

Environmentální analytická chemie
Analytická chemie životního prostředí

Laboratorní cvičení 2013

1. Stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků ve vzorku ovzduší metodou GC-MS

1.A Odběr vzorku ovzduší na polyurethanový filtr pasivního vzorkovače

1.B Extrakce exponovaného filtru extrakcí na automatickém extraktoru

1.C Čištění a frakcionace extraktu kolonovou chromatografií pro stanovení PAHs pomocí GC-MS

Úloha č.1.A: Demonstrace odběru vzorku ovzduší na polyurethanový filtr pasivního vzorkovače

Pomůcky:

- Pasivní vzorkovač
- Předčištěný polyuretanový filtr (8h aceton, 8h dichlormethan), zabalený ve dvou vrstvách alobalu
- Laboratorní rukavice
- Alobal, PE sáček (zip lock)
- Odběrový protokol

Postup práce:

- Uchopte středovou tyč pasivního vzorkovače za zavěšovací hák
- Navlečte dvě bezpečnostní matky, které zakotvují horní část vzorkovače
- Navlečte podložku a svrchní část vzorkovače (nerezová polokoule o průměru 30 cm)
- Následuje podložka matička a delší nerezová trubička
- Nyní je možné umístit na středovou tyč předčištěný polyuretanový filtr s vloženým nerezovým středem
- Pokračujte s navlékáním v pořadí podložka, kratší nerezová trubička, matička, podložka, menší nerezová polokoule, podložka a dvě bezpečnostní matičky
- Jako poslední zahákněte do otvoru na středové tyči bezpečnostní háček
- Standardní doba expozice takto sestaveného pasivního vzorkovače je 28 dní

Úloha č. 1.B Extrakce exponovaného filtru automatickou extrakcí na automatickém extraktoru

Pomůcky:

- Automatický extraktor Buchi, baňka s varnými kamínky, extrakční patrona
- Vialka na vzorek o objemu 22 ml, víčka
- Automatická pipeta a Pasteurova pipeta
- Skleněná trubička

Chemikálie:

- Extrakční rozpouštědlo – dichlormethan (DCM)
- recovery standard D-PAHs (4,0 µg/ml)

Postup práce:

- do tří čtvrtin varné baňky nalijte extrakční rozpouštědlo (DCM) a přidejte 3-4 varné kamínky
- vyjměte exponovaný polyurethanový (PUF) filtr z alobalu do extrakční patrony vložte skleněnou trubičku
- pak vložte filtr a naspikujte 50 µl D-PAHs/vzorek v patroně a umístěte do těla automatického extraktoru
- sestavte extraktor, otevřete proud chladicí vody a zapněte extraktor programem pro extrakci dichlormethanem - č.1 : horká extrakce 40 minut, vyplachování 20 minut)
- po skončení programu vyjměte patronu s filtrem a extrakt odpařte na objem cca 5 ml programem č. 2
- pomocí Pasteurovy pipety převed'te zahuštěný extrakt do předem označené vialky (baňku několikrát vypláchněte malými dávkami dichlormethanu)
- objem roztoku odpařte pod mírným proudem dusíku na objem asi 1 ml
- vialku dobře uzavřete a uložte do lednice do dalšího zpracování

Úloha č. 1.C Čištění a frakcionace extraktu kolonovou chromatografií

Pomůcky:

- Skleněná kolonka
- Vialka na jímání eluátu o objemu 20 ml
- Vialka pro automatický dávkovač kapalinového chromatografu o objemu 2 ml
- Pasteurova pipeta, vyčištěná vata

Chemikálie:

- Aktivovaný silikagel (12h při 150°C)
- Dichlormethan, hexan
- vnitřní standard terfényl (4,0 µg/ml)

Postup práce:

- připravte kolonku k separaci:
 - na dno kolonky vložte smotek vaty

- nad něj nasypete 10 cm vysoký sloupec aktivovaného silikagelu a tyčinkou mírně sklepejte
 - na vrchol sloupce naneste pasturovou pipetou vzorek
- proveďte zvlhčení kolony 15 ml hexanu a poté eluci 20 ml dichlormethanu (frakce obsahující PAHs)
- eluát odpařte pod mírným proudem dusíku na 1 ml
- roztok převed'te do předem označené vialky pro automatický dávkovač GC-MS
- přidejte vnitřní standart terfenyl
- vialku pečlivě uzavřete a uschovejte v lednici až do provedení analýzy