CH 1.9. Stanovenie metylortuti v potravinách metódou GC/ECD

1. Pôvod metódy
Maršálek P., Svobodová Z. (2006): Rapid determination of methylmercury in fish tisues.
Czech J. Food Sci., 24: 138-142

2. Princíp metódy
Metóda je založená na kyslom rozklade v kyseline chlorovodíkovej a následnej extrakcii v toluéne. Metylortuť je stanovená pomocou GC/ECD použitím kapilárnej kolóny DB-608.

3. Použité prístroje
Plynový chromatograf s detektorom ECD
Sklenená kapilárna kolóna DB-608
Laboratórny homogenizátor
Centrifuga
Analytické váhy
Laboratórne sklo

4. Zoznam chemikálií
Acetón
Toluén
Kyselina chlorovodíková
Síran sodný bezvodý
Štandard metylortuti

5. Príprava štandardov
Štandardy metylortuti sa pripravia z čistého štandardného materiálu navážením a nariedením v toluéne.

6. Extrakcia a príprava vzoriek
Zhomogenizovaná vzorka sa naváži do centrifugačnej skúmavky, pridá sa acetón a zmes sa intenzívne mieša tyčinkou a následne centrifuguje. Po scentrifugovaní sa opatrne odpipetuje acetón. Ku vzorke v skúmavke sa opäť pridá množstvo acetónu, zmes sa pomieša, centrifuguje a opäť sa odoberie acetón. Tento postup sa zopakuje ešte dva krát. Následne sa k zmesi pridá toluén, zmes sa premieša a po centrifugácii sa toluén odoberie. K zvyšku v skúmavke sa pridá HCl (1:1, v/v), zmes sa intenzívne mieša aby vznikla konzistencia pasty, a toluén. Centrifuguje sa. Opatrne sa odoberie toluénová fáza a prefiltruje cez síran sodný. Ku vzorke sa opäť pridá toluén, zmes sa pomieša, centrifuguje a odoberie sa toluén. K zvyšku v skúmavke sa opäť pridá HCl (1:1, v/v) a toluén. Centrifuguje sa. Opatrne sa odoberie toluénová fáza a prefiltruje cez síran sodný k prvému dielu. Toluénové extrakty sa premiešajú a na 1 hodinu vložia do chladničky. Takto pripravené extrakty vydržia pri -23°C 14 dní.

7. Podmienky stanovenia na GC Agilent 6890
Nosný plyn: He
Lineárna rýchlosť: 34 cm/sec
Kolóna: kapilárna kolóna DB-608
Tepelný program: init. 60°C (3 min.)
I. r. 15°C/min na 180°C (2 min.)
Detektor: ECD 300°C

Injektor: Splitless, 250°C
Objem nástreku: 2 µl

8. Kalibrácia a vyhodnotenie

Pre kvantitatívne vyhodnotenie sa používa plocha píku, ktorá sa porovnáva s plochou píku štandardu.