

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕТУЧИХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОДЕ ПУТЕМ АНАЛИЗА РАВНОВЕСНОГО ПАРА С ПРИМЕНЕНИЕМ ПЛАМЕННО- И ФОТОИОНИЗАЦИОННОГО ДЕТЕКТОРОВ

Боева Л.В., Тамбиева Н.С., Михайленко О.А., Андреев Ю.А.

ФГБУ «ГХИ», Россия

Летучие ароматические углеводороды (ЛАУ) широко распространены в окружающей среде: атмосфере, атмосферных осадках, поверхностных и подземных водах, почвах. ЛАУ характеризуются большой подвижностью, при наличии их в атмосфере, они могут переноситься на значительные расстояния и обнаруживаться даже в фоновых водных объектах. ЛАУ оказывают токсическое и раздражающее действие, придают воде и гидробионтам неприятный запах и вкус. Бензол и стирол обладают канцерогенными свойствами. Содержание ЛАУ в водах нормируется. Например, значения предельно-допустимых концентраций для водных объектов хозяйственно-питьевого водопользования составляют для бензола – 0,001; толуола – 0,024; этилбензола – 0,002; ксилолов – 0,050; стирола – 0,020 мг/л.

Определение ЛАУ имеет ряд специфических особенностей, связанных как с низким уровнем их содержания и многокомпонентностью состава вод, так и с возможностью потерь при отборе и анализе проб вследствие высокой летучести. Для определения ЛАУ в водах нами разработан газохроматографический метод статического варианта анализа равновесного пара (АРП) [1], сочетающий в себе простоту пробоподготовки, минимальные потери ЛАУ при отборе и анализе пробы, обеспечивающий их определение на уровне долей микрограмма в литре. Для повышения чувствительности метода использовали подогрев пробы, высаливающий агент (сульфат натрия), концентрирование [2]. В зависимости от задач, решаемых лабораторией, и технической оснащенности, методика предусматривает варианты ручного и автоматического ввода равновесного пара в хроматографическую колонку; использование флаконов для АРП импортного (с обжимными крышками) и отечественного производства (с закручивающимися крышками); набивных и капиллярных хроматографических колонок; прямой АРП или с предварительным концентрированием ЛАУ; использование универсального пламенно-ионизационного детектора (ПИД) или селективного к ЛАУ фотоионизационного детектора (ФИД).

Сравнение чувствительности к ЛАУ детекторов проводили на хроматографе «Хроматэк – Кристалл 5000.2», снабженным дозатором равновесного пара (ДРП), одновременно

использовали параллельно подсоединенные ПИД и ФИД. Анализ проводили во флаконах с обжимными крышками вместимостью 20 мл при объеме пробы 12 мл в присутствии 3 г сульфата натрия. Температура термостатирования пробы 70°C, время установления равновесия 15 минут при четырехразовом перемешивании пробы с сульфатом. Сравнение проводили как на градуировочных образцах ЛАУ, так и реальных пробах рек Большого Сочи. Разделение ЛАУ осуществляли на кварцевой капиллярной колонке с сильнополярной фазой FFAP (BP21) длиной 30 м, диаметром 0,32 мм и с толщиной пленки неподвижной фазы 0,25мкм.

Результаты анализа показали, что при одинаковом объеме равновесного пара, поступающего на оба детектора, чувствительность ФИД к ЛАУ практически на порядок превышает таковую для ПИД и составляет доли мкг/л. Кроме того, на ФИД при определении ЛАУ практически исключено или существенно уменьшено мешающее влияние других летучих веществ, не обладающих ароматическим кольцом. Чувствительность может быть увеличена за счет вводимого в колонку объема равновесного пара, но этот объем лимитирован большой чувствительностью ФИД к парам воды и для продления его службы не должен превышать 0,1-0,2мл.

Для повышения чувствительности определения с ДИП применяли концентрирование ЛАУ путем отгонки из 400 мл пробы в 15мл конденсата, охлаждаемого льдом. Далее 12мл конденсата помещали во флакон для АРП с 3г сульфата натрия, герметизировали и выполняли анализ. Предел обнаружения ЛАУ с концентрированием составляет доли микрограмма в литре и сопоставим с пределом обнаружения ЛАУ на ФИД. Повышение чувствительности может быть также достигнуто за счет увеличения объема вводимого равновесного пара для капиллярной колонки с толщиной пленки 3-5мкм до 0,5-0,7мл и для набивной колонки – до 2мл. На ПИД совместно с ЛАУ можно определять и другие летучие вещества, например, галогензамещенные и алифатические углеводороды, альдегиды, карбонильные соединения и др.

Таким образом, разработанная нами методика позволяет из предложенных выбрать и реализовать тот вариант определения, который необходим для решения конкретных задач.

Литература

1. Витенберг А. Г., Иоффе Б. В. Газовая экстракция в хроматографическом анализе. – Л.; Химия, 1982.-279 с.

2. РД 52.24.473. Массовая концентрация летучих ароматических углеводородов в водах. – Ростов-на-Дону, 2012, 30 с.