

Pracovní protokol VI.

Stanovení Polycyklických Aromatických Uhlovodíků ve vodách a sedimentech metodou SFE-GC/MS

Potřeby: hrabáková sonda, vzorkovací láhve, síta, přístroj pro superkritickou fluidní extrakci Lizard 2001 (SEKO-K, Brno, Česká republika) (a), vialky, teflonová septa, plynový chromatograf HP 6890 s hmotnostním detektorem MSD 5973N a autosamplerem HP 7683 (Agilent, Palo Alto, USA), knihovna hmotnostních spekter NIST 02 (USA), kapilární kolona, technické a laboratorní plyny (oxid uhličitý, dusík, hélium), toluen



Postup: **Odběr vzorku** provedeme podle metodiky ZVHS (Zemědělská Vodohospodářská Správa) za pomoci tzv. hrabákové sondy. Odebereme povrchovou část sedimentu do hloubky 15 cm. Po odběru odstraníme hrubé částice, jako jsou větve, kameny, listí. Následně odebraný materiál zhomogenizujeme a odebereme adekvátní podíl odebraného vzorku (cca 3 kg). Odebraný materiál necháme po dobu 14 dnů sušit za laboratorní teploty, provedeme síťování na frakci 0 – 2 mm a následně kvartaci vzorku podle pokynů vedoucího cvičení.

Dále provedeme **izolaci analytů**. Pro izolaci použijeme přístroj pro superkritickou fluidní extrakci Lizard 2001 (SEKO-K, Brno, Česká republika). Jako extrakční plyn použijeme oxid uhličitý (4.8, SIAD, Bergamo, Itálie), jako chladící medium oxid uhličitý (potravinářský E290, SIAD, Bergamo, Itálie) a dusík (4.7, SIAD, Bergamo, Itálie). Do ocelové patrony navážíme 5 až 20 g připraveného vzorku sedimentu, přidáme 100 μ l methanolu jako modifikátoru, patronu uzavřeme a dále pokračujeme podle pokynů vedoucího cvičení při nastavení všech parametrů. Patronu umístíme do extraktoru a zvolíme příslušný extrakční program (tlak: 15 MPa, čas: 30 min, teplota cely: 35 $^{\circ}$ C, teplota destruktoru: 100 $^{\circ}$ C, teplota záchytu: 30 $^{\circ}$ C). Záchyt analytů

provádíme do 1 ml toluenu. V průběhu extrakce doplňujeme malá množství toluenu, aby ve vialce bylo stále rozpouštědlo a nedocházelo ke ztrátám analytů.

Pokračujeme **GC-MS analýzou extraktu**. Vialku s extraktem vzorku po ukončení extrakce uzavřeme víčkem s teflonovým septem. Za pomoci vedoucího cvičení umístíme vialku do zásobníku autosampleru a podle jeho pokynů vybereme přístrojovou metodu pro analýzu extraktů sedimentů (viz. níže).

Pro GC-MS analýzu použijeme plynový chromatograf HP 6890 s hmotnostním detektorem MSD 5973 N a autosamplerem HP 7683 (Agilent, Palo Alto, USA), knihovna hmotnostních spekter NIST 02 (USA). Analýzu provedeme na kapilární koloně s nepolární stacionární fází 30m x 0,25 mm I.D. x 0,25 μ m (5% difenyl-95% polydimethylsiloxan). Jako nosný plyn používáme helium (4.8, SIAD, Bergamo, Itálie), 0,9 ml/min. Dávkujeme 1 μ l vzorku s dávkovacím pulsem 140 kPa po dobu 0,4 min (pulsní splitless). Teplota nástřiku 280 $^{\circ}$ C, teplotní program 80 $^{\circ}$ C – 1 min – 20 $^{\circ}$ C/min – 130 $^{\circ}$ C – 5 $^{\circ}$ C/min – 320 $^{\circ}$ C – 5 min. Teplota kapiláry spojující GC s MS: 280 $^{\circ}$ C. Pro sběr MS dat použijeme selektivní monitoring iontů (SIM).

Výsledek: Po provedení analýzy metodou GC/MS bude za pomoci vedoucího cvičení provedeno vyhodnocení pomocí programového balíku MSD ChemStation a předem připravených kalibračních závislostí a vyhodnocovacího softwaru, který je součástí MSD ChemStation. Vyhodnocený obsah 16 stanovovaných analytů bude následně přepočten na obsah jednotlivých složek ve vzorku sedimentu a to v μ g/kg a srovnán s limitními hodnotami pro daný typ vzorku.