

PIRĒNA NOTEIKŠANA AR UV SPEKTROSKOPIJAS METODI. DETERMINATION OF PYRENE USING UV SPECTROSCOPY

Indulis Stikāns, Daina Kalniņa, RTU

Vides kvalitātes parametru kontrolei grunts matricās līdzās starptautiskajām un nacionālajām standartmetodēm zinātniskajās laboratorijas plašu pielietojumu iegūst laboratorijas apstākļos izstrādātas un validētas metodes, jo tām ir jāatbilst specifiskām prasībām, ko uzstāda pētnieciskais objekts un pētījumu matrica.

RTU VPAKL tika veikti pētījumi ar pirēna – četru gredzenu policikliska aromātiska ogļūdeņraža - biodegradāciju. Policikliskie aromātiskie ogļūdeņraži (PAH) ir savienojumu grupa, kas vidē nonāk nepilnīgas sadegšanas rezultātā, kā arī no piesārņojuma ar naftas produktiem. PAH dabiskā noārdīšanās ir ļoti lēna, daudzi PAH ir toksiski vai kancerogēni, nereti daļējas biodegradācijas produkti ir vēl bīstamāki cilvēkiem un videi par pašiem PAH.

Biodegradācijas eksperimenti tika veikti gan šķidrās barotnēs, gan grunts paraugos. Lai novērtētu biodegradācijas efektivitāti, nepieciešamas periodiski noteikt pirēna koncentrāciju ar kādu no analītiskām metodēm.

Metodes atlasē un izstrādē tika pielietots standarta LVS EN ISO 17025 princips metožu izvēlē – metodei jābūt piemērotai izmantošanas mērķim.

Metodei uzstādītās prasības:

- metodei jābūt pietiekami lētai un vienkāršai, jo pētāmais objekts un matrica ir skaidri zināmi,
- kvantitēšanas robeža – 0,02 mg pirēna ekstraktā,
- selektivitāte – nedrīkst traucēt biodegradācijas eksperimentos izmantoto barotņu šķīdumi un grunts paraugos esošās vielas.

Literatūras apskats liecina, ka uzstādītajām prasībām atbilstošās metodēs izmanto pirēna ekstrakciju no matricas ar kādu no šķīdinātājiem un detektēšanu ar kādu no instrumentālās analīzes metodēm.

Standartmetodēs, kurās nosaka visus PAH, ekstrakta analīzei izmanto darbietilpīgas un laukietilpīgas plānslāņa hromatogrāfijas, gāzu hromatogrāfijas un/vai masspektrometrijas metodes, lai noteiktu katru individuālo PAH. Dotajā gadījumā hromatogrāfiskās metodes nav nepieciešamas, jo pētījumiem izmanto tikai vienu PAH – pirēnu. Spektru var uzņemt uzreiz, ekstraktam speciāla apstrāde nav nepieciešama.

Kā mērāmais signāls tika izvēlēta UV absorbcija, jo IS metodei noteikšanas robeža ir pārāk augsta. Bez tam, UV spektroskopija sniedz papildus kvalitatīvu informāciju par pirēna biodegradācijas starpproduktiem.

Literatūrā sastopami dažādi šķīdinātāji, ko izmanto pirēna un policiklisko aromātisko ogļūdeņražu (PAH) ekstrakcijai no grunts – acetons, acetonitrils, metanols, etanols, metilēnhlorīds:acetons 1:1, etilacetāts, heksāns un citi.

Kā piemērotākais izvēlēts 96% etanols, kurš ir pieejams, maz kaitīgs cilvēka videi un veselībai, kā arī ir lēts. Ekstragējot pirēnu no smilts un augsnes matricām, kas mākslīgi piesārņotas ar pirēnu, atgūstamība ir lielāka par 95%.

Metodes selektivitāte pārbaudīta, ņemot vērā iespējamās matricas, no kurām pirēns tiks ekstrahēts. Tās ir smilts, māli un melnzeme, kā arī minerālvielas saturošas barotnes. Konstatēts, ka optimālais viļņu garums, pie kura var veikt pirēna kvantitēšanu, ir 273 nm, jo minerālajās barotnēs un augsnē esošie savienojumi pie šī viļņu garuma praktiski neabsorbē UV starojumu un netraucē pirēna noteikšanu.

Rezultātā tika izstrādāta uzstādītājām prasībām atbilstoša ekonomiska, videi draudzīga, ātra pirēna noteikšanas UV spektroskopijas metode ekstrahējot pirēnu ar 96% etanolu. Iegūtie rezultāti izmantojami ne tikai kvantitatīvi, bet arī kvalitatīvi – UV spektri sniedz arī informāciju par pirēna biodegradācijas starpproduktiem. Pēc šīs metodes rezultātiem var izvēlēties paraugus, kurus nepieciešams analizēt ar hromatogrāfijas metodēm, lai identificētu biodegradācijas starpproduktus.

SUMMARY

Scientific research on pyrene biodegradation has been done in the Environmental Pollution laboratory of the Riga Technical University. The performance of microbes used was assessed by periodical determination of pyrene concentration in the samples. Based on literature data, the method using extraction with 96% ethanol and pyrene detection with UV spectroscopy was developed and validated to meet the requirements set. The method is fast, environmentally friendly, economical and does not use harmful solvents. UV spectra give additional information about pyrene biodegradation intermediates and serves as screening method prior to analysis with chromatographic methods to detect intermediates.

Indulis Stikāns,
Vides Piesārņojuma Analītiskās Kontroles laboratorija
Rīgas Tehniskā Universitāte
Azenes 14/203
Rīga LV-1048
Latvija
Tel. 7089265