

Винахід відноситься до галузі санітарної охорони довкілля, зокрема до способів вимірювання забруднень навколишнього середовища канцерогенними речовинами.

Відомим є спосіб визначення летких з водяною парою N-нітрозамінів в різних середовищах, який включає сумарне визначення N-нітрозамінів за продуктами їх розкладу бромисто-водневою кислотою в оцтовокислому середовищі, подальшим діазотуванням вільного NO⁺ реактивом Гриса та виміром оптичної густини за допомогою фотоколориметра [Кульдмяэ Л.А. "Обнаружение и суммарное определение N-нитрозаминов в пищевых продуктах, лекарственных средствах и других средах. - Таллин, 1984.-С.13].

Недоліками цього способу є неможливість кількісного визначення індивідуальних N-нітрозамінів, а тільки їх суми, похибки, притаманні методикам визначення за продуктами перетворення, довготривале виділення N-нітрозамінів з проби перегонкою з водяною парою, робота з бромистим воднем, небезпечним для здоров'я.

Найбільш близьким до заявленого є спосіб визначення маси продукту Н (N-нітрозодиметиламіну) в ґрунті та рослинних матеріалах, який включає відновлення N-нітрозодиметиламіну в лужному середовищі цинковим порошком до гептилу, подальшим газовим екстрагуванням гептилу, визначенням його за реакцією з п-нітробензальдегідом та кількісні виміри за продуктом відновлення на спектрофотометрі [Методика выполнения измерений массы продукта Н в почве и растительных материалах - ИНПЛАН-СФ-06-97, Москва, 1997].

До недоліків цього способу відноситься неточність кількісного визначення, пов'язана з перетворенням N-нітрозодиметиламіну в гептил, висока токсичність гептилу, дуже кропітка та довготривала пробопідготовка, яка потребує великої кількості реактивів; не визначена за часом та небезпечна віддувка утвореного гептилу, недостатня чутливість методу для визначення мікрокількостей N-нітрозамінів в ґрунті, визначення тільки одного нітрозаміну (N-нітрозодиметиламіну).

В основу способу, який пропонується, поставлено завдання розширення діапазону досліджуваних N-нітрозамінів (НА), створення більш чутливого та експресного способу їх кількісного визначення в ґрунті.

Поставлене завдання вирішено тим, що у способі визначення канцерогенних N-нітрозамінів в ґрунті, який включає виділення їх з ґрунту з наступним визначенням їх кількості, згідно із запропонованим винаходом виділення N-нітрозамінів здійснюється ультразвуковим екстрагуванням у розчинник, а кількість кожного з N-нітрозамінів визначають за допомогою газового хроматографа.

Виділення N-нітрозамінів з ґрунту, яке проводили прямою екстракцією розчинником з використанням ультразвукової вібрації, значно скоротило час екстракції у порівнянні з часом, необхідним для перегонки з водяною парою, яка була використана у базовому способі від 1,5 години до 15 хвилин. Подальше використання газового хроматографа з полуменево-іонізаційним детектором дозволило розділити та ідентифікувати присутні в екстракті N-нітрозаміни і визначити кількість кожного із них за калібрувальним графіком, який будувався за стандартними розчинами в залежності: висота хроматографічного піка - кількість того чи іншого N-нітрозаміну в пробі. В результаті немає необхідності проводити перетворення N-нітрозаміну в гептил з наступною газовою екстракцією його (газова віддувка гептилу), що є додатковою затратою часу, реактивів, та може вносити додаткові похибки в результати досліджень. Крім того, при використанні способу, який ми наводимо як прототип, можливе визначення лише одного N-нітрозаміну, а саме N-нітрозодиметиламіну. В той же час відомо, що ґрунти містять, в залежності від наявності в них амінів, різні N-нітрозаміни, серед яких превалюють N-нітрозодиметиламін (НДМА) та N-нітрозодіетиламін (НДЕА). До того ж, саме ці сполуки є найбільш поширеними та активними в біологічному відношенні канцерогенами цього класу, що і обумовлює необхідність їх контролю в навколишньому середовищі, зокрема в ґрунті, особливо, зважаючи на здатність цих сполук циркулювати природними ланцюгами "повітря-ґрунт-рослина-людина".

Використання запропонованого способу дозволило не тільки розширити діапазон вимірюваних N-нітрозамінів, а і значно підвищити чутливість способу. Нижня межа визначення НДМА та НДЕА запропонованим способом складає 0.005мг/кг ґрунту, а у прототипі - 0,1мг/кг ґрунту.

Приклад здійснення способу:

25г ґрунту вносили в колбу на 250мл, додавали 50мл хлористого метилену і екстрагували за допомогою ультразвукового диспергатора УЗДН-1 тричі по 5хв. Екстракт фільтрували через паперовий фільтр, промивали фільтр розчинником 2 рази по 15мл кожна промивка. Зібраний екстракт відганяли на ротаційному випарнику при температурі близько 40°С, доводячи об'єм проби до 1 мл, вводили пробу у систему хроматографа з полуменево-іонізаційним детектором. Умови хроматографування:

температура термостата - 120°С;

температура детектора - 200°С;

температура випарника - 220°С;

швидкість газу-носія - 30мл/хв.;

насадка хроматографічної колонки - хроматон N-AW-HMDS (0,16-0,20мм);

нерухома фаза 15% Carbowax - 4000;

Кількісне визначення N-нітрозодиметиламіну та N-нітрозодиметиламіну, як найбільш поширених та активних в біологічному відношенні нітрозамінів, проводили одним з загально прийнятих у хроматографії методів - (метод абсолютного калібрування). Калібрувальний графік будували за шкалою залежності висоти піка від кількості НДМА та НДЕА у калібрувальних розчинах (шкала з п'яти стандартних розчинів різних концентрацій, які відповідають масі 0,1мкг; 0,5мкг; 1,0мкг; 1,5мкг; 2,0мкг кожного N-нітрозаміна - НДМА та НДЕА в хлористому метилени).

Для перевірки можливості виділення НДМА і НДЕА із зразків ґрунту та обчислення коефіцієнта, що показує ступінь добування цих сполук з проби, готували серію дослідів з внесенням відомої кількості N-нітрозамінів в ґрунт та подальшою обробкою проби вищезазначеним способом. Результати наведено у таблиці.

№	п	Внесено в ґрунт НДМА, мкг	Визначено НДМА, мкг	K _{доб.}	K _{сер.}	Внесено в ґрунт НДЕА, мкг	Визначено НДЕА, мкг	K _{доб.}	K _{сер.}
---	---	------------------------------	------------------------	-------------------	-------------------	------------------------------	------------------------	-------------------	-------------------

1	5	0,5	0,36±0,02	0,71	0,74	0,50	0,42±0,02	0,84	0,82
2	5	5,00	3,75±0,19	0,75		5,00	4,00±0,15	0,80	
3	5	10,00	7,62±0,37	0,76		10,00	8,30±0,38	0,83	

Вміст N-нітрозамінів в ґрунті обчислювали за формулою:

$$X = \frac{C_{\text{пр}}}{m k}$$

де:

$C_{\text{пр}}$ - кількість речовини в пробі (знаходиться за калібрувальним графіком), мкг;

m - маса досліджуваного зразка, кг;

k - коефіцієнт, що показує ступінь добування НА з проби.

Таким чином, запропонований спосіб порівняно з базовим характеризується розширенням діапазону N-нітрозамінів, які можливо визначати цим способом, значним скороченням часу на проведення аналізу, зниженням нижньої межі визначення, що дуже важливо для дослідження мікродомішок канцерогенних речовин, зменшенням небезпеки для дослідників за рахунок виключення роботи з гептилом.