

Stanovení triazinových pesticidů v půdě metodou SFE-GC-NPD

Izolace a prekoncentrace organických polutantů z komplikovaných matric jako je např. hlína, sediment či odpadní kal, je velmi náročná a často i zdoluhavá operace. S využitím moderních vysoko-účinných extrakčních technik je možné tento zdoluhavý krok úpravy a izolace zkrátit na desítky minut.

Superkritická fluidní extrakce využívá jako extrakčního media superkritickou tekutinu oxidu uhličitého. Superkritický CO₂ je nepolární sloučenina a v superkritickém stavu se současně chová jako kapalina i plyn. Kombinují se zde výhody obou skupenství, zejména solvatační vlastnosti rozpouštědel a difuzivita plynů. Pro extrakci polárních sloučenin, jimiž triazinové pesticidy jsou je nutné přidávat modifikátor (methanol, acetonitril aj.), aby bylo možné i tyto polárnější sloučeniny extrahovat s dostatečnou účinností.

Záchyt extrahovaných analytů se provádí přímo expanzí CO₂ do organického rozpouštědla. Je možné použít i záchyt do filmu rozpouštědla a nebo zachycení na pevném sorbetu. Tyto dvě metody záchytu jsou ale podstatně experimentálně náročnější.

Stanovení triazinových pesticidů metodou plynové chromatografie patří v dnešní době mezi rutinní stanovení. V této práci je jako detektor využit NPD detektor, který je citlivý na sloučeniny obsahující atomy dusíku nebo fosforu.

Úkol: Stanovte obsah triazinových pesticidů v předloženém vzorku půdy

Příprava kalibračních roztoků

Ze zásobního roztoku ($w = 80 \mu\text{g/ml}$) připravte pracovní roztok o koncentraci $1,6 \mu\text{g/ml}$ odpipetováním vypočteného množství roztoku do 10 ml odměrné baňky a doplňte acetonem po rysku. Zásobní roztok obsahuje 6 triazinových pesticidů: Simazin, Atrazin, Terbutylazin, Desmetrin, Prometrin, Terbutryn (Eluční pořadí je shodné s výčtem)

Tento roztok použijte pro přípravu kalibračních standardů o koncentracích 0,32; 0,64; 0,80; 0,96 a 1,28 $\mu\text{g/ml}$ do celkového objemu 1 ml.

Do všech kalibračních roztoků přidejte pomocí injekční stříkačky Hamilton 10 μl roztoku interního standardu Amitriptilinu (1mg/ml).

Superkritická fluidní extrakce půdy

Do ocelové patrony navažte 5 g předloženého vzorku hlíny, přidejte 200 μl methanolu jako modifikátoru a patronu uzavřete podle pokynu vedoucího cvičení. Patronu umístěte do extraktoru a zvolte příslušný extrakční program (Tlak: 20 MPa, čas: 30 min, Modifikátor: 200 μl methanolu, Teplota cely: 35 °C, Teplota destruktoru: 100 °C, Teplota záchytu: 30 °C). Záchyt analytů provádíme do 1 ml acetomu. V průběhu extrakce doplňujeme malá množství acetonu, aby ve vialce bylo stále rozpouštědlo a nedocházelo ke ztrátám analytů.

GC-NPD stanovení

Stanovení bude provedeno na plynovém chromatografu HP 5890 Series II s NPD detektorem za následujících podmínek:

Kolona: HP-5 (5%fenyl-95%dimethylpolysiloxan) 30 m x 0,25 mm I.D. x 0,25 μ m

Teplota nástřiku: 250 °C

Nástřik: 1 μ l - metoda splitless 1 min.

Teplotní progr.: 70 °C – 2 min – 30 °C/min – 180 °C – 12 min – 10 °C/min – 250 °C – 5 min

Teplota detektoru: 250 °C

Nosný plyn: Helium (4.8) 1,73 ml/min (150 kPa)

Průtoky plynů pro detektor: Vodík 3,7 ml/min; Dusík 32 ml/min; Vzduch 200 ml/min.

Vyhodnocení výsledků a statistické zpracování

Pro sestrojení kalibračního modelu použijte korigované plochy analytů (plocha analytu / plocha ISTD).

Pomocí programu QC expert sestrojte vhodný kalibrační model, uveďte rovnici regrese, udejte LOD, LOQ a pomocí zpětných odhadů uveďte obsah triazinových pesticidů v předloženém vzorku.

U všech hodnot uvádějte směrodatnou odchylku nebo interval spolehlivosti.