

## ОХРАНА ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

# АВТОМАТИЗАЦИЯ ПРОЦЕДУРЫ ПРИГОТОВЛЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНЫХ РАСТВОРОВ БЕНЗ(А)ПИРЕНА С ПОМОЩЬЮ AGILENT 7696A SAMPLE PREP WORKBENCH

Аналитические решения  
Markets and Applications Programs



**Agilent Technologies**

Authorized Partner Laboratory

### Авторы

И.А. Дьячков (Dyatchkov I.)

Московский государственный  
университет имени М.В.  
Ломоносова, Химический  
факультет.

Представлен способ автоматизации процедуры приготовления калибровочных растворов бенз(а)пирена с использованием пробоподготовочной станции Agilent 7696A SamplePrep Workbench. Применение пробоподготовочной станции значительно сокращает трудозатраты и время, необходимое для приготовления калибровочных растворов, улучшает точность построения градуировочной зависимости.

### Введение

Полиароматические углеводороды (ПАУ) являются канцерогенными веществами и их содержание в окружающей среде строго нормировано. Предельно допустимые концентрации ряда ПАУ находятся на достаточно низких уровнях. Например, для бенз(а)пирена ПДК в почвах составляет 20 мкг/кг, а в воздухе 1 нг/м<sup>3</sup>. Поэтому при анализе реальных объектов всегда нужно работать с малыми концентрациями. Важна точность приготовления калибровочных растворов при градуировании аналитического оборудования.



## Экспериментальная часть

### Оборудование

Наименование	Модель
Пробоподготовочная станция 7696A SamplePrep Workbench с 2-мя шприцами разных объемов. (Передняя башня – шприц на 500мкл, задняя башня – шприц на 10 мкл)	G4529A

### Приготовление калибровочных образцов

Перед началом работы станции необходимо установить шприцы следующих объемов – в переднюю башню шприц на 500 мкл, в заднюю – шприц на 10 мкл. Желательно, чтобы отбираемый объем находился в диапазоне  $0,1 \cdot V_i - 0,8 \cdot V_i$ ,  $V_i$ - объем соответствующего шприца. В качестве промывных жидкостей используется ацетонитрил.

В стеклянную виалу объемом 2 мл ручным дозатором переносят 1,5 мл ацетонитрила. Количество виал с ацетонитрилом должно быть достаточно для приготовления всей серии калибровочных растворов. Например, если необходимо приготовить 5 растворов, то количество

виал с ацетонитрилом нужно не менее 6 штук. Виалы с ацетонитрилом устанавливают в нужном порядке подряд в планшет пробоподготовочной станции (посадочные места №51-57). В этот же планшет устанавливают 1 виалу для предварительного разбавления раствора бенз(а) пирена, массовой концентрации 200мг/л (№81). Места №91-96 резервируют для калибровочных растворов с концентрациями 2000, 100, 50, 20, 10 и 5 мкг/дм<sup>3</sup> соответственно. Пример расположения приведен на рис.1. Выполняют процесс в соответствии с таблицей 1 и рис.2. Время, необходимое для приготовления одного раствора составляет около 3 мин. После завершения программы образцы вынимают.

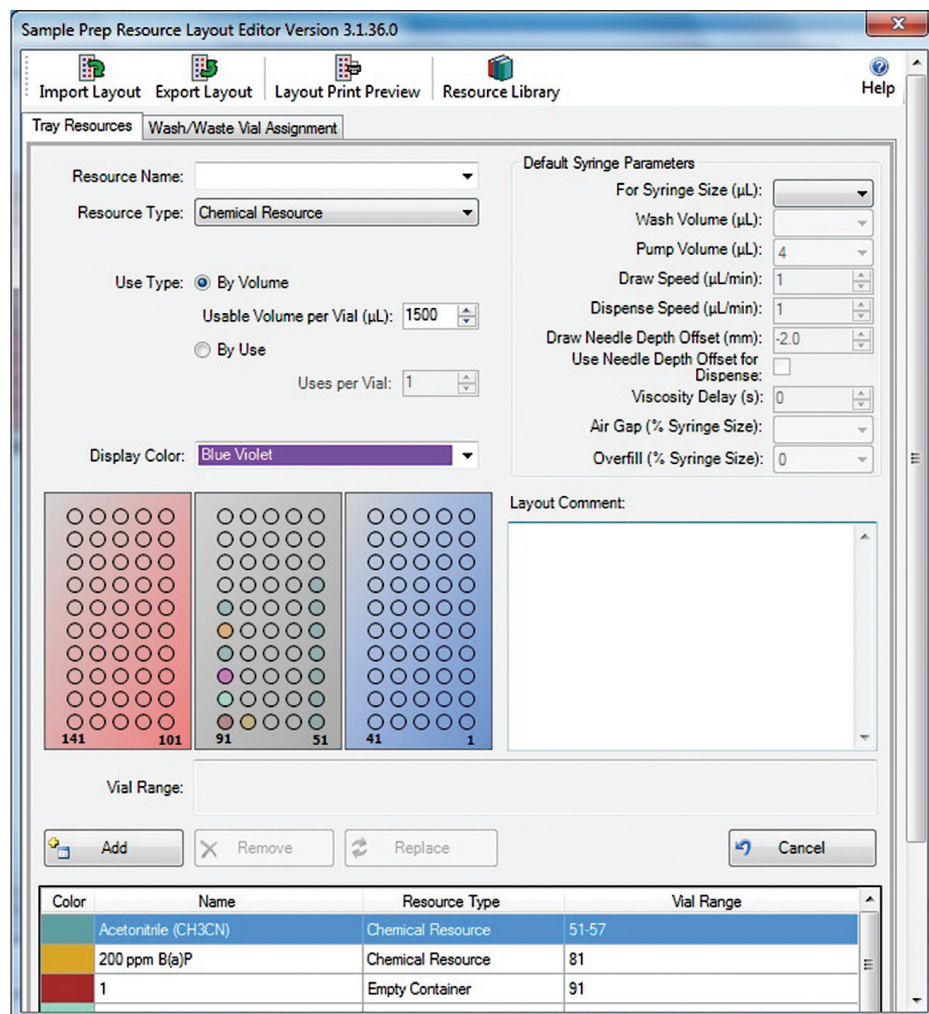
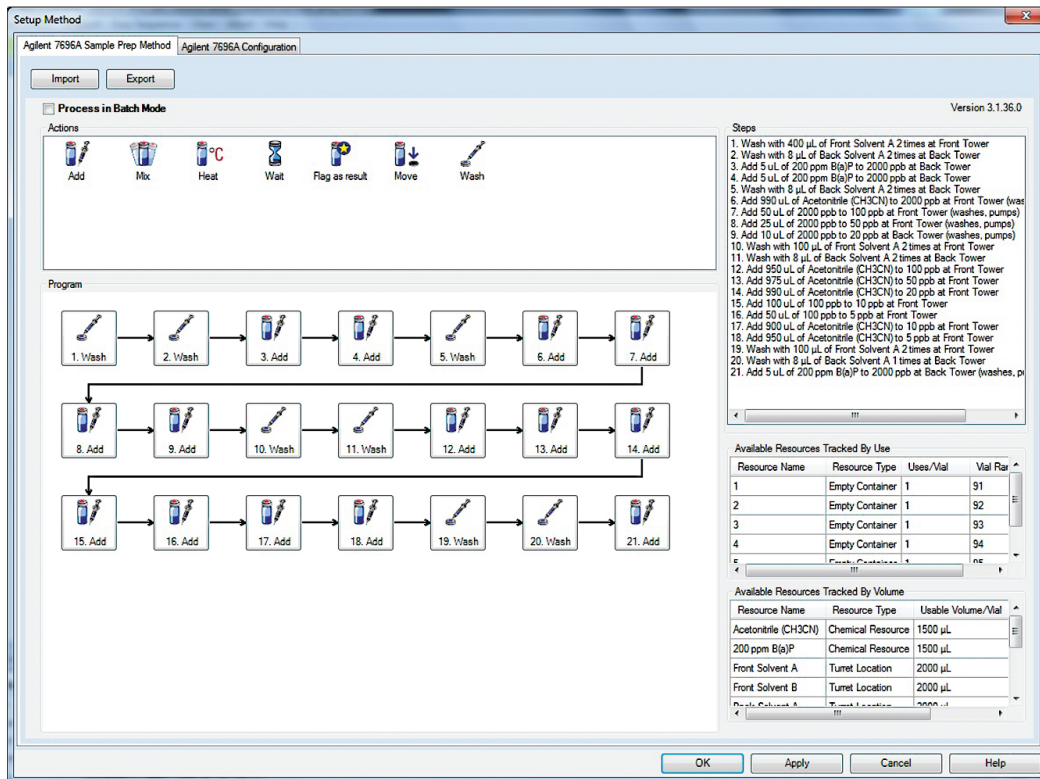


Рисунок 1. Пример расположения виал в планшете пробоподготовочной станции (вкладка ResourceLayout во вкладке Instrument программного обеспечения).



**Рисунок 2.** Схематичное изображение программы пробоподготовки образцов в виде последовательных шагов (включая промежуточную промывку шприцов) и описание каждого шага последовательности.

Шаг	Описание
1	Промыть шприц передней башни станции 400 мкл ацетонитрила.
2	Промыть шприц задней башни станции 8 мкл ацетонитрила.
3	Добавить 5 мкл из виалы «200 ppm» в виалу №91 и обозначить ее как «2 ppm».
4	Добавить 5 мкл из виалы «200 ppm» в виалу «2 ppm».
5	Промыть 2 раза по 8 мкл ацетонитрила шприц в задней башне.
6	Добавить 990 мкл ацетонитрила в виалу «2 ppm».
7	Добавить 50 мкл из виалы «2 мкг/л» в виалу №92 и обозначить ее как «100 ppb»
8	Добавить 25 мкл из виалы «2 ppm» в виалу №93 и обозначить ее как «50 ppb»
9	Добавить 10 мкл из виалы «2 ppm» в виалу №94 и обозначить ее как «20 ppb»
10	Промыть шприц передней башни по 400 мкл ацетонитрила 2 раза.
11	Промыть шприц задней башни станции 8 мкл ацетонитрила.
12	Добавить 950 мкл ацетонитрила в виалу «100 ppb».
13	Добавить 975 мкл ацетонитрила в виалу «50 ppb».
14	Добавить 990 мкл ацетонитрила в виалу «20 ppb».
15	Добавить 100 мкл из виалы «100 ppb» в виалу №95 и обозначить ее как «10 ppb».
16	Добавить 50 мкл из виалы «100 ppb» в виалу №96 и обозначить ее как «5 ppb».
17	Добавить 900 мкл ацетонитрила в виалу «10 ppb».
18	Добавить 950 мкл ацетонитрила в виалу «5 ppb».
19	Промыть шприц передней башни станции 400 мкл ацетонитрила.
20	Промыть шприц задней башни станции 8 мкл ацетонитрила.

**Таблица 1.** Программа пробоподготовки образцов.

## Реактивы

Использованы следующие реактивы: ацетонитрил, квалификации «чистый для хроматографии», стандартный раствор бенз(а)пирена в ацетонитриле, концентрации 200 мг/л (Экрос, Россия).

## Программное обеспечение

AgilentWorkBench Rev. A.01.04 [37]

## Результаты и их обсуждение

Использование пробоподготовочной станции Agilent 7696A SamplePrepWorkbench при приготовлении калибровочных растворов позволяет снизить время и трудоемкость, а также позволяет повысить точность построения градуировочной функции за счет автоматизации, практически исключает вероятность «промаха» и загрязнения образцов с низкими концентрациями образцами с высокой концентрацией ПАУ, связанного с человеческим фактором. Также сокращается расход реактивов (за счет минимизации объемов образца и добавляемых растворов реагентов).

По результатам построения градуировочной функции при использовании образцов бенз(а)пирена, приготовление которых проводили вручную и в автоматическом режиме с помощью станции пробоподготовки, показано, что относительное стандартное отклонение ( $n=12$ ,  $P=0.95$ ) в автоматическом режиме существенно ниже, чем в ручном (0,01% против 0,1%).

## Заключение

Предложена программа для автоматизации процедуры приготовления калибровочных растворов бенз(а)пирена с использованием пробоподготовочной станции Agilent 7696A SamplePrepWorkbench.

Контакты: Agilent MAPs:  
**maps\_agilent@agilent.com**

Дополнительная информация:  
**<http://www.your-analytical-solution.com>**

This information is subject to change without notice.

© Agilent Technologies, Inc. 2013  
Published in USA, November 15, 2013  
5991-3588RURU

