

Environmentální analytická chemie
Analytická chemie životního prostředí

Laboratorní cvičení 2013

3. úloha: Stanovení BFR ve vzorku domácího prachu

Pomůcky:

- vzorek domácího prachu z vysavače
- jednorázové extrakční patrony
- předčištěná vata

Extrakce vzorku prachu automatizovanou Soxhletovou extrakcí, zkoncentrování extraktu

Pomůcky:

- automatický extraktor Büchi B-811
- extrakční nádobka
- teflonové varné úštipky
- vialky EPA 20 ml, EPA 40 ml,
- jednorázové skleněné Pasteurovy pipety
- předvážky
- ochranné pracovní prostředky – rukavice, brýle, plášť

Chemikálie:

- dichlormetan

Postup práce:

- vzorek domácího prachu (cca 1 g) navažte do jednorázové extrakční patrony
- v patroně vzorek přikryjte kouskem předextrahované vaty a zatižte malou skleněnou zátkou
- do extrakční nádobky nalijte rozpouštědlo (dichlormethan), cca 150 ml, přidejte teflonový varný úštipek
- extrahujte programem č. 1 (40 minut horký Soxhlet, 20 minut prokapávání rozpouštědlem)
- po ukončení extrakce zkoncentrujte vzorek programem č. 2 na objem menší než 10 ml

- převed'te vzorek do vialky 20 ml, původní extrakční nádobku promyjte pár ml dichlormethanu a přidejte k extraktu ve vialce (min. 2x)
- odpařte extrakt pod proudem dusíku na objem cca 1-2 ml

Čištění extraktu kolonovou chromatografií

Pomůcky:

- skleněná kolonka, vnitřní průměr 1 cm
- vialka o objemu 40 ml
- Pasteurova pipeta, vata
- 1,8 ml, skleněný insert 250 μ l

Chemikálie:

- čištěný aktivovaný silikagel (aktivace 12 hod při 150°C)
- čištěný neaktivovaný silikagel
- silikagel modifikovaný kyselinou sírovou (22 ml koncent. H_2SO_4 + 50 g aktivovaného silikagelu)
- silikagel modifikovaný KOH, bude připravený předem (rozpusťte 56 g KOH v 300 ml methanolu v baňce s plochým dnem o objemu 750-500 ml, přidejte míchací tyčinku a na magnetické míchačce míchejte 1-2 hod při 60-70°C, dekantujte, propláchněte 2x 100 ml methanolu, 1x 100 ml dichlormethanu, usušte v digestoři, rozprostřené na Al folii, poté aktivujte při 200°C po 8 hod)
- hexan, dichlormetan

Postup práce:

- připravte kolonku k separaci :
 - na dno kolonky vložte smotek vaty
 - nad něj nasypete asi 1 cm vysoký sloupec čištěného aktivovaného silikagelu a nad tuto vrstvu 2 g KOH silikagelu, poté vrstvu 1 cm aktivovaného silikagelu a na něj vrstvu 3 g čištěného aktivovaného silikagelu modifikovaného kyselinou sírovou, tyčinkou mírně sklepejte
 - na vrchol sloupce nasypete 1-2 cm vrstvu neaktivovaného silikagelu a opět sklepejte
- aplikujte vzorek na kolonu, promyjte původní vialku alespoň 2x 1 ml dichlormethanu, přidejte ke vzorku v koloně
- proved'te eluci 40 ml 50% dichlormetanu v hexanu do 40 ml vialky
- vzorek zahustěte pod mírným proudem dusíku na cca 100 μ l

- vzorek převedte do předem označené vialky s insertem o objemu 250 μ l, odpařte na finální objem 40 μ l
- přidejte 10 μ l vnitřního standardu 13C BDE
- vialku pečlivě uzavřete a uschovejte v ledničce až do provedení analýzy

Stanovení BFR plynovou chromatografií a vyhodnocení GC chromatogramu

Pomůcky:

- Plynový chromatograf s vysokorozlišovací hmotnostní detekcí
- Přechištěný extrakt vzorku v minivialce