

Spektrofotometrické stanovení léčiv (tetracyklinu) v odpadních vodách

Úkol:

Stanovte obsah tetracyklinu v předloženém vzorku odpadní vody spektrofotometrickou metodou.

Přístroje a pomůcky:

Spektrofotometr – vlnová délka 360 nm, kyvety 1 cm

SPE kolonky Strata C18-E (500 mg, 3 ml)

SPE vakuový manifold

Chemikálie:

0,1M roztok kyseliny citronové

0,2M roztok hydrogenfosforečnanu sodného

Ethylendiamintetraoctová kyselina (EDTA)

Tetracyklin

Kyselina šťavelová (dihydrát)

Metanol

Ultračistá voda

Pracovní postup:

Vzorek odpadní vody (odebraný do skleněné vzorkovnice a skladovaný v ledničce při teplotě 4 °C) nejprve zbavte hrubých nečistot přefiltrováním přes skleněný nebo papírový filtr. Následně pomocí extrakce na pevnou fázi (SPE extrakce) proveďte zakoncentrování cílového analytu.

Postup SPE extrakce:

- 200 ml zfiltrovaného vzorku extrahujte 200 ml McIlvainova pufru po dobu 20 min. v ultrazvukové lázni.
- SPE kolonku promyjte 4 ml čistého metanolu
- Následně naneste 3 ml McIlvainova pufru
- Poté postupně nanášejte 400 ml extrahovaného vzorku (nesmí dojít k vysušení sorbentu)
- Promyjte kolonku 3 ml ultračisté vody
- Prosušte sorbent kolonky krátkým prosátím vzduchu (asi 15 sekund)
- Pro eluci tetracyklinu použijte 10 ml eluční směsi (rychlost eluce 15-20 kapek/min.)

McIlvainův pufr

615,4 ml 0,1M roztoku kyseliny citronové smíchejte s 384,6 ml 0,2M roztoku Na_2HPO_4 , upravte pH na hodnotu 4,0 (pomocí NaOH případně HCl) a poté v této směsi rozpust'ete 37,2 g EDTA.

Eluční směs

Rozpuštěním dihydrátu kyseliny šťavelové v metanolu připravte 200 ml roztoku o koncentraci 20 mmol/l.

Rozpuštěním tetracyklinu v eluční směsi si připravte 100 ml zásobního roztoku o koncentraci 10 mg/l. Ředěním tohoto zásobního roztoku připravte 5 standardních roztoků o koncentraci tetracyklinu 1; 2; 3; 4; 5 mg/l, které následně použijete pro sestavení kalibrace.

U všech pěti kalibračních roztoků a také u vzorku eluovaného z SPE kolonky změřte jejich absorbanci při vlnové délce 360 nm. Z naměřených hodnot absorbance určete množství tetracyklinu obsaženého v předloženém vzorku odpadní vody.