725
0,100 мкг/мл	0,091 мкг/мл	0,110 мкг/мл
1,00 мкг/мл	1,16 мкг/мл	1,14 мкг/мл
2,00 мкг/мл	1,31 мкг/мл	1,71 мкг/мл

Оптимизация подготовки проб почвы к анализу бенз(а)пирена по методу ФР.1.31.2005.01725

Этапы подготовки проб	Метод ФР.1.31.2005.01725	Оптимизированный метод ФР.1.31.2005.01725
Экстракция бенз(а)пирена	<ul style="list-style-type: none">• 1 г почвы + 8 см³ гексана• УЗ баня 5 мин, фильтрация• 6 см³ фильтрата + 0,3 см³ этилацетата, УЗ баня 5 мин	<ul style="list-style-type: none">• 1 г почвы + 8 см³ 5% раствора этилацетата в гексане, УЗ баня 5 мин, отстаивание 10 мин
Кондиционирование картриджа	<ul style="list-style-type: none">• 3 мл 5% раствора этилацетата в гексане	<ul style="list-style-type: none">• 3 мл экстракта
Очистка экстракта	<ul style="list-style-type: none">• Фильтрация экстракта через картридж• Измерение конечного объема	<ul style="list-style-type: none">• Фильтрация экстракта через картридж

Сравнение результатов хроматографического анализа по методу ФР.1.31.2005.01725 и оптимизированному методу ФР.1.31.2005.01725



Условия хроматографического анализа:

ВЭЖХ система Ultimate 3000

Колонка: Acclaim 120 C18 3 мкм (2,1×150мм)

Режим разделения – изократический.

Подвижная фаза –

раствор ацетонитрил/вода (84:16 об.ч.).

Скорость потока – 0,25 см³/ мин.

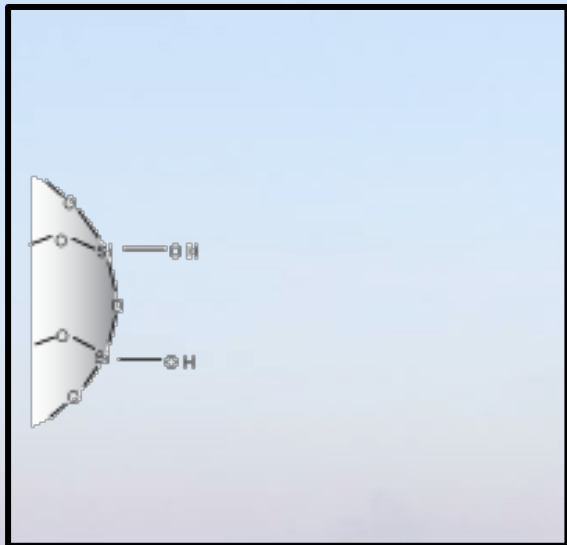
Объем петлевого дозатора – 20 мкл.

Детектирование – флуориметрическое при

λ_{ex}: 375±2 нм;

λ_{em}: 405±2нм.

Регенерация картриджей твердофазной экстракции Strata Si-1




Гексан

Метилен хлористый

Изопропанол (этанол)





Благодарим за внимание!