

Vzorkování a základní chemické a biologické analýzy v hodnocení životního prostředí (ENV007)

Manuál k laboratorním úlohám a terénnímu cvičení

Jan Kuta, Roman Prokeš a Marie Smutná

Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta
Brno 2016



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Inovace tohoto předmětu je spolufinancována Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky



Obsah

<i>Organizace a náplň cvičení</i>	3
<i>Terénní cvičení</i>	4
Odběrové protokoly.....	4
Pasivní vzorkování ovzduší pro stanovení persistentní organických polutantů (POPs) – případová studie	5
Vzorkování sedimentu.....	6
Vzorkování půdy	7
Vzorkování fytoplanktonu a měření základních parametrů vody	8
Vzorkování fytoplanktonu:	8
Měření základních parametrů vody:.....	9
<i>Laboratorní cvičení</i>	10
Determinace a kvantifikace fytoplanktonu v přírodním vzorku	10
Úprava vzorků půd (homogenizace, síťování, mletí) pro stanovení celkového obsahu Hg, TC (uhlík), TOC (organických uhlík) a pH půdy.....	11
Stanovení celkového obsahu rtuti ve vzorcích půd metodou atomové absorpční spektrometrie	12
Stanovení pH půdní reakce v suspenzi s deionizovanou vodou a 1M KCl.....	13
Stanovení celkového a organického obsahu uhlíku	14
Stanovení PAHs, PCBs a OCPs ve vzorku volného ovzduší.....	17



Organizace a náplň cvičení

Cílem terénního a laboratorního cvičení je seznámit studenty s celým procesem nákladní se vzorky pro stanovení různých typů environmentálních parametrů. Student by si měl prakticky vyzkoušet úkony související se vzorkováním různých typů matric, úpravu vzorků pro analýzu i finální stanovení vybraných parametrů. Pro tento účel byly jako modelové matrice vybrány **voda** (odběr vzorku vody a stanovení základních fyzikálně chemických parametrů, fixace vzorků a následná determinace a kvantifikace fytoplanktonu), **půda** (odběr vzorku půdy, homogenizace, síťování a mletí vzorků pro následné stanovení pH půdní reakce, stanovení obsahu celkového obsahu rtuti, organického a celkového množství uhlíku), **sediment** (odběr van Venhapperovým drapákem, homogenizace, lyofilizace, síťování a mletí vzorků pro následné stanovení pH půdní reakce, stanovení obsahu celkového obsahu rtuti, organického a celkového množství uhlíku) a **volné ovzduší**, které je součástí samostatné případové studie.

Výuka probíhá ve dvou blocích na konci semestru. V rámci terénní části cvičení jsou nejprve studenti seznámeni s jednotlivými vzorkovacími technikami, kde po zaškolení provedou jednotlivé odběry. Vzorky půdy, sedimentu a vod jsou dále transportovány do laboratoře a zpracovány pro stanovení vybraných parametrů.

Pro úspěšné ukončení předmětu bude od studentů vyžadováno odevzdání protokolů z terénního cvičení a případové studie prostřednictvím aplikace „odevzdárna“ v informačním systému. Protokol bude obsahovat popis lokality, meteorologická data zaznamenaná v průběhu vzorkování, odběrové protokoly a data naměřená v průběhu terénního cvičení. Dále popis jakým způsobem bylo nakládáno se vzorky (úprava vzorků pro stanovení parametrů), jaké parametry a jakými technikami byly stanoveny. Výsledky měření (včetně základní statistiky) budou doplněny o slovní závěr. Protokol ze cvičení musí být odevzdán před vykonání vlastní zkoušky z předmětu.

Poděkování

Autoři by tímto chtěli poděkovat Ondřejovi Mikešovi, Pavlíně Karáskové a Márii Chropeňové z Centra pro výzkum toxických látek v prostředí (RECETOX PŘF MU) za poskytnutí cenných materiálů k některým částem cvičení.



Terénní cvičení

Odběrové protokoly

Studenti si před začátkem cvičení připraví odběrové protokoly pro jednotlivé typy matic, které se v rámci cvičení budou vzorkovat. Jako inspiraci lze použít následující protokol pro pasivní vzorkování ovzduší (obrázek 1).

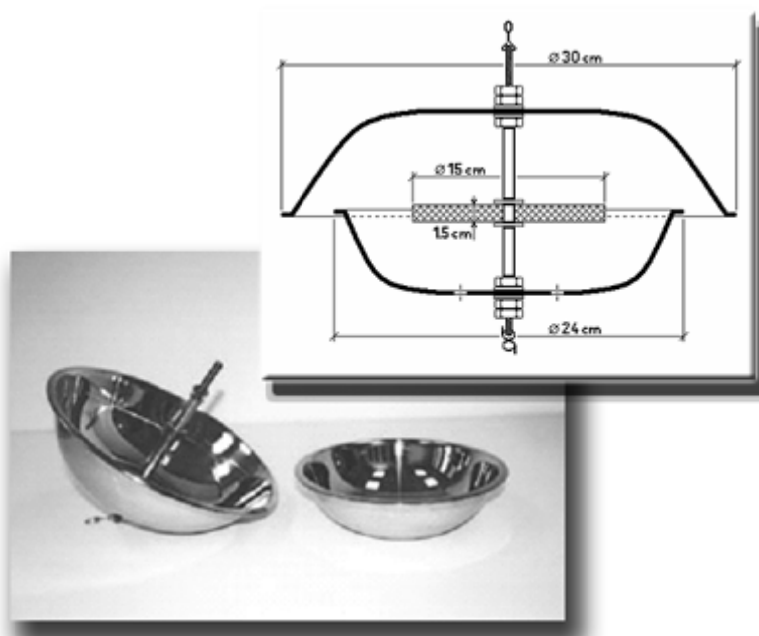
	Centrum pro výzkum toxických látek v prostředí		
Kamenice 126/3, 625 00 Brno		www.recetox.muni.cz	
<u>ODBĚROVÝ PROTOKOL</u>			
Odběrové číslo vzorku: /			
Číslo vzorku: _____	Typ vzorku: volné ovzduší (A)		
Lokalita: _____			
Požadovaná analýza: _____			
Příprava filtrů PUF			
Způsob čištění: _____	ve 2 vlnách křemíkové fólie a PE sáčku v mrazicím boxu (-18 °C), max. 3 měsíce		
Datum čištění: _____			
Skladování filtrů: _____			
Odběr vzorku	PASIVNÍ VZORKOVAČ		
Začátek odběru	Konec odběru		
Datum: _____	Datum: _____		
Čas: _____	Čas: _____		
Délka odběru: _____	(ve dnech)		
Popis lokality: počítačová učebna 4.patro			
Poloha lokality: _____	N (s.š.) _____	E (v.d.) _____	
	m n.m.		
Možné ovlivnění odběru: _____			
Meteorologické podmínky v průběhu odběru:			
Průměrné denní teploty: _____			°C
Počet dnů se srážkami: _____			
Počet dnů s inverzním charakterem počasí: _____			
(pokud nejsou známy přesné údaje uveďte odhad)			
Transport vzorků do laboratoří			
Datum přepravy: _____	ve 2 vlnách křemíkové fólie a PE sáčku v chlazeném boxu (5 °C) v den ukončení odběru		
Operátor: _____			
Za správnost odběru odpovídá: _____			

Obrázek 1: Odběrový protokol



Pasivní vzorkování ovzduší pro stanovení persistentní organických polutantů (POPs) – případová studie

Pro pasivní vzorkování ovzduší jsou použity disky z polyuretanové pěny (PUF disk). Před samotným vzorkováním je potřeba filtry vyčistit 8 hodinovou extrakcí v acetonu a následně 8 hodinovou extrakcí v dichlormethanu pro stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků (PAHs), polychlorovaných bifenylů (PCBs) a organochlorových pesticidů (OCPs). Po vyčištění a vysušení jsou disky zabaleny do dvou vrstev hliníkové fólie, popsány, uzavřeny do zip-lock sáčků a uchovány v mrazicím boxu při teplotě -18°C . PUF disky jsou na lokalitu a z lokality transportovány v přepravní ledničce. Po příjezdu na vzorkovací lokalitu je potřeba sestavit pasivní vzorkovač, který se skládá ze dvou nerezových misek, středové hřídele a sady podložek a maticek (obrázek 2).



Obrázek 2: Pasivní vzorkovač ovzduší

Standardní doba vzorkování pro většinu polutantů je po 28 dní. Po ukončení vzorkování je PUF disk vyjmut ze vzorkovače, zabalen do dvou vrstev alobalu, popsán odběrových číslem, uzavřen do zip-lock sáčků a v transportním boxu přepraven do laboratoře ke zpracování. Pokud není vzorek ihned zpracováván, uchovává se v mrazicím boxu při teplotě -18°C .



Vzorkování sedimentu

Vzorkování sedimentu proběhne z loďky pomocí vzorkovače typu van Veenhapperova drapáku (obrázek 4). Drapák je vyroben z inertní nerezové oceli. Vzorek bude odebrán ze středu vodního tělesa. Odebrána bude svrchní vrstva sedimentu o tloušťce přibližně 10 cm. Po odběru je vzorek zhomogenizován míchadlem, umístěn do označené vzorkovnice a transportován v přepravní ledničce do laboratoře ke zpracování.



Obrázek 3: Drapák pro vzorkování sedimentu



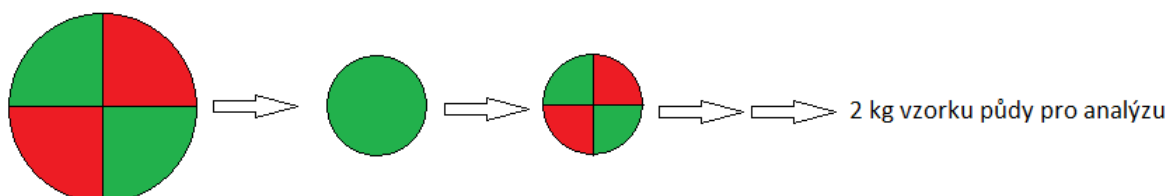
Vzorkování půdy

Před samotným vzorkováním půdy je potřeba pro odběr reprezentativního vzorku navrhnout vzorkovací síť. Návrh vzorkovací sítě je na každém studentovi. Pro inspiraci na obrázku 4 je znázorněn jeden z běžných způsobů, jak odebrat reprezentativní vzorek půdy z daného místa. Vzorkuje se z rohů a ze středu pomyslného čtverce vzorkovací sítě.



Obrázek 4: Vzorkovací síť pro odběr vzorků půd

Před samotným odběrem je potřeba odstranit porost, který na místě roste. Vzorkuje se svrchní horizont - obvykle 10-15 cm půdy. Po odebrání půdy ze všech bodů vzorkovací sítě se odeberou větší části jako například větve, či kořeny rostlin. Následně se půda homogenizuje, utvoří se kruhová hromada (obrázek 5) a pomocí kvartace se dojde ke konečnému množství vzorku. V našem případě je cílová hmotnost 2 kg. Odebraná půda bude transportována do laboratoře pro následnou úpravu vzorků (sušení, sítování a mletí) a analýzy (stanovení pH půdní reakce, stanovení obsahu Hg, TC a TOC).



Obrázek 5: Kvartace vzorku půdy



Vzorkování fytoplanktonu a měření základních parametrů vody

Vzorkování fytoplanktonu:

- 1. Fixovaný vzorek volné vody pro taxonomický rozbor:** do 50ml centrifugační zkumavky odebereme dva vzorky vody mimo hlavní naplaveninu vodního květu (cca 10 cm pod vodní hladinou). Jeden vzorek zakonzervujeme Lugolovým roztokem (čajová hnědá barva). Druhý necháme samostatně.
- 2. Vzorek biomasy:** Vzorkování fytoplanktonu je prováděno ze břehu pomocí planktonní sítky s kalibrovanými póry o velikosti 20 μm (obrázek 6).

Planktonní sítku je nutné před vzorkováním vypláchnout vzorkovanou vodou, což se provede vypláchnutím vzorkovanou vodou při otevřeném kohoutu. Po vypláchnutí se přejde k samotnému vzorkování. Kohout na sítkce se uzavře, sítkka se vhodí do vody a přitáhne zpět pomocí provázku. Podle množství vodního květu můžeme hod několikrát opakovat. Biomasa je zahušťována mírným tlakem přes planktonní sítku – vytlačení přebytečné vody. Zahuštěnou biomasu pomocí kohoutu vypustíme do zkumavky. Zafixujeme formaldehydem (výsledná koncentrace formaldehydu v roztoku bude 1,5-2%).

Odebrané vzorky jsou poté transportovány do laboratoře pro určení a kvantifikaci fytoplanktonu.



Obrázek 6: odběr zooplanktonu a fytoplanktonu pomocí planktonní sítky



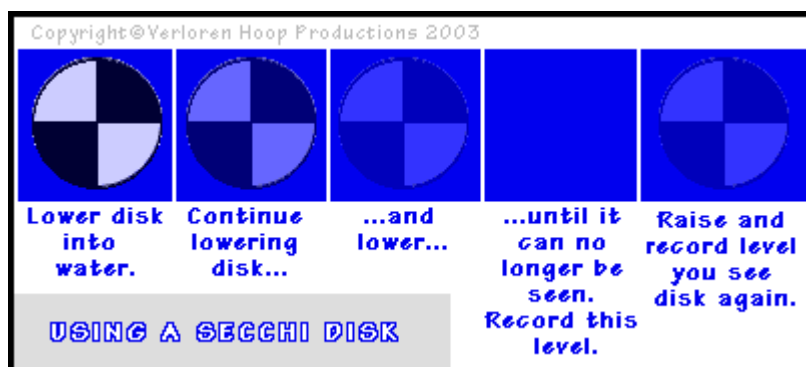
Měření základních parametrů vody:

Pro měření základních parametrů vody jako je teplota, vodivost, pH, obsah kyslíku či nasycení kyslíkem bude použita sada iontově selektivních elektrod a senzorů. Pro práci v terénu se používají speciální sady s úchyty pro jednotlivé senzory, elektrody a kalibrační roztoky, aby transport techniky byl co nejjednodušší s minimálním rizikem poškození přístrojů (obrázek 7). Při měření základních parametrů se začne stanovením obsahu kyslíku, neboť koncentrace kyslíku se v čase výrazně mění. Následuje měření pH, teploty a konduktivity.

Stanovení průhlednosti se provede pomocí Secchiho disku dle obrázku 8.



Obrázek 7: Souprava pro měření základních parametrů vzorků vod



Obrázek 8: Stanovení průhlednosti pomocí Secchiho disku.



Laboratorní cvičení

Determinace a kvantifikace fytoplanktonu v přírodním vzorku

Taxonomická determinace fytoplanktonu (dominantních druhů) pomocí určovacího klíče, mikroskopického pozorování a přístroje Flow cam.

Literatura: Hindák F. et al. (1975): Klíč na určovanie výtrusných rastlín - SPN Bratislava

Kvantifikace biomasy pomocí mikroskopického počítání na Bürkrově komůrce:

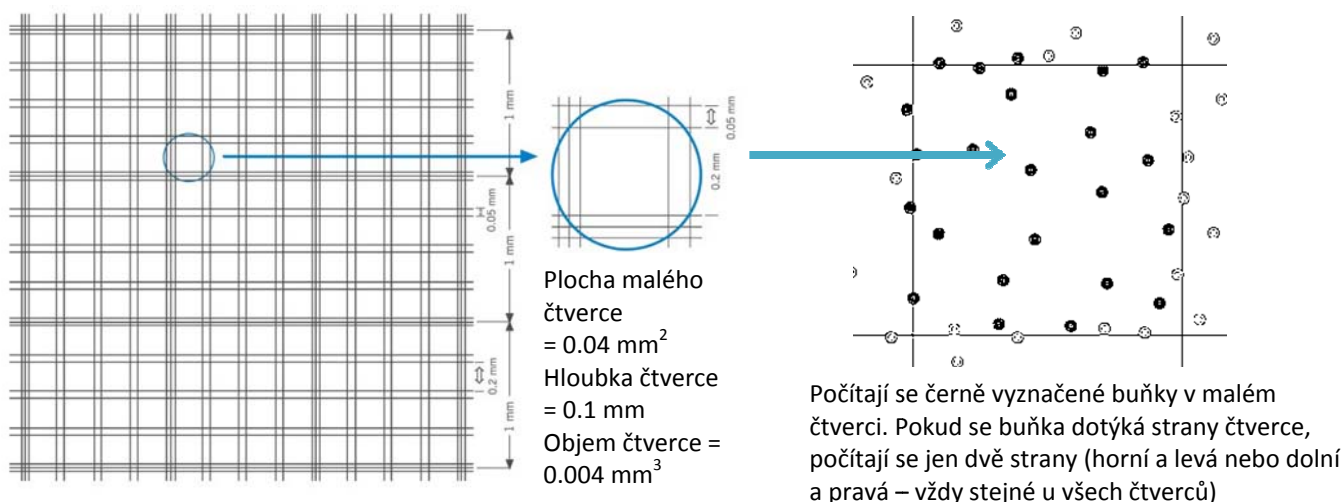


Obrázek 9: Bürkrova komůrka

Na Bürkrovu komůrku opatrně svorkami umístíme krycí sklíčko. Krycí sklíčko by mělo být svorkami uchyceno dostatečně pevně (duhové okraje skla kolem svorek). Na hranu uchyceného skla přiložíme pipetu obsahující 10 μl vzorku a lehce pouštíme, aby celá počítací plocha byla pokryta vzorkem.

Bürkrova komůrka (Obr. 10) se skládá z 9 velkých čtverců (trojitě ohraničení). Každý z velkých čtverců obsahuje 16 malých čtverců (dvojitá čára). V našem případě budeme počítat 10 malých čtverců a vypočítáme průměrný počet buněk na jeden čtverec. Pro výpočet počtu buněk v jednom mililitru použijeme výpočet

(Průměrný počet buněk na jeden čtverec/ objem čtverce) * 1000



Obrázek 10: Počítání buněk



Úprava vzorků půd (homogenizace, sítování, mletí) pro stanovení celkového obsahu Hg, TC (uhlík), TOC (organických uhlík) a pH půdy

Aplikace na matrice

Úprava se aplikuje na vzorky silikátové matrice (horniny, minerály, půdy, sedimenty, písky apod.). Jsou-li vzorky mokré, vlhké či pastovité konzistence, aplikuje se sušení. Vzorky se zrnem větším než 2 mm se drtí, homogenizují a síťují. Pro analýzy, které vyžadují práci s mletým vzorkem, se vzorek mele.

Rušivé vlivy a omezení

Je třeba dbát na zabránění křížové kontaminace vzorků přes znečištěné nástroje (především mlýn a mlecí koule).

Použité pomůcky:

Homogenizace: Třecí miska s tloučkem, případně jiný nástroj na homogenizaci a zmenšení velikosti zrna

Sítování: Síto s velikostí oka 2 mm.

Mletí: Kulový mlýn planetový Pulverisette, mlecí nádoby a mlecí koule z karbidu wolframu nebo oxidu zirkoničitého.

Pracovní postup:

Homogenizace

Vzorky se zrnem větším než 2 mm (sedimenty, půdy) homogenizujeme rozetřením v třecí misce. Vzorek sedimentu či půdy zároveň zbavíme větších kusů organických materiálů (dřevo, zbytky rostlin a živočichů) a velkých kamenů.

Sítování

Vzorek půdy či sedimentu upravíme přesítováním přes síto s velikostí oka 2 mm. Větší hrudky rozmělníme tak, aby prošly sítím. Vzorek po sítování důkladně promícháme. Takto upravený vzorek použijeme pro přípravu výluhů (KCl, voda) a dále pro mletí na stanovení Hg, TC (celkový uhlík) a TOC (celkový organický uhlík).

Mletí

Potřebné množství vzorku (cca polovinu mlecí nádoby) umístíme do čisté mlecí nádoby a spolu s mlecími koulemi upevníme do držáku. Další postup dle návodu k mlýnu. Po mletí musí být vzorek bez hrubých částic znatelných při tření mezi prsty. V opačném případě prodloužíme dobu mletí či upravíme otáčky / frekvenci mletí. Přesítování mletého vzorku není přípustné vzhledem k možnosti ovlivnění složení vzorku separací tvrdších / větších součástí. Vzorky pro stanovení rtuti a TOC umístíme do PE sáčku a uchováváme při laboratorní teplotě (min 2g). V případě hygroskopických preparátů uchováváme v exsikátoru nad silikagelem.



Stanovení celkového obsahu rtuti ve vzorcích půd metodou atomové absorpční spektrometrie

Princip stanovení

Rtuť ve vzorku je stanovena metodou atomové absorpční spektrometrie (AAS) s dávkováním pevných vzorků pomocí přístroje AMA254 (Altec s.r.o, česká republika). Metoda nevyžaduje extrakci Hg ze vzorku půd, pouze je potřeba zabezpečit homogenitu vzorku na úrovni navážek kolem 100 mg.

Vzorek půdy je navážen na Ni lodičku a vložen do spalovací pece přístroje. Nejprve dochází k sušení vzorku a poté k postupnému spálení při 900 °C v proudu kyslíku a uvolnění par Hg. Uvolněná atomární Hg je dále zachycována na pozlaceném písku (amalgamátoru). Po dokončení rozkladu vzorku je krátkým ohřevem amalgamátoru vypuzena veškerá rtuť do absorpční kyvety, kde je zaznamenána absorbance par rtuti při vlnové délce 254 nm. Přístroj dosahuje meze detekce 0,003 ng s horní hranicí pracovního rozsahu 200 ng Hg. Při navážce 100 mg vzorku tyto hodnoty činí 0,00003 a 2 mg/kg. U nekontaminovaných vzorků půd se pohybuje celkový obsah rtuti obvykle v setinách a desetínách mg Hg na kg půdy.

Postup stanovení

- Otevřeme přívod kyslíku, zapneme přístroj AMA254 (červené tlačítko) a zapneme ovládací PC. Po naběhnutí systému spustíme program AMA254 a vyčkáme přibližně 20 min pro dosažení požadované teploty ve spalovací peci.
- Vyčištění systému – ikona „L“ – otevření panelu Clean – spuštění analýzy s parametry 60/150/45 (doba sušení/termického rozkladu/čekání). Pro analýzu dávkujeme 100 µl deionizované vody. Analýzu je třeba opakovat do dosažení konstantní hodnoty absorbance.
- Nastavení slepého pokusu – ikona „B“ – otevření panelu Blank – (20/180/45), spustit tlačítkem „start“, po vysunutí lodičky vyčkat asi 20 s, než lodičku stiskem „Continue (Insert)“ zasuneme zpět.
- Ověření správnosti měření – ikona „A“ – panel Analysis – parametry analýzy: 20/180/45. Dávkujeme 100 mg dvou vzorků půd (č. 1125 a 1129), pro správnosti měření v 1. i 2. kalibračním rozsahu. Tyto vzorky jsou naše interní QC standardy a výsledek analýzy by se neměl lišit o více jak 10% od průměrné hodnoty předchozích měření.
- Vyčistíme systém nadávkováním 100 µl neionizované vody s parametry analýzy jako v bodě č. 2 (stačí jednou).
- Vlastní analýza vzorku půd - ikona „A“ – panel Analysis – parametry analýzy: 20/180/45. Dávkujeme přibližně 100 mg. Analýzu opakujeme 3x, spočítáme průměr, směrodatnou odchylku a relativní směrodatnou odchylku.
- Vyčistíme systém nadávkováním 100 µl neionizované vody.



Stanovení pH půdní reakce v suspenzi s deionizovanou vodou a 1M KCl

Princip stanovení

Půdní reakce je jedním z hlavních ukazatelů stavu chemických vlastností půdy. Půdní pH lze měřit přímo na místě v terénu pomocí kontaktních elektrod nebo případně v laboratoři pomocí skleněných pH elektrod v suspenzi půdy s příslušným činidlem. V případě suspenze půdy s deionizovanou vodou předpokládáme, že naměřené pH odpovídá aktuální hodnotě pH půdní vody. V případě 1M roztoku KCl mluvíme tzv. výměnném pH. Oxoniové (vodíkové) kationty mohou být sorbovány na povrchu některých minerálů a při extrakci pomocí KCl dochází k jejich výměně za ionty K^+ .

Pomůcky

- 15 ml polypropylenové centrifugační zkumavky s víčky
- Třepačka, pH metr, roztoky pufrů pH 4, 7
- Deionizovaná voda
- Roztok chloridu draselného 1 mol/l - 74,5 g KCl v 1 litru

Postup stanovení

- Do šesti zkumavek o objemu 15 ml přidáme půdu o objemu 2 ml
- Přidáme 10 ml deionizované vody či roztoku KCl
- Zkumavky necháme třepat na třepačce 5 minut při otáčkách 150 rpm.
- Následně suspenze necháme stát nejméně 2 hodiny, nejdéle 24 hodin.
- Provedeme kalibraci pH metru pomocí roztoků pufrů o hodnotě pH 4 a 7
- Změříme hodnotu pH pro vodný výluh a roztok KCl ve všech zkumavkách, spočítáme průměr, směrodatnou odchylku a relativní směrodatnou odchylku.



Stanovení celkového a organického obsahu uhlíku

Princip stanovení

Homogenizovaný (mletý) vzorek o definované váze je zabalen v cínové kapsli a dávkován pomocí automatického carouselu do reaktoru, který je vyhříván na 950°C v proudu kyslíku. Spalováním vzorku vznikají různé oxidy, které jsou dále vedeny přes systém katalyzátorů a odlučovačů halogenů a vody až do infračerveného detektoru selektivního pro CO₂. Detektor je kalibrován pomocí vzorků o známém obsahu uhlíku (standardní půdy apod.). Tímto postupem stanovíme tzv. celkový obsah uhlíku (TC). Pokud je vzorek před analýzou upraven kyselinou chlorovodíkovou (odstranění uhličitánů vznikem CO₂), výsledná detekce uhlíku je pouze příspěvkem organického uhlíku (TOC).

Spuštění stroje

Otevřeme přívod kyslíku a zapneme přístroj. Po otevření programu se zobrazí hlavní okno, ze kterého se ovládá celý stroj. Dolní zelený panel zobrazuje všechny potřebné parametry, které se kontrolují před samotnou analýzou. Detektor by měl vykazovat konstantní nízkou odezvu, teplota reaktoru musí stoupnout na 950°C, jinak není možné začít analýzu. Průtok plynu by měl být stálý kolem 200 ml/min. Pokud je průtok nestálý, signalizuje to netěsnost systému (praskliny na reaktoru, neuchycené spoje apod.).



Příprava pevného vzorku

Vzorek musí být dobře homogenizovaný a vysušený. Navážka vzorku je dostatečná mezi 10 - 60mg. Na větší navážky je potřeba použít větší než běžně užívané cínové fólie. Na cínové fólie se nesmí sahat rukou (organický uhlík v potu a částech kůže). Vždy užívejte pinzety.

Cínové fólie je potřeba od sebe oddělit. Jedna fólie váží cca 75 mg. Pokud si nejste jisti, zvažte fólii a tím zjistíte, zda je skutečně jen jedna (pokud by vzorek šel do stroje se dvěma fóliemi, mohlo by dojít ke zvýšení spalného tepla a k nežádoucí chybě. Z fólie se na "tvarovači" připraví mistička pomocí širšího konce plastové tyčky. Po navážení vzorku se na "tvarovači" zabalí vzorek do cínové fólie (obrázek 11) a vytlačí se kovovou tyčkou, tím vznikne uzavřená čočka se vzorkem. Je dobré vyzkoušet kompaktnost čočky mírným hozením čočky na bílý papír, kde by byl případně vidět vysypaný podíl vzorku. Takto připravený vzorek dáme na danou pozici carouselu a zapíšeme navážku do tabulky (obrázek 11). Všechny vzorky by se měly měřit 2x.



Obrázek 11: Příprava vzorku pro stanovení TC a TOC

TOC – vzorky pro stanovení TOC a ne TC jsou upraveny kyselinou chlorovodíkovou. Nejprve 35% a poté 1:1. Vždy stačí několik kapek do viditelné reakce s uhlíčitany. Poté se vzorek na půl hodiny vysuší při cca 120°C a takto upravený se analyzuje jako ostatní vzorky. Obsah TIC oproti TOC nebývá příliš významný u půdních vzorků.

Příprava sekvence pro analýzu

Před samotnými vzorky se zařazují, "Run-in" a blanky, popř. standardy. Nejprve pozice 1 a 2 name: RunIn, kde je v těchto pozicích umístěna prázdná čočka (jde o tzv. zvyknutí si stroje na typ vzorku). Pozice 3-4 by měly být také prázdné čočky, ale tentokrát pro výpočet blanku. U Blanku i RunIn se píše váha 1mg. Pro jistotu je vhodné zařadit další vzorek standard a případně přepočítat tzv. daily factor. Na další pozice již píšeme názvy vzorků (nesmějí být použita již definovaná jména: blank, std_soil, RunIn, khp...) a jejich váhy. V pozici method vybereme Solid TC pro všechny vzorky příp. Solid_KHP.



Analýza a export výsledných dat

Po správné kalibraci, vyplnění tabulky vzorků a zkontrolování všech parametrů potřebných k analýze, můžeme nastartovat analýzu pomocí zeleného tlačítka se symbolem I (automatický sampler). Symbol I/O je pro analýzu jednoho vzorku. Průběh analýzy je možné sledovat na pravém grafu. Doba analýzy je cca 8 min. Píky odezvy NDIR detektoru jsou automaticky integrovány a výsledky jsou vyjádřeny v %TC. Příkazem CTRL-E nebo File/Export můžeme exportovat výsledky do formátu mdb nebo xls. Takto exportované výsledky je již možné upravovat.

Ukončení práce

Před vypnutím stroje je vhodné použít tlačítko Sleep now! a počkat než klesnou průtoky na 0 ml/min (odvzdušení systému). Poté můžeme zavřít program, zavřít hlavní ventil kyslíkové bomby a vypnou hlavním vypínačem stroj.



Stanovení PAHs, PCBs a OCPs ve vzorku volného ovzduší

Princip stanovení

Exponované odběrové médium (PUF disk) je obohaceno směsí standardů a extrahováno v dichlormetanu na automatickém extraktoru Büchi Systém B-811 (extrakce 40 min – dolní ohřev 9, horní ohřev 2; prokapávání 20 min, dolní ohřev 9) a extrakt zahuštěn na stejném zařízení (15 min, dolní ohřev 9). Následně je extrakt přečištěn na koloně plněné aktivovaným silikagelem. Eluát obsahující PAHs, PCBs a OCPs je odpařen pod proudem dusíku a převeden do minivialky pro GC stanovení.

Postup stanovení

Extrakce

Přidán extrakční standartu PBC 2K, D-PAHs a (50ul).

Extrakce na automatickém extraktoru Buchi ve 150 ml DCM.

Převedení do vialky, objem upraven na cca 10 ml.

Dělení extraktu v poměru 1:9 PAH : (PCB, OCP) na vahách.

Předčištění

PAHs

Frakcionace na 5 g (po rysku) aktivovaného silikagelu:

1) 10 ml n-C₆

2) 20 ml DCM – jímají se obě frakce, odpařeno na 0,5 ml.

Převod do kónických vialek, 2x výplach hexanem, přidavek 50ul nonanu. Ponechání v digestoři přes noc, nebo redukce pod dusíkem na konečný objem 50 µl.

Přidavek standardu terfenyl na konečný objem 100ul.

PCBs, OCPs

Odpařeno na 1 ml.

Frakcionace na aktivovaném silikagelu modifikovaném kyselinou sírovou: (8g – po rysku) ,eluče 30 ml směsi hexanu/DCM 1:1, odpařeno na cca 0,5 ml.

Převod do kónických vialek, 2x výplach hexanem. Přidavek 50ul nonanu, ponechání v digestoři přes noc, nebo odfoukání na objem 50 µl.

Přidavek standardu 50 µl PCB 121.

Analýza je provedena ve stopové laboratoři LSA pomocí GC/MS.



Centrum pro výzkum
toxických látek
v prostředí



Centrum pro výzkum toxických látek v prostředí, Kamenice 753/5, Pavilon A29, 625 00 Brno