

УДК 543.544.5.068.7

**ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗ(А)ПИРЕНА В
ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

Захарова А.В., студент гр. х-131, V курс

Научный руководитель: Иванова Н.В., к.х.н., доцент

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Кемеровский государственный университет
г. Кемерово

Анализ объектов окружающей среды можно отнести к приоритетным направлениям исследований, связанных с санитарно-химическим и экологическим контролем. Одним из распространённых органических веществ, загрязняющих окружающую среду, является представитель класса полиароматических углеводородов – бенз(а)пирен, оказывающий пагубное воздействие на состояние здоровья человека. Благодаря движению воздушных масс канцероген способен мигрировать на дальние расстояния и выпадать вместе с осадками, где он далее попадает в слои почвы, водоемы, зелёную массу растений. Бенз(а)пирен (БП) является своеобразным индикатором канцерогенной опасности объектов окружающей среды. ПДК БП в почве составляет $2 \cdot 10^{-2}$ мг/кг, водах $1 \cdot 10^{-6}$ мг/л [1, 2]. В связи с этим, контроль содержания БП в различных объектах и, соответственно, поиск методов его надёжного определения является актуальной задачей в настоящее время. Целью работы является выбор условий анализа и определение БП в пробах почв и вод методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Содержание БП определяли с использованием хроматографа Shimadzu LC-20 Prominence с диодно-матричным детектором SPD-M20 A, флуориметрическим детектором RF-20 A, колонкой SUPELCOSIL LC-PAH, 15 см·4,6 мм, 5 мкм. Хроматографирование проводили в изократическом режиме; элюент – ацетонитрил:вода в соотношении 85:15, скорость элюирования 1 см³/мин, при 35°C. Флуориметрический детектор был настроен на две длины волн, 295 и 420 нм. Работа выполнена при участии ФБУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в Кемеровской области».

Определение содержания БП проводили с использованием метода калибровочного графика и метода добавок. Для получения данных о зависимости величины хроматографического пика БП от его концентрации был записан ряд хроматограмм с разными концентрациями БП. Время удерживания бенз(а)пирена в указанных условиях составляло 11,5 мин.

Уравнение калибровочной зависимости имеет вид: $y = 9,1 \cdot 10^8 \cdot c$ в диапазоне содержаний бенз(а)пирена $(2-166) \cdot 10^{-3}$ мкг/мл. Таким образом, можно говорить о линейности зависимости, т.е. об обоснованности дальнейших измерений и расчетов.

Анализ проб воды. Отбор и подготовку проб к анализу проводили по ГОСТ 31860-2012 [3]. Для количественно определения степени извлечения БП был проведен анализ ряда модельных проб питьевой и природной воды из

разных источников. Основное отличие в пробоподготовке заключалось в том, что на начальном этапе определения производилась добавка стандартного раствора БП. Установлено, что концентрацией БП в пробах воды можно пренебречь, т.к. она имеет более низкие значения, чем концентрация добавки.

Далее был произведен расчет поправочного коэффициента (коэффициента извлечения) и степени извлечения канцерогена из проб. Результаты представлены в табл. 1.

Таблица 1

Степени извлечения БП из проб воды

№ пробы	Введено X, 10^{-3} , мкг/мл	Найдено, X, 10^{-3} , мкг/мл	Степень извлечения, %	k
1	10,00	7,10±3,55	71	1,41
2	10,00	6,40±3,20	64	1,56
3	10,00	7,70±3,85	77	1,30
4	10,00	7,70±3,85	77	1,30
5	10,00	7,30±3,65	73	1,37
6	10,00	4,20±2,10	72	1,39
7	6,50	5,50±2,75	85	1,18
8	2,60	2,20±1,10	85	1,18
9	2,60	2,00±1,00	77	1,30

Расчет коэффициента извлечения необходим для более корректного представления данных, он позволяет учесть потери при подготовке пробы воды к анализу. Как видно из полученных данных величина коэффициента извлечения практически не зависит от типа пробы, среднее значение k составило 1,33.

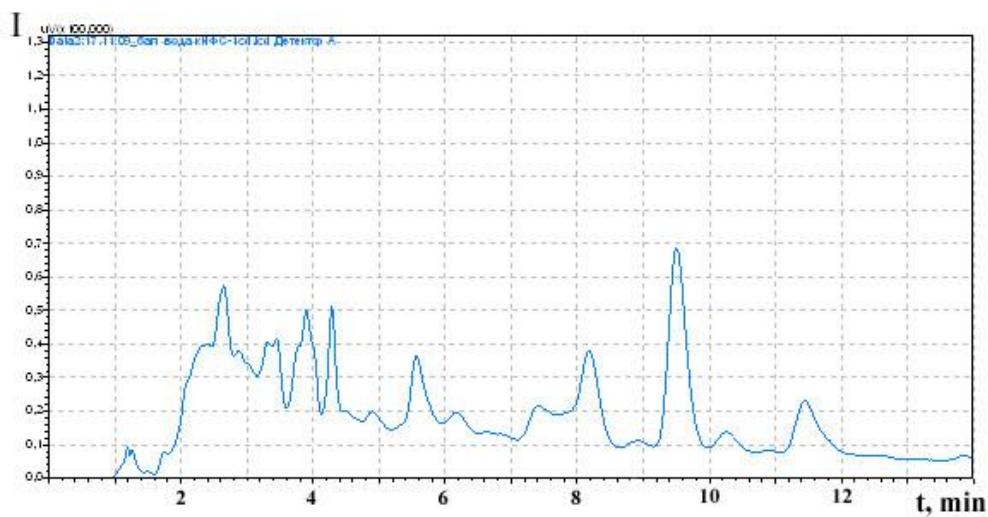


Рис.1. Хроматограмма, полученная для пробы воды НФС, элюент ацетонитрил:вода в соотношении 85:15, скорость элюирования 1 см³/мин.

Отбор проб воды произведен в нескольких населенных пунктах Кузбасса, а именно, г. Тайга, г. Топки, г. Ленинск-Кузнецкий, г. Гурьевск, различных

районах г. Кемерово и пригородных территориях. Пробоподготовка осуществлялась по ГОСТ 31860-2012 [3]. Хроматограмма пробы воды после проведения всех стадий пробоподготовки представлена на рис. 1. Время удерживания бенз(а)пирена для всех образцов составляло 11,5 мин.

В результате анализа проб воды из различных источников установлено, что концентрация БП находится в пределах $(0,9 - 45) \cdot 10^{-7}$ мг/л, более высокие значения характерны для крупных населённых пунктов.

Анализ проб почв проводился по МУК 4.1.1274-03 [4]. Для изучения влияния величины навески пробы почвы на результаты количественного определения бенз(а)пирена и выбора ее оптимальной величины был произведен ряд экспериментов и проанализированы пробы в четырёх вариантах исходной навески (1, 2, 3, 4 г). Для подготовки проб использовали методику, описанную в [5]. Данная методика применима к пищевым продуктам, но в данном случае она обладает некоторыми преимуществами, например, она более проста в исполнении и менее затратна по времени.

Таблица 2
Влияние величины навески почвы на результат количественного определения бенз(а)пирена

№	Масса пробы, г	$X, 10^{-2}$, мг/кг	Дата
1	1	$1,58 \pm 0,55$	06.10.17
2	2	$4,00 \pm 1,00$	06.10.17
3	3	$2,53 \pm 0,89$	09.10.17
4	4	$3,30 \pm 1,16$	09.10.17

Подготовка проб к анализу проводилась следующим образом. К навеске почвы добавляли 20 мл гексана, 20 мл ацетона и ставили на 15 мин на ультразвуковую баню. После фильтровали через бумажный фильтр и переносили в экстракционную воронку с 20 мл воды. Отбирали верхний гексановый слой и производили переэкстракцию, для этого добавляли в эквивалентном количестве смесь диметилформамида с водой (9:1). В отобранный нижний диметилформамидный слой добавляли воду (для уменьшения растворимости бенз(а)пирена) и добавляли гексан.

После экстракции отбирали верхний гексановый слой и пропускали через бумажный фильтр с сульфатом натрия. Далее отгоняли гексан на ротационном испарителе, растворяли сухой остаток в 1 мл ацетонитрила и проводили хроматографическое определение.

Типичная хроматограмма, полученная для образца почвы, приведена на рис.2. Следует отметить, что наблюдаемый хроматографический профиль варьировался при изменении массы исходной навески пробы, однако это не влияло на время удерживания бенз(а)пирена, которое для всех образцов составляло 11,5 мин.

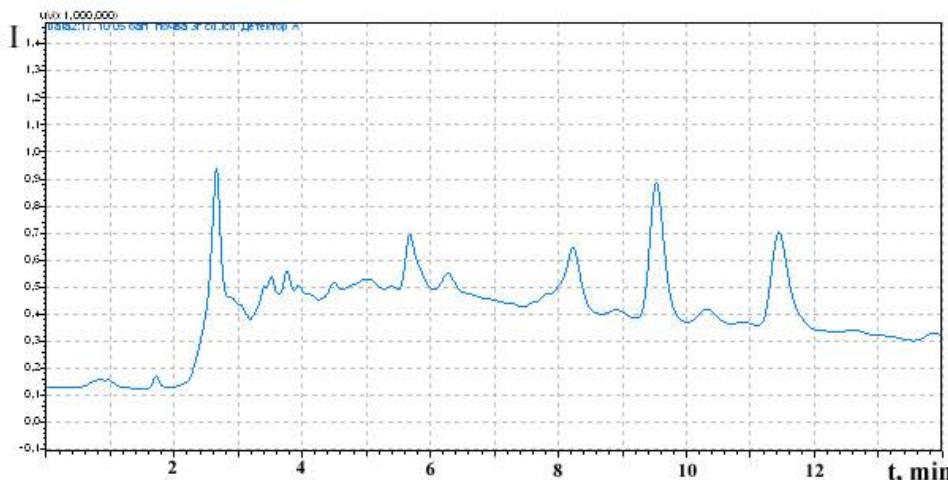


Рис.2. Хроматограмма, полученная для пробы почвы, масса навески 3 г, элюент ацетонитрил:вода в соотношении 85:15, скорость элюирования 1 см³/мин

Результаты хроматографирования вытяжек из различных навесок проб почв представлены в табл.2. Полученные данные свидетельствуют о неравномерном распределении бенз(а)пирена в почве. Далее для определения использована масса исходной навески равная 10 г.

Проведен анализ проб почв из различных районов г. Кемерово, г. Топки, г. Ленинск-Кузнецкий, Чебулинского и Мариинского районов, установлено, что концентрация БП для всех территорий находится в пределах $(0,0056 - 29,00) \cdot 10^{-3}$ мг/кг. Содержание БП повышается вблизи автомобильных дорог и химических предприятий. Для пригородных территорий характерен относительно низкий уровень загрязнения почв бенз(а)пиреном.

Список литературы:

1. ГН 2.1.7.2041-06 Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в почве. Гигиенические нормативы. Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора – Москва, 2006.-16с.
2. ГН 2.1.5.1315-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно бытового водопользования.- М: Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ Министерства здравоохранения Российской Федерации, 2003.-154с.
3. ГОСТ 31860-2012 Вода питьевая. Метод определения содержания бенз(а)пирена. – Москва изд-во стандартов, 2014.-12с.
4. МУК 4.1.1274-03 Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовой доли бенз(а)пирена в пробах почв, грунтов, донных отложений и твердых отходов методом ВЭЖХ с использованием флуориметрического детектора.-Москва, 2003.-269с.
5. ГОСТ Р 51650-2000 Продукты пищевые. Методы определения массовой доли бенз(а)пирена.- Москва. изд-во стандартов, 2007.-16с.