

NILU TN : 5/84  
REFERANSE :  
DATO : MARS 1984

*BRUK AV BASISK SILICAGEL FOR  
HPLC-FRAKSJONERING AV ORGANISKE  
FORBINDELSER I LUFTPRØVER*

Helge Stray

NORSK INSTITUTT FOR LUFTFORSKNING  
POSTBOKS 130, 2001 LILLESTRØM  
NORGE

ISBN 82-7247-470-0

## **BRUK AV BASISK SILICAGEL FOR HPLC-FRAKSJONERING AV ORGANISKE FORBINDELSER I LUFTPRØVER**

I NILU oppdragsrapport 5/84 (1) er beskrevet hvordan organiske forbindelser i luftprøver kan deles opp i fraksjoner med forskjellig polaritet. Fraksjoneringen utføres for å lette den videre karakteriseringen av de organiske forbindelsene noe som vanligvis gjøres ved hjelp av gasskromatografi kombinert med selektive detektorer eller massespektrometri.

Ved å injisere en blanding av standardkomponenter kan man finne ut hvordan man mest hensiktsmessig kan dele opp prøven. Man har valgt å skille prøvene i 5 fraksjoner hvor man blant annet kan forvente å finne følgende komponentgrupper.

- Fr 1 : Alifatiske hydrokarboner, polysykliske hydrokarboner (PAH), alifatsubstituerte benzener.
- Fr 2 : Nitro-PAH, feltsyreestere, diverse alkoholer etc.
- Fr 3 : Karbazoler, keto-PAH, aromatiske aldehyder
- Fr 4 : Keto-PAH, kinoner, hydrokso-PAH, ftalater
- Fr 5 : Aza-arener, kinoner, amino-PAH, organiske syrer, organiske baser.

Overflaten av silicagel vil vanligvis ha pH på ca 3. Hovedsakelig basiske, men også sure komponenter vil kunne adsorberes til silicagelen og ikke bli vasket ut igjen. I NILU oppdragsrapport 5/84 er beskrevet hvordan man ved å belegge silicagelen med et surt salt kan få større utbytte av sure komponenter ved fraksjonering av en luftprøve tatt i Oslo sentrum.

På samme måten kan man belegge silicagelen med et basisk salt for å redusere sjansen for at basiske komponenter blir sittende igjen på kolonnen.

Aza-arener er en gruppe polysykliske hydrokarboner med et nitrogenatom inne i ringsystemet. De er basiske og de fleste

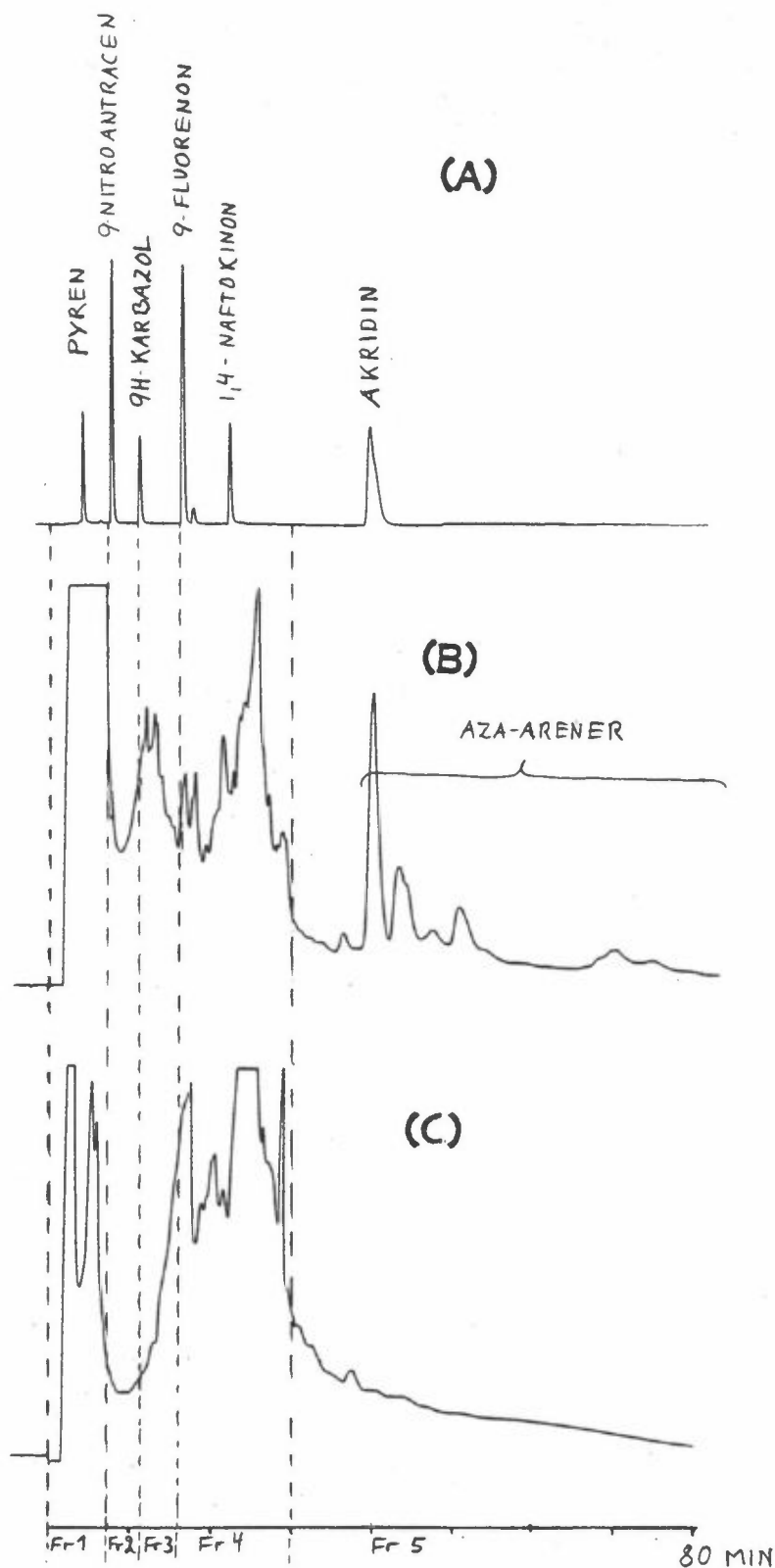
er kjent for å være kreftfremkallende. I NILU intern rapport 2/82 (2) er det vist at noen aza-arener kan gjenvinnes kvantitativt ved eluering gjennom en vanlig silicakolonne. Man vet imidlertid lite om det kan finnes andre basiske komponenter i luftprøvene, som ikke kommer ut. Ved bruk av vanlig silicakolonne vil dessuten aza-arene komme ut sammen med en rekke andre komponenter som kan forstyrre den videre analysen.

Det er tidligere vist (3) at aza-arener finnes i forholdsvis store mengder i luftprøver fra elektrolysehallen i en aluminiumsfabrikk, mens man finner bare spormengder i prøver fra byluft (1). Aza-arener finnes hovedsakelig i kull og koks og man kan forvente å finne dem i utslippet fra prosesser hvor kull eller koks forbrennes eller oppvarmes. I forbindelse med basisundersøkelsen i Mo i Rana ville man derfor undersøke enkelte av prøvene spesielt med tanke på aza-arener. En basisk kolonne ble laget ved å belegge silicagelen med et salt med pH 8.0 som beskrevet i (4). Ved å benytte denne kolonnen fikk man en oppdeling i fraksjoner slik som med vanlig silicagel, men aza-arenene ble bedre separert fra andre komponentgrupper. Figur-1 viser variasjonen i UV-absorbansen ved 254 nm ved fraksjonering av en standardblanding, en luftprøve tatt i nærheten av koksverket i Mo i Rana og en luftprøve tatt i Mo sentrum. Vindforholdene var slik at man i den første prøven fikk bidrag fra koksverket, mens man i den andre ikke hadde noe direkte bidrag av utslippet fra koksverket. Toppene som kommer ut etter 30 minutter er aza-arener og man ser tydelig at det er mer aza-arener i prøven tatt ved koksverket.

Figur 2 viser kromatogram fra gasskromatografisk/massespektrometrisk analyse av aza-arenfraksjonen fra de to prøvene. Det ble påvist ca 50 ganger mer aza-arener i prøven tatt ved koksverket enn i prøven fra Mo sentrum.

REFERANSER

- (1) Stray, H. Mikalsen, A. Oehme, M. Determination of substituted polycyclic aromatic hydrocarbons in urban air particulate matter. Lillestrøm 1984. (NILU OR 5/84.)
- (2) Stray, H. Fraksjonering og gjenvinning av nitro-PAH, karbazoler, kinoner og aza-arener med HPLC. Lillestrøm 1982. (NILU IN 2/82.)
- (3) Foreløpig ikke publiserte resultater fra undersøkelse av indremiljø luftprøver ved Karmøy fabrikker utført ved NILU.
- (4) Schwarzenbach, R. High-performance liquid chromatography of polar compounds on buffered silica-gel. J. Chromatogr., 202, pp. 397-404 (1980).



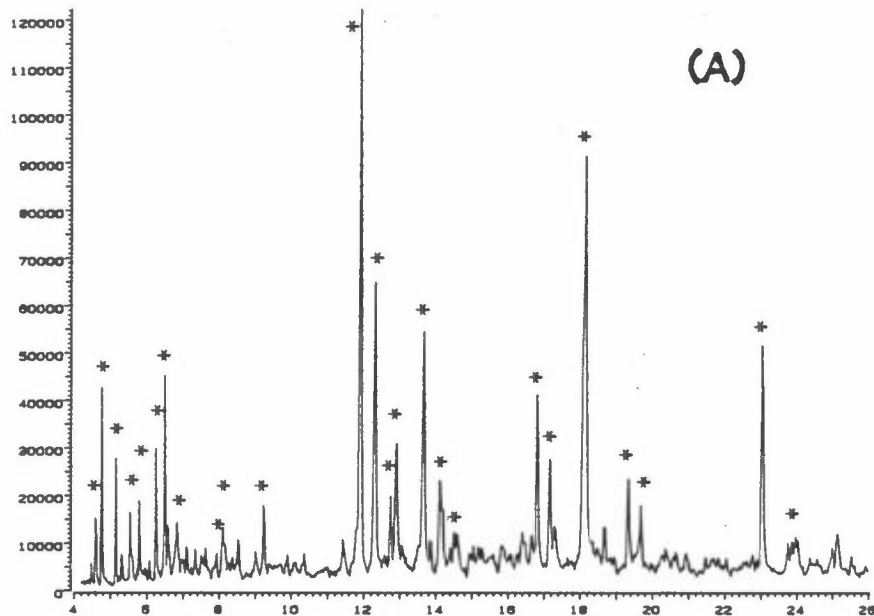
Figur 1: HPLC-kromatogram ved fraksjonering med silicagel belagt med 0.1 M  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , pH 8.0 av (A) Standardblanding, (B) ekstrakt av filterprøve tatt nær koksverket i Mo i Rana, (C) ekstrakt av filterprøve tatt i Mo sentrum.

Gradientprogrammet for elueringen var:

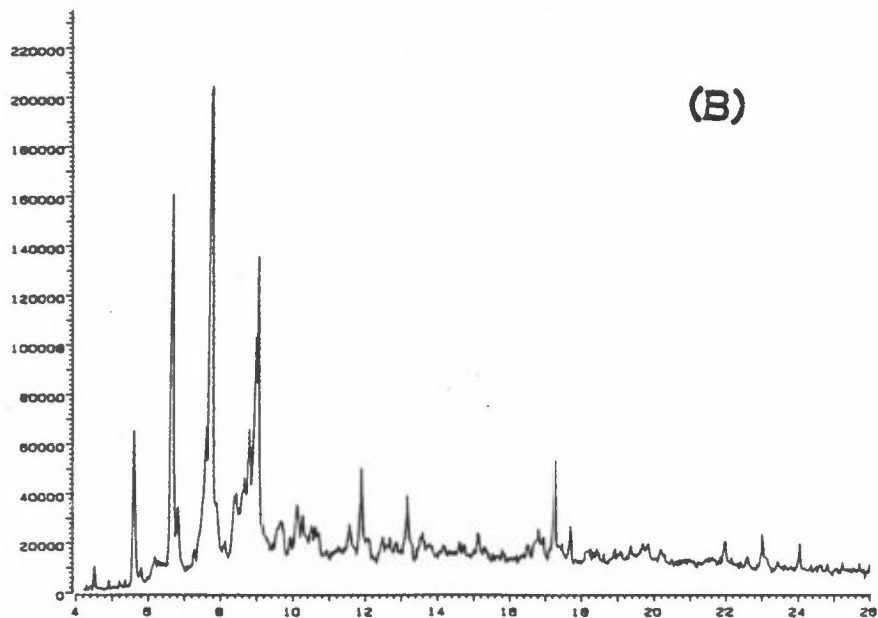
Fra hexan til 60%  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  på 20 min, deretter 100%  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  til 80 min. væskestrøm 2.1 ml/min.

Kolonne: 250x4.6 mm pakket med Licrosorb Si-60-5,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , pH 8.0.

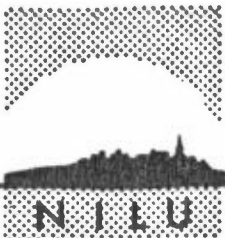
File >COALS 45.0-450.0 amu. 28.2.84. EI. SCAN. 0.5 MO I RANA. 26-27/1-84. "SPESIAL". FR 5. 1/2F  
TIC



File >COALS 45.0-450.0 amu. 28.2.84. EI. SCAN. 0.5 MO I RANA. 27-28/1-84. MO SENTRUM. FR 5. SAS  
TIC



Figur 2: Totalionestromkromatogram av fraksjon 5 fra fraksjonering på basisk belagt silika.  
(A) Filterekstrakt fra prøven tatt nær koksverk.  
(B) Filterekstrakt fra prøven tatt i Mo sentrum. Hovedtoppene er aromatiske oksygenholdige forbindelser fra vedfyring (beslektet med coniferin).  
Topper merket med stjerne er aza-arener.



# NORSK INSTITUTT FOR LUFTFORSKNING

(NORGES TEKNISK-NATURVITENSKAPELIGE FORSKNINGSRÅD)  
 POSTBOKS 130, 2001 LILLESTRØM  
 ELVEGT. 52.

TLF. (02) 71 41 70

RAPPORTTYPE Teknisk notat	RAPPORT NR. TN 5/84	ISBN--82-7247-470-0
DATO MARS 1984	ANSV.SIGN.	ANT. SIDER 6
TITTEL Bruk av basisk silicagel for HPLC-fraksjonering av organiske forbindelser i luftprøver	PROSJEKTLEDER H. Stray	NILU PROSJEKT NR.
	TILGJENGELIGHET** A	OPPDRAKSGIVERS REF.
FORFATTER(E) Helge Stray	OPPDRAKSGIVER NILU	
3 STIKKORD (å maks. 20 anslag) HPLC                      Organiske forbindelser	Luft	
REFERAT (maks. 300 anslag, 5-10 linjer) Notatet beskriver hvordan man ved å bruke en silicagel belagt med et basisk salt til fraksjonering av ekstrakter av luftprøver kan få en fraksjon som hovedsakelig inneholder aza-arener.		
TITLE Application of basic silicagel for HPLC-fractionation of organic compounds in air samples.		
ABSTRACT (max. 300 characters, 5-10 lines.) This technical note describes how silicagel coated with a basic salt can be used for the fraction of extracts of air samples , and how a fraction containing mainly aza-arenes can be obtained.		

\*\*Kategorier: Apen - kan bestilles fra NILU                      A  
 Må bestilles gjennom oppdragsgiver                      B  
 Kan ikke utleveres    C