

# Полициклические ароматические соединения (ПАУ): простой анализ с высоким пределом обнаружения

Определение ПАУ или минеральных масел в воде с использованием метода флуоресцентной спектроскопии в соответствии с ASTM D 5412

**Ч**то общего между питьевой и сточной водой? Загрязнение. При описании сточных вод обычно используют понятие суммарных загрязнений, в то время как для питьевой воды получают более подробную информацию о следовых количествах загрязнений. Считается, что уровень загрязнений в питьевой воде колеблется на уровне мг/л или ниже.

Различные методы доступны для решения широкого круга аналитических задач:

- углеводороды (C5 - C44 и до C60) количественно определяются с помощью газовых хроматографов в соответствии с DIN 38409 DEV-H53 и ISO 9377-2.
- ИК-спектроскопия по-прежнему иногда используется для определения содержания минеральных масел и ароматических углеводо-

родов в питьевой воде на уровне от мг/л до мкг/л (DIN 38409-H18, хотя срок действия этого стандарта истекает в связи с наложением запрета на приведённые в нём растворители).

- Общее содержание органического углерода в питьевой и сточных водах определяется с помощью ТОС-анализатора в соответствии со стандартом TOC EN 1484 «Анализ воды. Руководство по определению содержания общего органического углерода (ТОС) и растворённого органического углерода (DOC)». Настоящий стандарт распространяется на измерения в диапазоне 0,3 - 1000 мг/л.

Методы, упомянутые выше, идеально подходят для обнаружения примесей или загрязнений на уровне мкг/л, а также соответствуют национальным и Европейским стандартам.

**Метод флуоресцентной спектроскопии: лёгкая пробоподготовка, быстрое получение результатов**

Метод флуоресцентной спектроскопии позволяет быстро полу-

чить результат и при этом не требует длительной подготовки образца. Благодаря высокой чувствительности с помощью этого метода легко достигаются желаемые пределы обнаружения на уровне мкг/л. Американским обществом по испытанию материалов (ASTM) установлены требования и стандарт для этого метода анализа. Стандартный метод испытаний D 5412 заключается в определении сложных полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) или минеральных масел в воде [1].

Количественное содержание ПАУ или минеральных масел в водных пробах определяется с помощью метода флуоресцентной спектроскопии. Для построения калибровочной кривой используются со-



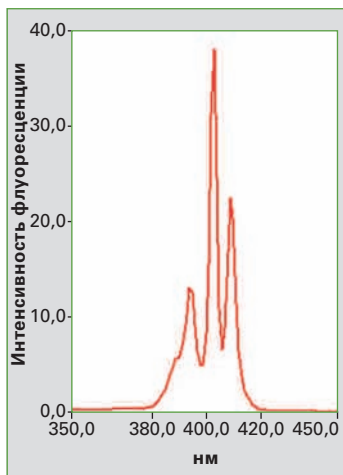


Рисунок 2: Спектр синхронного сканирования бензо[а]пирена в диапазоне от 350 до 450 нм, со смещением между возбуждением и испусканием 6 нм

флуоресцентно-активные органические соединения, а также проводить их количественное определение. Спектрофлуориметры позволяют измерять спектры возбуждения и флуоресценции, которые, в свою очередь, могут использоваться для идентификации веществ. Если смесь содержит несколько флуоресцентно-активных веществ, возбуждение одного соединения может вызвать возбуждение второго соединения, что приводит к снижению флуоресценции этого соединения. Режим синхронного сканирования используется для минимизации эффектов наложения.

В режиме синхронного сканирования два монохроматора спектрофлуориметра RF-6000 компании Shimadzu работают одновременно. Для получения стандартного спектра флуоресценции длины волны возбуждения устанавливается при желаемой аналитической длине волны, а испускание измеряется в УФ-ВИД диапазоне спектра. При синхронных условиях оба монохроматора скани-

отношению к возбуждению при более высоких длинах волн за счёт явления рассеяния света. В настоящей статье описано исследование смеси пяти различных ПАУ. Цель исследования заключалась в демонстрации того, что режим синхронного сканирования позволяет выделить в спектре одно из соединений смеси.

### Спектральный отклик органических соединений

На рисунке 1 представлен спектр флуоресценции смеси пяти соединений. В качестве длины волны возбуждения использовали аналитическую длину волны при 300 нм. Тем не менее, большинство ароматических органических соединений флуоресцируют под воздействием УФ-излучения, поэтому длина волны возбуждения 300 нм не является селективной для такого типа соединений. Некоторые из полициклических ароматических углеводородов испускают флуоресценцию при длине волны возбуждения 300 нм. Повторное измерение в режиме син-

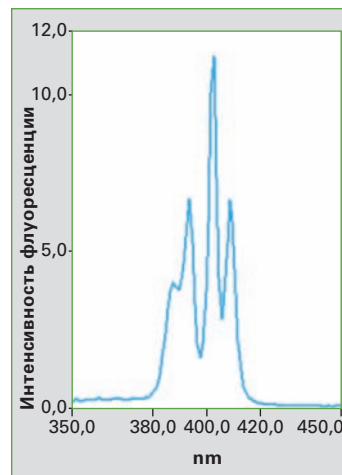


Рисунок 3: Спектр синхронного сканирования смеси (рис. 1) в диапазоне от 350 до 450 нм, со смещением между возбуждением и испусканием 6 нм.

ответствующие стандарты, характеризующиеся одинаковыми длиной волны возбуждения и синхронным спектром флуоресценции. Согласно ASTM, данный метод подходит для идентификации загрязнений минеральными маслами, мазутом и битумом. Нельзя исключить и загрязнения промышленными органическими отходами.

В соответствии со стандартным методом ASTM минеральные масла или ПАУ растворяют в циклогексане. Для измерения флуоресценции начальная концентрация неизвестного образца должна быть приблизительно равна 100 мкг/л. Возможно, появится необходимость разбавления раствора для приведения сигнала флуоресценции к линейному диапазону, а также для подавления эффектов самопоглощения матрицы. Циклогексан является наиболее оптимальным растворителем при использовании данного аналитического метода. Можно работать и с другими растворителями, но они должны соответствовать требованиям ASTM. Для измерения используется нефлуоресцирующая кварцевая кювета с толщиной слоя 10 мм.

### Представление о селективно флуоресцирующих органических соединениях

Флуоресцентная спектроскопия позволяет изучать селективно



RF-6000

руют одновременно через фиксированный интервал длин волн. Например, при выбранной длине волны возбуждения 220 нм флуоресценция наблюдается при длине волны 230 нм. Таким образом, синхронное сканирование осуществляется при смещении в 10 нм. Желаемый эффект заключается в том, что измерение действует в качестве фоновой коррекции флуоресценции, необходимой для учета влияния «соседних» соединений. Известно, что флуоресценция всегда происходит с небольшой временной задержкой по

хронного сканирования позволяет изолировать одну группу полос. Сравнение полученного результата с результатом синхронного сканирования бензо[а]пирена позволяет провести идентификацию этого ПАУ, а также оценить его количественное содержание. Несколько примеров измерения различных минеральных масел описаны в стандартном методе ASTM. На рисунке 1 представлен спектр флуоресценции смеси ПАУ, измеренный при фиксированной длине волны возбуждения. Рисунок 2 демонстрирует

спектр синхронного сканирования бензо[а]пирена со смещением 6 нм. Выделение бензо[а]пирена из смеси показано на рисунке 3. Для сравнения спектр также был измерен со смещением 6 нм.

### Заключение

Метод флуоресцентной спектроскопии очень хорошо подходит для анализа ПАУ или минеральных масел в водных образцах. В вышеупомянутом случае спектр бензо[а]пирена может быть получен в режиме синхронного сканирования. Благодаря высокому квантовому выходу можно идентифицировать бензо[а]пирен в низких концентрациях. В соответствии со стандартом ASTM этот метод позволяет определять содержание масла в воде на уровне 0,5 мг/л. Пределы обнаружения зависят от индивидуальных флуоресцентных характеристик ПАУ и минеральных масел.

### Литература

- [1] ASTM D 5412 - 93 (пересмотр 2000) Стандартный метод испытаний для количественной оценки комплекса полициклических ароматических углеводородных смесей или нефти в воде