

Úloha č.3 - Adsorpce na půdu

Úkol:

Stanovte K_d fenolu s využitím HPLC

- 3.A Adsorpce fenolu na půdu
- 3.B Extrakce vzorků půdy ultrazvukem
- 3.C Stanovení fenolu pomocí HPLC
- 3.D Vyhodnocení HPLC chromatogramu

3.A – Adsorpce fenolu na půdu

Pomůcky:

- ✓ 4 x centrifugační zkumavka (objem 50 ml)
- ✓ třepačka
- ✓ centrifuga
- ✓ pipety, špičky
- ✓ 1 x odměrný válec (50 ml)
- ✓ 4 x vialka (2 ml)

- ✓ analytické váhy
- ✓ filtrační papír
- ✓ laboratorní rukavice

- ✓ půda – více uhlíku (5,5%), málo jílu

Chemikálie:

- ✓ 0,01M roztoku CaCl_2
- ✓ roztok fenolu v methanolu (100 mg/l)

Postup práce:

- ✓ do 4 centrifugačních zkumavek ($V = 50$ ml) navažte přibližně 5 g přesáté půdy a zkumavky popište
- ✓ ke vzorkům půd přidejte 36 ml 0,01M roztoku CaCl_2 a 4 ml roztoku fenolu v methanolu
- ✓ vše umístěte na třepačku
- ✓ v časových intervalech 0, 3, 6 a 24 hodin odeberte vždy jednu zkumavku

- ✓ centrifugací oddělte půdní a vodnou suspenzi (4000 rpm/10 min)
- ✓ ve všech časech odeberte 1 ml vodné fáze do předem připravené minivialky a uložte do lednice do provedení analýzy
- ✓ v časech 0, 6 a 24 hodin oddělte půdní suspenzi a nechte ji do druhého dne vysušit na filtračním papíře

3.B – Extrakce vzorků půdy ultrazvukem

Pomůcky:

- ✓ ultrazvuková lázeň
- ✓ analytické váhy
- ✓ vakuové filtrační zařízení Baker
- ✓ 8 x kádinka (100 ml)
- ✓ 2 x odměrný válec (25 ml)
- ✓ stopky
- ✓ Pasteurovy pipety
- ✓ 4 x vialka (40 ml)
- ✓ 4 x vialka (2 ml)
- ✓ 3 x nylonový filtr
- ✓ dusík na odpařování

Chemikálie:

- ✓ methanol

Postup práce:

- ✓ připravte ultrazvukovou lázeň
- ✓ vysušenou půdu zvažte a nasypete do kádinky
- ✓ ke vzorku půdy nalijte 15 ml methanolu
- ✓ extrahujte 3x15 minut
- ✓ vždy po každém 15-minutovém cyklu extrakce odeberte Pasteurovou pipetou rozpouštědlo do předem připravené kádinky
- ✓ extrakt přefiltrujte přes Bakera



- ✓ objem roztoku ve vialce odpaře pod proudem dusíku na objem 1 ml
 - ✓ pomocí Pasteurovy pipety převedte zahuštěný extrakt do předem připravené minivialky a vialku vypláchněte malými dávkami methanolu
 - ✓ je-li nutné, přefiltrujte vzorek přes filtrík
 - ✓ vialku dobře uzavřete a uložte v ledničce do dalšího zpracování
- | | |
|------------|----------|
| | CAS No.* |
| ✓ methanol | 67-56-1 |

3.C Stanovení fenolu pomocí HPLC

Pomůcky:

- ✓ kapalinový chromatograf
- ✓ chromatografická kolona Supelcosil LC-18

Chemikálie:

- ✓ voda čištěná na zařízení Milli-Q
- | | |
|-----------------------|-----------|
| | CAS No.* |
| ✓ methanol | 67-56-1 |
| ✓ kyselina fosforečná | 7664-38-2 |

Postup práce:

1) *příprava mobilní fáze*

- ✓ solvent A: 150 ml redestilované vody + 80 µl kyseliny fosforečné + 100 ml methanolu
- ✓ solvent B: 100 ml methanolu
- ✓ průtok mobilní fáze: 0,15 ml/min
- ✓ isokratická eluce: 90% A+10% B
- ✓ nástřik 20 µl
- ✓ analýza 1 vzorku ~ 13 min

2) *detekce*

detekce – 230 nm, 280 nm

3) *metoda: c/2/hpchem/methods/Petra/fenol.m*

3.D - Vyhodnocení HPLC chromatogramu

Postup práce:

Úkoly:

- ✓ z koncentrací získaných z HPLC stanovení fenolu ve vodné a půdní frakci vypočítejte adsorpční koeficient K_d