

Izolace PCB a PBDE z vodních rostlin pomocí sonikace



Pomůcky

- automatické pipety se špičkami (100-1000 μ l, 5 ml)
- běžné laboratorní sklo
- skleněné kolony pro kolonovou chromatografii o vnitřním průměru 10 mm a délce 450 mm vybavené teflonovým kohoutem a zábrusovým uzávěrem 29/32
- vata odtučněná acetonem
- mixér
- injekční stříkačka o objemu 5 ml
- nylonový filtr (13mm, 0,45 μ m)
- skleněné vialky, objem 1ml, víčka

Chemikálie

- hexan pro reziduální analýzu
- aceton pro plynovou chromatografii
- diethylether p.a., stabilizovaný
- síran sodný bezvodý p.a., žíhaný nejméně 4 hodiny v muflové peci při teplotě 550 °C a po vychlazení následně uchovávaný v tmavé zábrusové lahvi, aktivovaný
- florisil 0,150 - 0,250 mm, sušený cca 12 hodin v sušárně při teplotě 180 °C a následně uchovávaný v exsikátoru, aktivovaný
- silikagel 60, tj. 0,063 - 0,2 mm, sušený cca 12 hodin v sušárně při teplotě 180 °C a následně uchovávaný v exsikátoru, aktivovaný
- Al₂O₃, sušený cca 12 hodin v sušárně při teplotě 180 °C a následně uchovávaný v exsikátoru, aktivovaný
- inertní plyn – N₂

Přístroje

- analytické váhy s váživostí na 5 desetinných míst
- sušárna
- ultrazvuková lázeň
- rotační vakuová odparka
- plynový chromatograf s detektorem elektronového záchytu (GC/ECD)



Pracovní postup:

a) sonikace

- vzorky vodních rostlin vysušíme při 80 °C do konstantní hmotnosti
- vysušený vzorek zhomogenizujeme pomocí mixéru
- na analytických vahách odvážíme s přesností na 5 desetinných míst 10 g vzorku do 250 ml odměrné baňky
- do baňky přidáme 60 ml směsi hexan : aceton (3:2)
- baňku se vzorkem a směsí rozpouštědel sonikujeme v ultrazvukové lázni 3x20 min. bez zvýšené teploty
- mezi každým krokem extrakce slijeme z baňky kapalný podíl, který vždy zfiltrujeme přes nálevku se síranem sodným
- spojené výtřepky zahustíme na rotační vakuové odparce na objem cca 2 ml

b) odstranění balastních látek – kolonová chromatografie

- do skleněné kolony nejdříve zavedeme odtučněnou vatu, přidáme 1 cm vrstvu síranu sodného a přilijeme cca 40 ml hexanu
- kolonu připravíme vrstvením jednotlivých aktivovaných sorbentů po cca 1 cm vrstvičkách v následujícím pořadí: 10 cm florisilu, 10 cm oxidu hlinitého, 1 cm síranu sodného
- přebytečné rozpouštědlo odпустíme do odpadní nádoby a nastavíme průtok 6 kapek/min.
- extrakt rostlin kvantitativně převedeme na kolonu, kterou po vsáknutí extraktu do sorbentů promýváme 90 ml směsi hexan : diethylether (94:6)
- získaný eluát odpaříme 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)

Toto cvičení bylo financováno za přispění projektu FRVŠ č. 1242/2012/G4.