



Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»

# **Методика определения бенз(а)пирена, выделяемого из резино-латексных композиций в водную и воздушную среды, при проведении обращенно- фазного ВЭЖХ анализа**

Научная сессия БГМУ 2024

Секция «Медико-биологические науки №3»

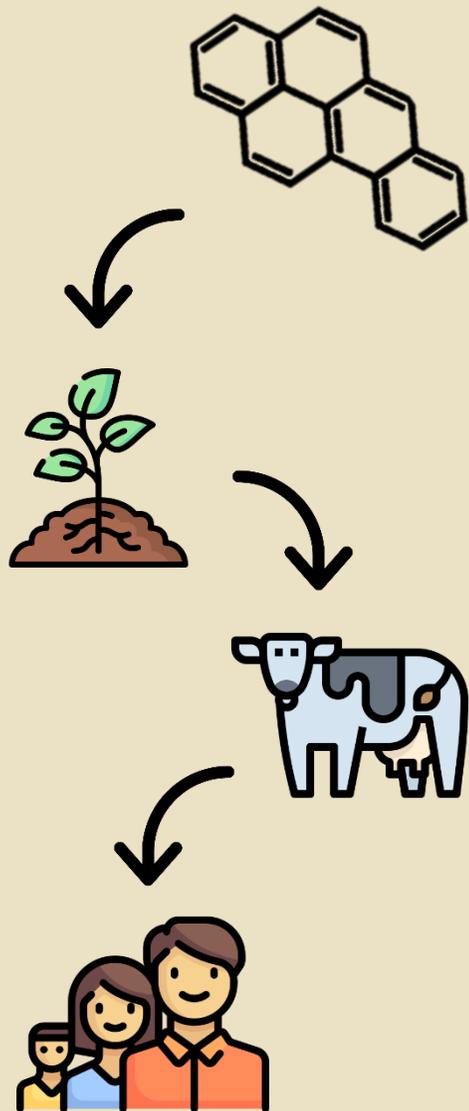
Авторы: Чеботкова ДВ, Крымская Т.П,  
Лебединская КС, Станищевская ПА

[www.certificate.by](http://www.certificate.by)

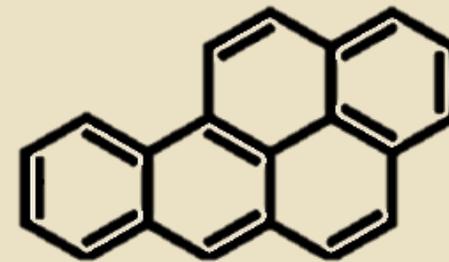
[www.rspch.by](http://www.rspch.by)

[chromatographic@rspch.by](mailto:chromatographic@rspch.by)

# Бенз(а)пирен



- Способность к биоаккумуляции;
- Канцерогенное воздействие;
- Мутагенное, эмбриотоксическое, тератогенное, гематотоксическое действие;
- Способствует образованию опухолей, поражает дыхательную и нервную системы.



Молекулярная масса, г/моль	252,3
$t_{\text{плавления}}^{\circ\text{C}}$	176
$t_{\text{кипения}}^{\circ\text{C}}$	495
$P_{\text{критич}}^{\text{кПа}}$ при 25°C	$7,3 \cdot 10^{-10}$
Плотность, г/см <sup>3</sup>	1,351

Растворимость

Растворим в бензоле, диэтиловом эфире, ксилоле, толуоле, этаноле, серной кислоте. Плохо растворим в воде – 0.00162 мг/дм<sup>3</sup> (25°С)

# Бенз(а)пирен

## Предельно-допустимые концентрации бенз(а)пирена

№п/п	Наименование объекта	Допустимые уровни, размерность	Нормативный документ	
1	Пыль	0,02 мг/кг	ГН21.7.2041-06	
2	Вода водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования	0,000005 мг/л	Постановление гл. гос. сан. врача РБ от 12.12.2003 №163	
		0,00001 мг/л	ТР ТС 021/2011	
3	Расфасованная вода	Первая категория	0,005 мкг/л	ТР ТС 021/2011
		Высшая категория	0,001 мкг/л	
4	Воздух рабочей зоны	0,0001 мг/м <sup>3</sup>	Постановление гл. гос. сан. врача РБ от 21.11.2003 №140	
5	Воздух населенных мест	0,000001 мг/м <sup>3</sup>		
6	Миграция веществ, выделяющихся из материалов, изделий, контактирующих с пищевыми продуктами	Парафины и воски	Не допускается	ТР ТС 005/2011
		Бумага парафинированная	Не допускается	
7	Количества миграции веществ, выделяющихся в модельную среду при исследовании школьно-письменных принадлежностей	Парафины и воски	Не допускается	ТР ТС 007/2011
		Резино-латексные композиции	Не допускается	
8	Количества миграции веществ, выделяющихся в модельную среду при исследовании игрушек	Парафины и воски	Не допускается	ТР ТС 008/2011

# Цель и задачи

Цель – разработка методики определения уровня миграции, выраженного в единицах массовой концентрации, в водную и воздушную среды бенз(а)пирена, содержащегося в изделиях из парафинов и восков, а также в изделиях из резино-латексных композиций

## 1 этап

Подобрать условия подготовки к анализу водных и воздушных выпяжек;

## 2 этап

Подобрать условия хроматографического определения бенз(а)пирена;

## 3 этап

Провести набор экспериментальных данных и рассчитать метрологические характеристики методики;

## 4 этап

Разработать проект методики определения бенз(а)пирена в водных и воздушных средах.

## 5 этап - «Аттестация и регистрация разрабатываемой Методики»

# Метод

Принцип метода определения бенз(а)пирена в водной среде основан на:

- извлечении бенз(а)пирена из водной вытяжки органическим растворителем;
- концентрировании экстракта путем полного удаления растворителя;
- растворении сухого остатка в ацетонитриле;
- количественном анализе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным детектированием;
- идентификации бенз(а)пирена по времени удерживания и количественном определении методом абсолютной градуировки.

# измерения

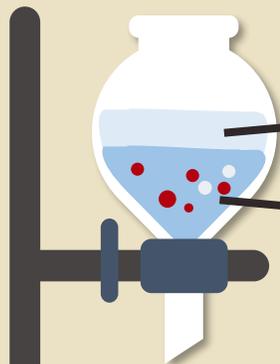
Принцип метода определения бенз(а)пирена в воздушной среде основан на:

- улавливании бенз(а)пирена из воздушной вытяжки на фильтры «синяя лента»;
- экстракции его с фильтров органическим растворителем;
- концентрировании экстракта путем полного удаления растворителя;
- последующем определении методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным детектированием;
- идентификации бенз(а)пирена по времени удерживания и количественном определении методом абсолютной градуировки.

# Подготовка водной вытяжки

Оптимальные параметры для ВЭЖХ/ФЛД анализа

## 1 этап



15 мл гексана

100 мл водной  
вытяжки

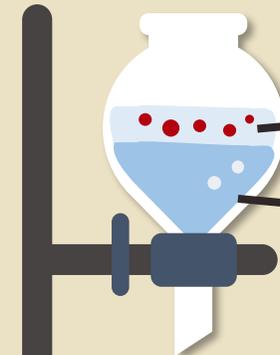
## 2 этап



Встряхиваем 3 минуты

Бенз(а)пирена, содержащийся в водной вытяжке переходит в гексан

## 3 этап



гексановый слой  
отбираем

водная фаза на  
повторную экстракцию

После разделения двух фаз, гексановый слой сливают и экстракцию повторяют

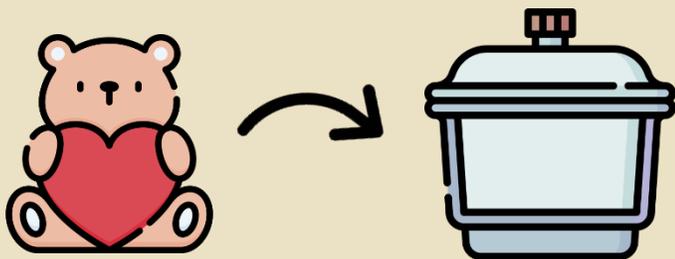
## 4 этап

Объединенные гексановые экстракты собирают и угаривают досуха. Сухой остаток в колбе заливают 0,5 см<sup>3</sup> ацетонитрила и хроматографируют.

# Подготовка воздушной вытяжки

Оптимальные параметры для ВЭЖХ/ФЛД анализа

## 1 этап



Помещают игрушку  
в эксикатор

Для приготовления воздушных  
вытяжек используют эксикатор  
объемом  $10,0 \text{ дм}^3$

## 2 этап



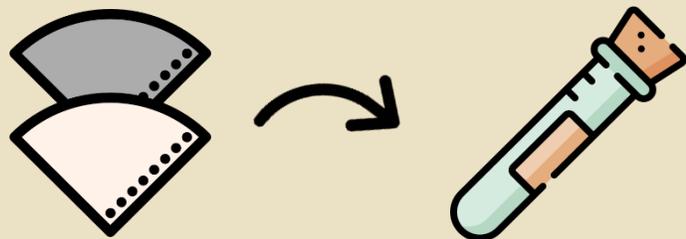
Прокачивают воздух с объёмным  
расходом  $0,5 \text{ дм}^3 / \text{мин}$  с помощью  
аспирационного устройства через  
фильтр помещённый в  
пластмассовый фильтродержатель.

Получение воздушных вытяжек из образцов изделий из парафинов и восков, а также из изделий из резино-латексных композиций, проводят при определенной экспозиции, воздухообмене, температурном режиме и соотношении веса образца (г) (площади образца ( $\text{м}^2$ )) к объему воздушной среды ( $\text{м}^3$ ) в соответствии нормативными документами, включенными в Перечни стандартов к техническим регламентам Таможенного союза ТР ТС 007/2011, ТР ТС 008/2011 и действующими на территории государства.

# Подготовка воздушной вытяжки

Оптимальные параметры для ВЭЖХ/ФЛД анализа

## 1 этап



Фильтр с отобранной пробой помещают в стеклянный бокс CH-85/15 таким образом, чтобы сторона фильтра с отобранной пробой была обращена вверх

## 2 этап



Фильтр с пробой заливают  $10 \text{ см}^3$  гексана

## 3 этап



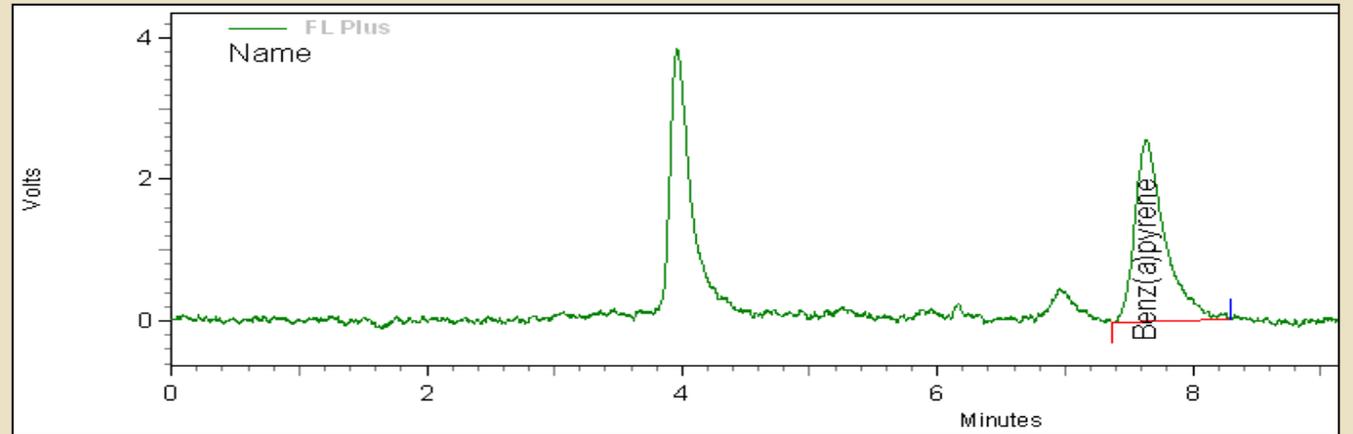
Помещают в ультразвуковую баню на 30 мин при температуре  $30^\circ \text{C}$ .

- Экстракцию повторяют еще раз.
- Бокс с фильтром споласкивают  $5 \text{ см}^3$  гексана.
- Далее экстракты объединяют и упаривают досуха.
- Сухой остаток в колбе заливают  $0,5 \text{ см}^3$  ацетонитрила и хроматографируют.

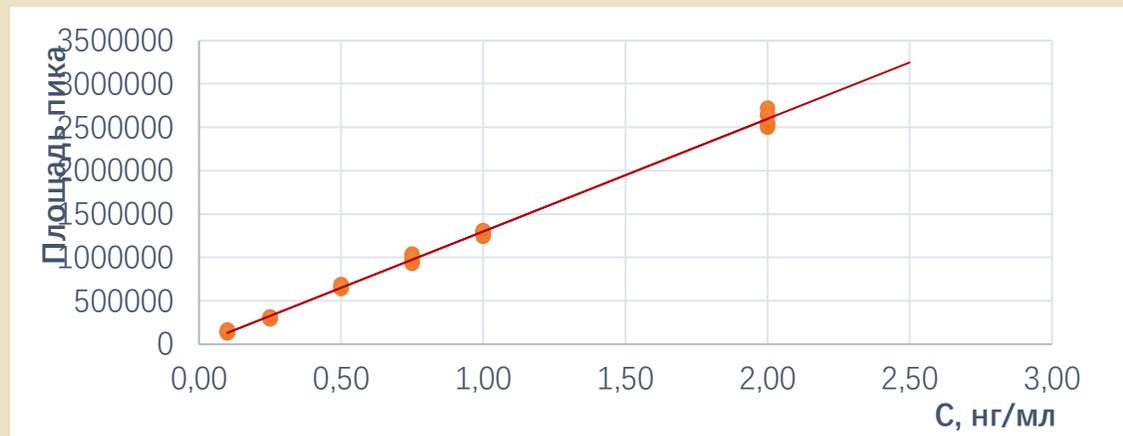
# Параметры хроматографирования

Оптимальные параметры для ВЭЖХ/ФЛД анализа

- Хроматографическая колонка Zorbax Eclipse XDB-C18 (150 × 4.6 мм × 5 мкм);
- Состав подвижной фазы — ацетонитрил : вода – 98 : 2;
- Длина волны возбуждения — 290 нм;
- Длина волны эмиссии — 430 нм;
- Скорость потока — 0,5 см<sup>3</sup>/мин;
- Температура термостата колонки — 35°С;
- Объем вводимой пробы — 10 мкл.



Хроматограмма раствора бенз(а)пирена в ацетонитриле, соответствующего первой точке градуировочного графика (0,1 нг/см<sup>3</sup>)



Градуировочный график представляет собой линейную зависимость площади пика от массовой концентрации бенз(а)пирена в диапазоне от 0,1 до 2,0 нг/см<sup>3</sup>. Зависимость имеет вид  $y = bx$

# Процедуры и этапы метрологической аттестации

Рассчитаны метрологические характеристики методики, результаты представлены в виде отчета о метрологической аттестации методики измерений «Массовая концентрация бенз(а)пирена в водных и воздушной средах из изделий из парафинов и восков, а также из изделий из резино-латексных композиций. Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» прошла метрологическую экспертизу в РМП «Белорусский государственный институт метрологии»

Диапазон измерений массовой концентрации	Стандартное отклонение повторяемости, %	Предел повторяемости r, %	Стандартное отклонение воспроизводимости, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{R(10)}$ , %	Относительная расширенная неопределенность при $k = 2$ $U(X)$ , %
<b>Для водных вытяжек, нг/дм<sup>3</sup></b>					
0,50 – 1,25	4,5	13	6,2	17	43
1,25 – 10,00					27
<b>Для воздушных вытяжек, нг/м<sup>3</sup></b>					
5,0 – 12,5	3,7	10	4,8	13	39
12,5 – 100,0					21