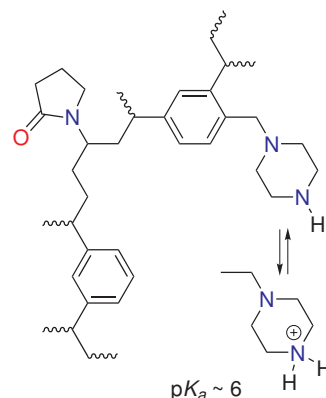


# Standární operační postup: SOP-AL-051

## Název dokumentu: Extrakce vzorků vody pro analýzu polárních perfluorovaných látek

### 1. Shrnutí metody:

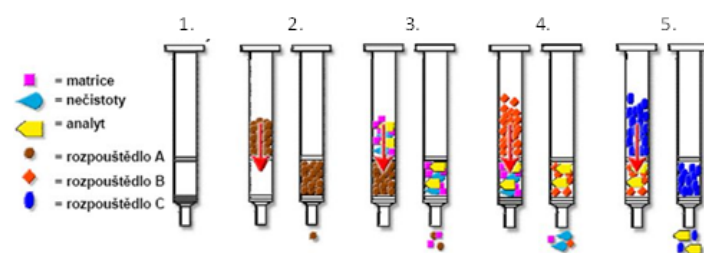
Polární perfluorované látky jsou extrahovány z vody pomocí extrakce na pevné fázi (SPE). K extrakci jsou využívány kolony naplněné sorbentem, který má jak reverzní (nepolární) fázi, tak je slabým anexem. Tento sorbent musí být vodou smáčitelný, což je nejlépe zajištěno u styren-divinylbenzenového polymeru (obrázek 1). Takový sorbent je obecně využíván k sorpci silných kyselin a jejich desorpci do organických rozpouštědel. Jedním z příkladů takových sorbentů je Oasis WAX (Waters, USA).



### 2. Aplikovatelnost metody

Uvedený standardní operační postup obsahuje extrakční metodu pro separaci a prekoncentraci polárních perfluorovaných látek pomocí extrakce na pevné fázi (SPE). Metodu lze aplikovat na vzorky povrchových vod, a to jak stojatých, tak i říčních, na mořské vody i vody průmyslové (po předchozím naředění). V závislosti na objemu vzorku a velikosti SPE kolony lze vzorky zakoncentrovat až  $1000 \times$  a tím dosáhnout snížení limitů detekce následné analytické metody. Obecné schéma SPE metody je uvedeno na obrázku 2.

**Obr. 1:** Struktura sorbentu Oasis WAX s přibližnou hodnotou disociační konstanty ( $pK_a$ )



**Obr. 2:** Obecné pěti krokové schéma extrakce na pevné fázi: 1. výběr kolony; 2. kondicionace; 3. dávkování vzorku; 4. promytí kolony a 5. extrakce cílových analytů

### 3. Chemikálie

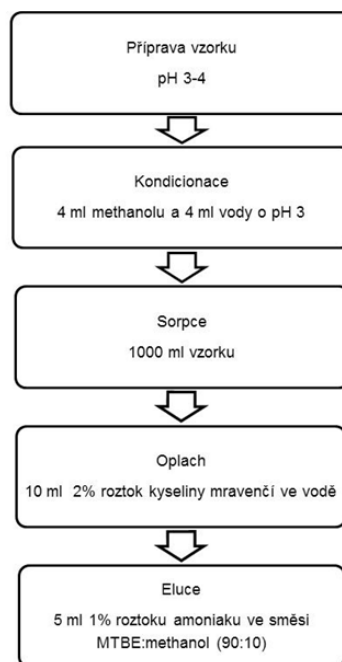
Zásobní roztoky extrakčních standardů (MPFOA a MPFOS) o koncentraci 80 ng/ml, kyselina mravenčí (p.a.), methanol (HPLC grade), methyl(*tert*-butyl)ether (p.a.), roztok amoniaku (25%), redestilovaná voda.

### 4. Zařízení

Extraktor pro extrakci na pevné fázi pracující za sníženého tlaku, kolony pro extrakci na pevné fázi (např. Oasis WAX), plastové vialky, skleněné filtry.

## 5. Pracovní postup

Vzorky vody byly až do vlastní analýzy skladovány při teplotě 4 °C. Před extrakcí byly nejprve přefiltrovány přes skleněný filtr a byl odměřen přesně 1 litr vzorku. Vzorek byl upraven přidáním kyselina mravenčí tak, aby jeho pH bylo 3–4 a byl obohacen extrakčními standardy MPFOA a MPFOS tak, aby jejich výsledná koncentrace v extraktu byla 4 ng/ml. Extrakce byla provedena s využitím kolonek Oasis WAX (500 mg) dle postupu (obrázek 3). Kondicionace (obrázek 2) probíhala dvoukrokově. V prvním kroku byla kolona aktivována methanolem, ve druhém kroku byla připravena na aplikaci vzorku redestilovanou vodou o pH 3. Vzorek byl aplikován nejprve bez použití vakua. Po stabilizaci průtoku, byl vakuum nastaveno tak, aby vzorek prokapával rychlostí cca kapka za vteřinu. Po aplikaci vzorku byla kolona propláchnuta 10 ml vody s přidavkem kyseliny mravenčí, čímž byly z kolonky vymyty přebytečné ionty. Pro eluci cílových analytů byla využita směs methanolu s methyl(*tert*-butyl)etherem obohacená 1% amoniaku. Po eluci byl roztok zakoncentrován a převeden do mobilní fáze o finálním objemu 1 ml. Poté byl vzorek analyzován s použitím vysokoúčinné kapalinové chromatografie s hmotnostní detekcí.



**Obř. 3:** Postup extrakce na pevné fázi (SPE) pro stanovení perfluorovaných látek ve vzorcích vod. Postup optimalizován dle protokolu Oasis 2×4\*

\*Pozn. Zjednodušené schéma optimalizace SPE metod s využitím kateřů (MCX a WCX) a aneřů (MAX a WAX):

