Халиков И.С. Твердофазная экстракция полициклических ароматических углеводородов в воде. – Материалы конференции «Методы анализа и контроля качества воды, Экватэк-2012». – Москва. – 06 июня 2012 г. – с.100.

ТВЁРДОФАЗНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОДЕ

И.С. Халиков

Федеральное государственное бюджетное учреждение «Научно-производственное объединение «Тайфун», 249038, г. Обнинск Калужской области, ул. Победы, 4

Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) относятся к числу наиболее опасных веществ, загрязняющих водные объекты. Многие из них обладают выраженным канцерогенным и мутагенным действием, поэтому они должны находиться под постоянным контролем. Из сотен ПАУ, обнаруженных в объектах природной среды, в список приоритетных загрязнителей в развитых странах включены 16 соединений - по требованиям ЕС (Европейского сообщества) и EPA (Агентства по охране окружающей среды, США). В России обязательному контролю в воде подлежит лишь бенз(а)пирен, однако, очевидно, что со временем перечень контролируемых ПАУ будет расширяться.

При определении ПАУ в водных объектах, как правило, используют предварительную пробоподготовку образца, такую как жидкость–жидкостная экстракция, микроэкстракция или твердофазная экстракция (ТФЭ). Применение ТФЭ позволяет обрабатывать пробы большого объема с использованием сравнительно малых количеств сорбента, что в свою очередь требует меньшего расхода растворителей для последующей десорбции сконцентрированных соединений, тем самым снимается необходимость дополнительного выпаривания и существенно уменьшает риск загрязнения образца.

Целью настоящей работы являлась отработка наиболее эффективного и быстрого способа извлечения ПАУ из воды. Выделение ПАУ из воды проводили с помощью ТФЭ на полипропиленовых картриджах (1 мл, Supelco) с гидрофобным сорбентом С18 (100 мг, Waters) и использования вакуумного манифолда VacMaster-10. Активацию и кондиционирование картриджа проводили 1 мл ацетона, с последующей промывкой 1 мл бидистиллированной воды. Анализируемый образец воды (100 мл) с добавлением 2 мл ацетона пропускали через картридж со скоростью около 5 мл/мин. Загрязнения вымывали 1 мл 20% ацетона, далее картридж сушили под вакуумом в течение 3 мин и элюировали ПАУ (2х1 мл ацетона). В ходе работы изучены условия сорбции и десорбции ПАУ на сорбенте, определены оптимальные элюенты и условия элюирования.

Для идентификации и количественного определения использовали метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с флуориметрическим детектированием и использованием детектора на диодной матрице, что позволило обеспечить правильность идентификации. Измерения проводили на хроматографе «LC-20 Prominence» (Shimadzu) с колонкой Envirosep PP (125 х 3,2 мм, 5 мкм) производства фирмы Phenomenex с предколонкой Kromasil фирмы Akzo Nobel, заполненной сорбентом C_{18}, 5 мкм, в условиях градиентного элюирования смесью ацетонитрила и воды от 50% до 90%, при скорости потока 1 мл/мин и температуре колонки 40°С. Объем вводимой аликвоты – 10 мкл. Для регистрации пиков и

количественного определения индивидуальных ПАУ, использовали флуоресцентный детектор «RF-20A» с программируемыми длинами волн поглощения и возбуждения с помощью программного обеспечения «LC Solution».

Степень извлечения составляла для 2-4 ядерных ПАУ около 80% и для 5-7 ядерных около 60%. Предел обнаружения составлял около 0,5 нг/л (100 мл воды, 2 мл элюата). Увеличение объема анализируемой пробы воды и упаривание элюата (ацетона) поможет снизить предел обнаружения ПАУ в воде.