

Izolace PCB a PBDE z vody pomocí SPE



Pomůcky

- automatické pipety se špičkami (100-1000 μ l, 5 ml)
- filtry ze skleněných vláken (typ Z8, 47 mm)
- běžné laboratorní sklo
- SPE kolonky C18, 500 mg/6ml
- příslušenství pro SPE
- injekční stříkačka o objemu 5 ml
- nylonový filtr (13mm, 0,45 μ m)
- skleněné vialky, objem 1ml, víčka

Chemikálie

- destilovaná voda
- isopropanol p.a.
- methanol pro kapalinovou chromatografii
- dichlormethan pro plynovou chromatografii
- inertní plyn – N₂

Přístroje

- filtrační aparatura s vodní vývěvou
- SPE Manifold + sušící nástavec
- rotační vakuová odparka
- plynový chromatograf s detektorem elektronového záchytu (GC/ECD)

Pracovní postup:

- vzorek vody vytemperujeme na laboratorní teplotu a hrubé nečistoty odstraníme pomocí skleněného filtru
- pomocí odměrného válce odměříme 200 ml vzorku vody, ke kterému přidáme 30 ml isopropanolu
- takto upravený vzorek budeme extrahovat pomocí SPE Manifold dle následujícího postupu:

Cizorodé látky v potravinách – Návody na cvičení

Kondicionace kolonky	2x5 ml methanolu
	5 ml směsi destilovaná voda : isoproanol (85:15)
	kolonka se po kondicionaci nesusí
	»odpadní nádobka«
Nanesení a extrakce vzorku	5 ml vzorku vody se kvantitativně převede na kolonku pomocí pipety
	zbytek definovaného množství vody se převede pomocí hadičky
	rychlost průtoku se seřídí na 5-8 ml.min ⁻¹
	»odpadní nádobka«
Promývání kolonky	1 ml směsi destilovaná voda : isoproanol (85:15)
	»odpadní nádobka«
Eluce analytu	2 ml dichlormethanu
	30 vteřin se suší pod dusíkem pomocí sušícího nástavce
	»sběrná nádobka«

- po provedení SPE extrakce eluát odpaříme so sucha pod dusíkem a znovu rozpustíme v 1 ml isoocetanu
- případný zákal vzorku odstraníme pomocí nylonového filtru
- vzorek převedeme do vialky o objemu 1 ml a uzavřeme víčkem
- následuje analytické stanovení pomocí plynového chromatografu (GC/ECD)