

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СМЕСИ ПРЕДЕЛЬНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ (C₁–C₁₀) В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Минкович А.Е., Кузнецова Т.А., Хрусталева В.С., Стрелецкий А.С., Карманов
Е.Ю., Зарецкая Т.А., Петрова О.С.

*ФГУП «НИИ гигиены, профпатологии и экологии человека» ФМБА России
Ленинградская область, Всеволожский район, г.п. Кузьмоловский, ст. Капитолово,
корп. № 93. Тел. +7 (812) 449-61-77, e-mail: pirieva@rihophe.ru*

Резюме: Существует множество источников загрязнения атмосферы углеводородами: транспорт, промышленность, нефтеперерабатывающие заводы, тепловые электростанции, уничтожение мусора. Регулярный мониторинг содержания углеводородов в атмосферном воздухе является необходимым элементом экологического анализа.

Разработаны, аттестованы и опробованы методы измерений массовой концентрации углеводородов C₁–C₁₀ в атмосферном воздухе с помощью газовой хроматографии. Подобраны оптимальные параметры проведения анализа, термодесорбции, отбора проб.

Ключевые слова: предельные углеводороды, анализ, разработка, газовая хроматография, атмосфера, алканы.

CHROMATOGRAPHIC ANALYSIS OF MIXTURES OF SATURATED HYDROCARBONS (C₁–C₁₀) IN THE ATMOSPHERIC AIR

Minkovich A.E., Kuznetsova T.A., Hrustaleva V.S., Streletskii A.S., Karmanov E.Y.,
Zaretskaya T.A., Petrova O.S.

*Research Institute of Hygiene, Occupational Pathology and Human Ecology, Federal Medical
Biological Agency, Saint Petersburg*

Abstract: There are many sources of air pollution by hydrocarbons: transport, industry, oil refineries, thermal power plants and destruction of garbage. Regular monitoring of the hydrocarbons in the air, an essential element of ecological analysis. Developed, certified and tested methods of measuring concentration of hydrocarbons C₁–C₁₀ in air for gas chromatography. Optimal parameters of analysis, thermal desorption, sampling was picking.

Key words: saturated hydrocarbons, analysis, development, gas chromatography, atmosphere, alkanes.

Цель работы – разработка методик измерения массовой концентрации предельных углеводородов C₁–C₁₀, а именно метан, этан, пропан, изобутан, бутан, изопентан, пентан,

гексан, гептан, октан, нонан, декан в атмосферном воздухе методом газовой хроматографии.

Метод определения смеси углеводородов C_1-C_5 (I) разработан на газовом хроматографе TRACE GC Ultra с пламенно-ионизационным детектором фирмы Thermo Scientific. Газохроматографическое разделение осуществлялось на кварцевой капиллярной колонке TG-BOND Q длиной 60 м с внутренним диаметром 0,53 мм с неподвижной жидкой фазой дивинилбензол. В качестве газа носителя использовали гелий, в качестве добавочного газа — азот. Режим детектирования: температура детектора — 200°C, температура инжектора — 200°C. Нагрев термостата колонки осуществляли по схеме: с 50°C (4 мин) до 160°C (7 мин) со скоростью 16°C/мин, далее до 180°C (2 мин) со скоростью 30°C/мин.

Идентифицировали компоненты по абсолютному времени удерживания. Абсолютное время удерживания для каждого компонента определяли посредством ввода тестовой смеси СОП 275-ВНИИМ.

Отбор проб воздуха производили без концентрирования в медицинские шприцы, предварительно «промытые» путем десятикратного воздухообмена.

Метод определения смеси углеводородов C_6-C_{10} (II) разработан на газовом хроматографе 7890А с пламенно-ионизационным детектором фирмы «Agilent Technologies» и термодесорбером АСЕМ-9300 фирмы «DYNATHERM». Газохроматографическое разделение осуществляли на кварцевой капиллярной колонке TR-1MS с неподвижной фазой из диметилполисилоксана длиной 60 м с внутренним диаметром 0,32 мм. В качестве газа носителя использовали азот. Режим детектирования: температура детектора — 300°C, температура инжектора — 200°C. Нагрев термостата колонки осуществляли по схеме: с 90°C (2 мин) до 220°C (2 мин) со скоростью 15°C/мин.

Отбор проб производили с концентрированием на сорбционные трубки Mesh Tenax-ТА 20:35, прокачивая воздух при помощи автоматического пробоотборника.

Идентифицировали компоненты по абсолютному времени удерживания. Абсолютное время удерживания для каждого компонента определяли посредством ввода каждого компонента смеси.

Вычисление количественного содержания проводили методом абсолютной градуировки. По каждому компоненту строили градуировочную характеристику, рисунки I, II. Для метода I готовили градуировочные смеси в герметично закрытых виалах путём последовательного разбавления СОП 275-ВНИИМ. Для метода II готовили градуировочные смеси путём разбавления основной смеси в метаноле.

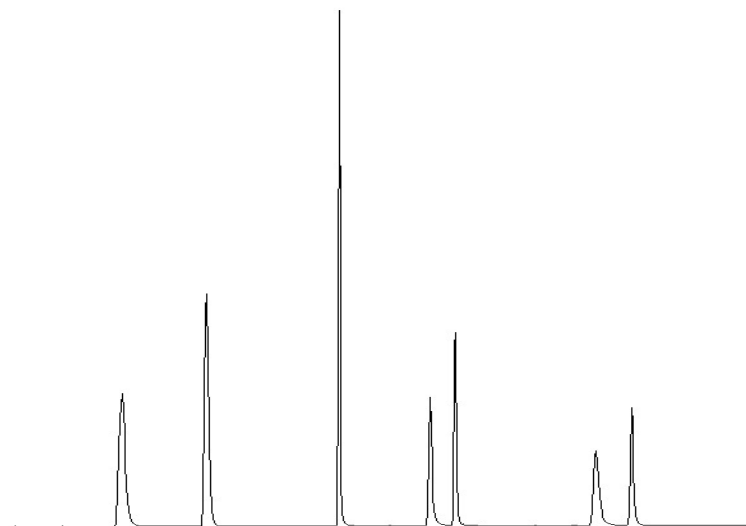


Рисунок 1 — Пример градуировки для углеводородов C_1-C_5

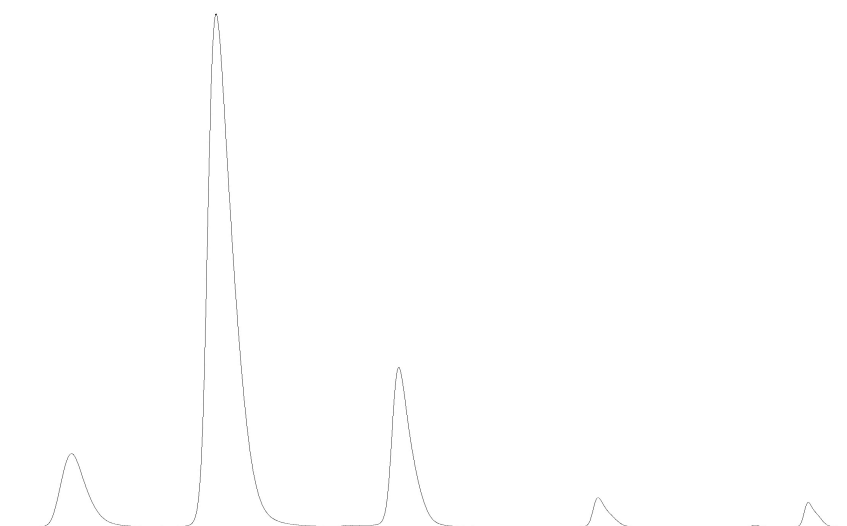


Рисунок 2 — Пример градуировки для углеводородов C_6-C_{10}

Основной задачей анализа многокомпонентных смесей является подбор температурных режимов для оптимального разделения компонентов смесей даже при высоких концентрациях.

Методы были опробованы в хронических экспериментах на животных.

На основе полученных данных разработаны и аттестованы методические указания: «Методика измерений массовой концентрации смеси предельных углеводородов (C_1-C_5) в атмосферном воздухе населенных мест газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием» свидетельство № 222.0012/01.00258/2015 с диапазоном измеряемых концентраций от 40 мг/м^3 до 6500 мг/м^3 и «Методика измерений массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов (C_6-C_{10}) в атмосферном воздухе населенных мест газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным

детектированием» свидетельство № 222.0252/01.00258/2014 с диапазоном измеряемых концентраций 4 мг/м³ до 120 мг/м³.

Литература

1. Другов Ю.С., Зенкевич И.Г., Родин А.А. // Газохроматографическая идентификация загрязнений воздуха, воды, почвы и биосред. — М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2005. - 752 с.: ил. — (Методы в химии)