



УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **116435**

(13) **U**

(51) МПК

**G01N 33/18** (2006.01)

**G01N 27/68** (2006.01)

**G01N 30/34** (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО  
ЕКОНОМІЧНОГО  
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ  
УКРАЇНИ

**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

(21) Номер заявки: **u 2016 10788**

(22) Дата подання заявки: **27.10.2016**

(24) Дата, з якої є чинними  
права на корисну  
модель: **25.05.2017**

(46) Публікація відомостей  
про видачу патенту: **25.05.2017, Бюл.№ 10**

(72) Винахідник(и):

**Євтушенко Тетяна Вікторівна (UA),  
Новожицька Юлія Миколаївна (UA),  
Омельчун Юлія Анатоліївна (UA),  
Сухенко Владислав Юрійович (UA)**

(73) Власник(и):

**ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ  
ІНСТИТУТ З ЛАБОРАТОРНОЇ  
ДІАГНОСТИКИ І ВЕТЕРИНАРНО-  
САНІТАРНОЇ ЕКСПЕРТИЗИ,  
вул. Донецька, 30, м. Київ, 03151 (UA)**

**(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ 16 ПОЛІЦИКЛІЧНИХ АРОМАТИЧНИХ ВУГЛЕВОДНІВ В ВОДІ ПИТНІЙ  
МЕТОДОМ ГАЗОВОЇ ХРОМАТО-МАС-СПЕКТРОМЕТРІЇ**

(57) Реферат:

Спосіб визначення 16 поліциклічних ароматичних вуглеводнів в воді питній методом газової хромато-мас-спектрометрії, у якому для дослідження беруть 1000 см<sup>3</sup> води питної, додають 80 мг тіосульфату натрію для дехлорування і екстрагують 25 см<sup>3</sup> гексану протягом 1 години з подальшим випаровуванням екстракту з 100 мкл додекану до 2 см<sup>3</sup>. Проводять хроматографування, ідентифікацію та кількісне визначення за допомогою методу газової хромато-мас-спектрометрії з використанням іонізації електронним ударом (EI).

**UA 116435 U**



Корисна модель належить до галузі ветеринарної медицини, зокрема до ветеринарної токсикології, і може бути використана в роботі науково-виробничих лабораторій.

Запропонований спосіб не має зареєстрованих аналогів в Україні.

Задачею корисної моделі є розробка універсального способу одночасного визначення 16 поліциклічних ароматичних вуглеводнів (антрацену, аценафтену, аценафтилену, індено(1,2,3-  
5 cd)пірену, дибензо(а, h)антрацену, бензо(ghi)перилену, бензо(а)антрацену, бензо(к)флюорантену, бензо(а)пірену, бензо(б)флюорантену, флуорену, фенантрени, флуорантену, хризену, пірену, нафталену) у воді питній методом газової хромато-мас-  
10 спектрометрії, межа кількісного визначення якого забезпечувала б вимоги Директиви Ради 98/83/ЕС про якість води, призначеної для споживання людиною, де встановлений максимальний допустимий рівень для бензо[а]пірену - 0,010 мкг/л, а на суму чотирьох зазначених ПАВ (бензо[б]флюорантену, бензо[к]флюорантену, бензо[ghi]перилену, індено[1,2,3-  
cd]пірену) - 0,1 мкг/л.

Процедурний підхід до ідентифікації ПАВ включає наступні елементи: для дослідження беруть 1000 см зразку питної води, відібраного обов'язково в скляну ємність з алюмінієвою  
15 кришкою або притертою склянню пробкою, додають 80 мг тіосульфату натрію для дехлорування і екстрагують 25 см<sup>3</sup> гексану 1 години на апараті для струшування з подальшим випаровуванням екстракту з доданими 100 мкл додекану, для попередження втрат високолетких сполук при випаровуванні, концентрують до 2-х см і хроматографують.  
20 Ідентифікація та кількісне визначення здійснюється за допомогою мас-спектрометрії з використанням іонізації електронним ударом (EI).

Конфігурація газового хромато-мас-спектрометра "Thermo DSQ II": автосамплер, інжектор, термостат колонок, мас-селективний детектор, який готують до роботи, згідно з інструкцією з експлуатації приладу, та задають робочі параметри.

25

Таблиця 1

Конфігурація приладу та режим роботи.

Конфігурація	Режим роботи
Хромато-мас-спектрометр	Thermo DSQ II
Колонка	Agilent VF-5 ms, 30m × 0,25 mm × 0,25цт
Стаціонарна фаза	5 % фенілметилполісилоксан
Температура інжектора	260 °C
Температура колонки	програмована
Тип детектора	квадруполь
Режим іонізації	EI -70 eV
Режим сканування	SIM (режим сканування вибраних іонів)
Час сканування	0,8 сек.
Температура МС перехідної лінії	290 °C
Температура джерела іонів	220 °C
Режим введення проби	автоматичний
Об'єм інжектування	1 мкл
Газ-носії	гелій (1,0 мл/хв)

Таблиця 2

Програмований температурний режим термостату колонок

Швидкість нагріву, °C/хв	Температура, °C	Час, хв.
Початкова	75	5
10	260	0
5	310	20

Загальний час аналізу: 40 хв.

Таблица 3

Час утримування та характерні іони для кожного з досліджуваних аналітів

Назва аналіту	Час утримування, хв	Діагностичні іони	
		Основний іон, m/z	Підтверджуючий іон, m/z
Нафтален	10,21	128	127, 129
Аценафтилен	14,24	152	151, 153
Аценафтен	14,66	153	154, 152
Флуорен	15,93	166	165, 139
Фенантрен	18,24	178	178, 179
Антрацен	18,37	178	178, 179
Флуорантен	21,11	202	200, 101
Пірен	21,65	202	200, 101
Бензо(а)антрацен	24,69	228	226, 229
Хризен	24,80	228	226, 229
Бензо(б)флуорантен	29,08	252	250, 125
Бензо(к)флуорантен	29,20	252	250, 126
Бензо(а)пірен D12	30,47	264	260
Бензо(а)пірен	30,58	252	250, 253
Індено (1,2,3-сd)пірен	35,26	276	277, 138
Дибензо(а, h)антрацен	35,42	278	276, 138
Бензо(ghi)перилен	36,22	276	277, 138

Умови виконання вимірювань підлягають перевірці і, при потребі, корегуванню:

- при використанні іншої моделі хромато-мас-спектрометра;
- при заміні капілярної хроматографічної колонки з іншою стаціонарною фазою;
- після ремонту вузлів хромато-мас-спектрометра, що впливають на чутливість детектора.

Основні розчини стандартів ПАВ готують окремо кожен з концентрацією 100 мкг/мл в гексані і зберігають 1 рік при температурі +4 °С, проміжні розчини суміші ПАВ та внутрішнього стандарту бензо(а)пірену D12 готують з концентрацією 1 мкг/мл і зберігають 3 місяці при температурі +4 °С; робочі градувальні розчини сумішей ПАВ готують безпосередньо перед використанням.

Градувальний графік будують методом внутрішніх стандартів по п'яти концентраціях, а саме: 0,005 мкг/ см<sup>3</sup>, 0,01 мкг/ см<sup>3</sup>, 0,05 мкг/ см<sup>3</sup>, 0,1 мкг/ см<sup>3</sup>, 0,2 мкг/ см<sup>3</sup>, що відповідає в перерахунку на зразок - 0,01 мкг/л; 0,02 мкг/л; 0,1мкг/л; 0,2 мкг/л і 0,4 мкг/л.

Таблица 4

Оцінка придатності методу

Назва аналіту	Межа кількісного визначення методу, мкг/л	Процент повернення, %	Збіжність, S <sub>r</sub> , %	Внутрішньо-лабораторна відтворюваність, S <sub>R</sub> , %
Нафтален	0,01	91,3	7,3	11,4
Аценафтилен	0,01	96,7	8,6	12,6
Аценафтен	0,01	94,5	5,7	8,8
Флуорен	0,01	90,8	5,6	9,3
Фенантрен	0,01	93,4	3,4	9,1
Антрацен	0,01	95,9	6,3	9,0
Флуорантен	0,01	96,1	6,9	9,4
Пірен	0,01	94,5	5,8	9,5
Бензо(а)антрацен	0,01	97,8	6,5	7,6
Хризен	0,01	98,2	5,3	8,7
Бензо(б)флуорантен	0,01	95,6	4,0	8,9
Бензо(к)флуорантен	0,01	94,9	5,1	8,4

Таблиця 4

## Оцінка придатності методу

Назва аналіту	Межа кількісного визначення методу, мкг/л	Процент повернення, %	Збіжність, $S_r$ , %	Внутрішньо-лабораторна відтворюваність, $S_R$ , %
Бензо(а)пірен	0,01	97,3	3,7	7,2
Індено(1,2,3-cd)пірен	0,01	88,6	7,2	9,6
Дибензо(а, h)антрацен	0,01	91,4	6,6	8,8
Бензо(ghi)перилен	0,01	94,5	5,9	10,3

Розширена невизначеність вимірювань методики складає 20 %.

Дані наведені в таблицях 4 та 5 свідчать про те, що методика розроблена в ДНДІЛДВСЕ придатна для визначення поліциклічних ароматичних вуглеводнів у воді питній, даний спосіб є досить чутливим, щоб відповідати міжнародним вимогам і нормам МДР поліциклічних ароматичних вуглеводнів у воді питній.

Запропонований спосіб дозволяє дослідити зразок та одночасно виявити 16 ПАВ методом газової хромато-мас-спектрометрії за відносно короткий проміжок часу та ідентифікувати аналіти не тільки за часом утримання, але й додатково по мас-спектру, тобто залежності інтенсивності іонного току від співвідношення маси до заряду іонів.

Таблиця 5

## Участь у раунді міжлабораторних порівняльних випробувань (програма Вет-Тест)

№ програми	Найменування матеріалу	Показник	Приписане значення, мкг/мл	Результат дослідження, мкг/мл	Z-індекс
2015/2	Вода питна	Бензо(а)пірен	50,0	51,97	0,2

Результати отримані нами під час дослідження тестового матеріалу, є вірогідними і знаходяться в межах приписаного значення. Отже, відпрацьований нами спосіб виявлення ПАВ у воді питній не поступається методикам, які використовуються в лабораторіях Європейської спільноти.

Джерела інформації:

1. Commission regulation (EU) № 836/2011 °F 19 August 2011 amending Regulation (EC) No 333/2007 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of the levels of lead, cadmium, mercury, inorganic tin, 3-MCPD and benzo(a)pyrene in foodstuffs, O.J. Europ. Comm. L 215, 9-16.

2. Commission regulation (EC) № 1881/2006 °F 19 December 2006 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs, O.J. Europ. Comm. L 364, 5-94.

3. Настанова з оцінювання невизначеності вимірювання результатів кількісних випробувань. Технічний звіт EUROLAB № 1/2006// Пер. з англ. - К.: Євролаб-Україна, 2008.

4. Директива Ради 98/83/ЄС "Про якість води, призначеної для споживання людиною" від 3 листопада 1998 року. Офіційний переклад.

5. ISO 28540 Water quality-Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in water-Method using gas chromatography with mass spectrometric detection (GC-MS), first edition, 2011-08-01.

## ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб визначення 16 поліциклічних ароматичних вуглеводнів в воді питній методом газової хромато-мас-спектрометрії, у якому для дослідження беруть 1000 см<sup>3</sup> води питної, додають 80 мг тіосульфату натрію для дехлорування і екстрагують 25 см<sup>3</sup> гексану протягом 1 години з подальшим випаровуванням екстракту з 100 мкл додекану до 2 см<sup>3</sup>, подальшим хроматографуванням, ідентифікацією та кількісним визначенням за допомогою методу газової хромато-мас-спектрометрії з використанням іонізації електронним ударом (EI).

---

Комп'ютерна верстка Л. Ціхановська

---

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

---

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601