

Environmentální analytická chemie
Analytická chemie životního prostředí

Laboratorní cvičení 2013

1. Stanovení polychlorovaných bifenylnů metodou GC

- 2.A Odběr vzorku půdy a sušení (domácí příprava)
- 2.B Extrakce vzorku půdy ultrazvukem
- 2.C Čištění extraktu kolonovou chromatografií
- 2.D Stanovení PCB plynovou chromatografií
- 2.E Vyhodnocení GC chromatogramu

Úloha č .2.A Odběr vzorku půdy pro stanovení PCBs

Pomůcky:

- Odběrové zařízení : rýč
- PE sáček na uchování vzorku
- Štítek na popis
- Filtrační papír
- Laboratorní rukavice
- Odběrový protokol

Postup práce

- na zvoleném místě se určí vzorkovací síť (4 body ve vrcholech čtverce o straně 5 kroků, pátý v jeho středu)
- v každém z pěti bodů se rýčem vyryje krychle zeminy o hraně rovné šířce rýče, ze které odstraníme svrchní vrstvu vegetace
- ze středu krychle vybereme hranolek o hraně asi 5 cm, který se přenesse na filtrační papír
- po odebrání všech 5 bodů se na filtračním papíře odstraní zbytky travin a kořínků, brouci, žížaly a jiná biota a vzorek se promíchá
- zhruba 500 g zeminy se přesype do PE sáčku
- na sáček umístíme štítek se stručným popisem a číslem vzorku a sáček se pevně uzavře
- zahladí se stopy po odběru
- vyplní se odběrový protokol, kde se uvede:
 - lokalita
 - typ vzorku
 - požadovaná analýza
 - popis odběru
- vzorek se transportuje na místo, kde se vysuší při laboratorní (pokojové) teplotě na zastíněném místě

Úloha č. 2.B Extrakce vzorku půdy ultrazvukem

Pomůcky:

- síto (velikost ok 2 mm)
- ultrazvuková lázeň
- analytické váhy
- automatický extraktor Buchi
- kádinky

Chemikálie:

- hexan, dichlormetan
- standard PCBs (30, 185) o koncentraci 0,2 µg/ml

Postup práce:

- vysušenou půdu přesejte
- připravte ultrazvukovou lázeň
- navažte 20 g půdy a nasypete do kádinky
- pomocí automatické pipety nadávkujte do půdy 50 µl standardu PCB
- ke vzorku půdy nalijte 50 ml směsi 20 % dichlormetanu v hexanu
- extrahujte 3 x 15 minut
- vždy po každém 15-minutovém cyklu extrakce odeberte Pasteurovou pipetou rozpouštědlo do baňky
- extrakt zahustěte na extraktor asi na 5 ml
- pomocí Pasteurovy pipety převed'te zahuštěný extrakt do předem označené vialky a baňku 3x vypláchněte malými dávkami dichlormetanu
- objem roztoku ve vialce odpařte pod mírným proudem dusíku na objem 1 ml
- vialku dobře uzavřete a uložte v ledničce do dalšího zpracování

Úloha č. 2.C Čištění extraktu kolonovou chromatografií

Pomůcky:

- skleněná kolonka
- vialka o objemu 40 ml
- vialka o objemu 2 ml
- Pasteurova pipeta, vata

Chemikálie:

- čištěný aktivovaný silikagel (aktivace 12 hod při 150°C)
- čištěný neaktivovaný silikagel

- silikagel modifikovaný kyselinou sírovou (22 ml koncent. H₂SO₄ + 50 g aktivovaného silikagelu)
- hexan, dichlormetan
- vnitřní standard PCB (121) o koncentraci 0,2 µg/ml

Postup práce:

- k zahuštěnému vzorku přidejte čištěný neaktivovaný silikagel
- připravte kolonku k separaci :
 - na dno kolonky vložte smotek vaty
 - nad něj nasypete asi 1 cm vysoký sloupec čištěného aktivovaného silikagelu a nad tuto vrstvu 5 g čištěného aktivovaného silikagelu modifikovaného kyselinou sírovou, tyčinkou mírně sklepejte
 - na vrchol sloupce naneste vzorek nabalený na silikagel a opět sklepejte
- proveďte eluci 30 ml 50% dichlormetanu v hexanu do 40 ml vialky
- vzorek zahustěte pod mírným proudem dusíku na cca 1 ml
- roztok převed'te do předem označené vialky o objemu 2 ml a doplňte na 1 ml hexanem
- přidejte 50 µl vnitřního standardu PCB 121
- vialku pečlivě uzavřete a uschovejte v ledničce až do provedení analýzy

Úloha č. 2.D,2.E: Stanovení PCB plynovou chromatografií a vyhodnocení GC chromatogramu

Pomůcky:

- Plynový chromatograf s hmotnostní detekcí
- Přečištěný extrakt vzorku v minivialce

Postup při vyhodnocování:

1. Načíst správnou metodu: **Method/Load Method**
2. Načíst vzorky: **File/Load data file**
3. Integrace chromatogramu:
 - a) **Quantitate/Calculate**
 - b) **View/QEdit Quant result**
 - c) Otevřené okno - **Quick Qedit**: integrace každého píku samostatně (levé tlačítko myši – zoom, pravé tlačítko myši – integrace píku),
 - d) Tlačítko **QDel** – zrušení integrace
 - e) Po ukončení integrace: **Exit** – uložit provedené změny **OK**
4. Report: **Quantitate/Custom reports...**
 - a) Control panel:
 - Create new report template – když k metodě není vytvořen požadovaný templát

- Edit Metod report template – templát je předpřipraven

5. Zkopírování výsledků do Excelu