



Rješavanje lažno pozitivnih detekcija naftnih ugljikovodika podrijetlom iz prirodnih organskih tvari.

Drvni otpad, gnojivo i organski bogata tla kao što su treset ili kompost tipični su i dobro poznati izvori lažno pozitivnih smetnji u određivanju ukupnih naftnih ugljikovodika (PHC; C10-C40) zbog prisutnosti organskih spojeva prirodnog podrijetla.

Čišćenjem ekstrakta Florisilom, treba postići uklanjanje većine interferirajućih spojeva prirodnog podrijetla od spojeva iz ugljikovodika podrijetlom iz mineral ulja, na temelju njihovog različitog polariteta. U nekim slučajevima, međutim, adsorpcijski kapacitet korištenog Florisila možda neće biti dovoljan.

Važnost određivanja C10-C40

Određivanje naftnih ugljikovodika, tj. nepolarnih ekstrakta u C10-C40 rasponu, ponekad nazivani TPH, neselektivna je metoda gdje spojevi imaju tendenciju biti dio različitih smjesa.

Sadržaj C10-C40 ugljikovodika je zakonski nadziran parametar. U Europskoj uniji to je ODLUKA VIJEĆA "Decision - 2003/33 - EN - EUR-Lex (europa.eu)", koja utvrđuje uvjete pod kojim se otpad može odlagati u relevantne grupa odlagališta otpada. Granična vrijednost C10-C40 za inertni otpad je (500 mg kg⁻¹).

Lažno pozitivni rezultati ne samo zbog prisutnosti prirodne tvari

Princip analize krutih ili vodenih matrica za određivanje C10-C40 je njihova ekstrakcija u organsko otapalo, gdje se Florisilom pročišćen ekstrakt analizira na plinskom kromatografu sa plamenoionizacijskim detektorom (GC-FID). Mjeri se ukupni vrhunac područje između n-decane (n-C10H22) i n-tetracontane (n-C40H82).



Slika 1: Tresetište

Prema EN ISO 16703, EN ISO 9377-2 i EN 14039, svi ugljikovodici u području destilacije C10-C40 s vrelištem između 175°C i 525°C, n-alkani od C10H22 do C40H82, izo-alkani, ciklo-alkani, alkilbenzeni, alkilnaftaleni i policiklički aromatski ugljikovodici određuju se kao ugljikovodici u području destilacije C10-C40, osim ako su adsorbirani na Florisil tijekom čišćenja. Međutim, brojni spojevi koji se mogu definirati kao oni nenaftnog podrijetla, mogu se ekstrahirati te također biti otkriveni na GC-FID-u. Konkretno, polarni spojevi iz skupine masnih kiselina, alkohola, sterola ili drugih steroida, mogu ometati određivanje C10-C40 naftnih ugljikovodika u prirodnom materijalu ili organskom tlu.

Treset nastao nakupljanjem djelomično raspadnute vegetacije ili organska tvar stvara ekosustave u mnogim mjestima u Europi. Uzorci s ovih lokacija može lako premašiti najstrože lokalne propise i standarde za C10-C40 zbog smetnji iz biogenih spojeva koji su karakteristični u svojim kromatografskim profilima. Drvni otpad, kompost, gnojivom-tretirana tla ili iglice drveća i drvena sječka mogu također imati značajan utjecaj na lažno pozitivne rezultati C10-C40 naftnih ugljikovodika.

Florisil je također sastavni dio postupka za analizu C10-C40 u vodenim uzorcima. Može lako eliminirati neke nebiogene polarne interferencije, koje mogu biti, na primjer, različiti surfaktanti sadržani u nekim deterdžentima.

Standardi čišćenja Florisil-om za određivanje C10-C40

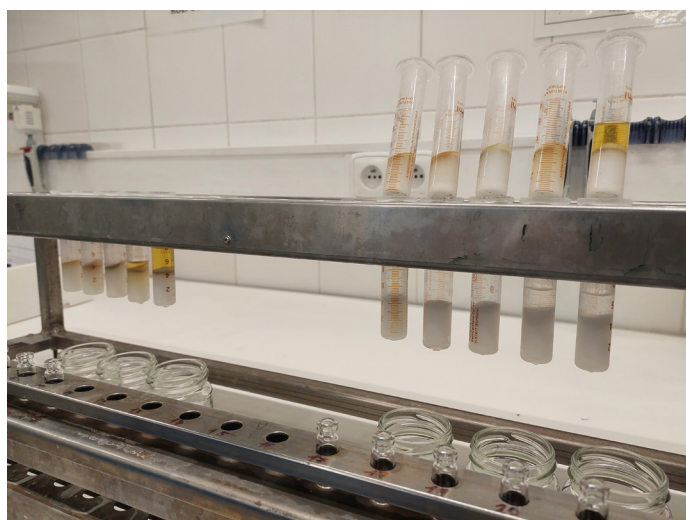
Florisil je visoko polaran i ima veliku aktivnu površinu molekula što ovaj amorfni oblik magnezij silikata čini vrlo učinkovitim za hvatanje polarnih spojeva, osobito njihovih oksigeniranih oblika. S druge strane, nepolarni spojevi tipični za C10-C40 naftne ugljikovodike ostaju u ekstraktu i analiziraju se pomoću GC-FID.

Postupak čišćenja ekstrakta uzorka Florisilom se temelji na gore navedenim standardima, gdje se koristi od 2g Florisila za čišćenje kroz kolonu (kolona preporučuje se kromatografija). Međutim, korištenje tehnika čišćenja 'in situ' također je prihvatljiva, pod uvjetom da su rezultati ekvivalentni rezultatima Florisil kolonskog testa.

Na temelju praktičnog iskustva može se podcrtati da je čišćenje ekstrakta kroz Florisil napunjenu kolonu učinkovitiji u uklanjanju ometajućih polarnih spojevi. Postupni protok ekstrakta kroz kolonu ispunjenu Florisilom pruža veći potencijal za interakciju s novim molekulima aktivnog Florisila, nego što je to slučaj sa „in situ“ čišćenjem.

Minimiziranje lažno pozitivnih rezultata

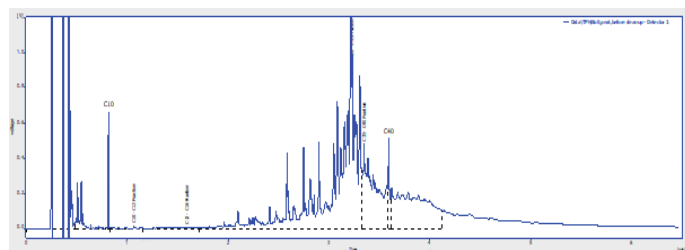
ALS Češka je laboratorij koji pruža učinkovitiji oblik uklanjanja ovih ometajućih tvari. Kako bi se osiguralo optimalno čišćenje za uzorke kod kojih se očekuju biogene smetnje, razvijen je vrhunski način čišćenja kroz dve kolone, tj. dvostruko veću količinu Florisila od standardizirane u ISO standardima. Slika 2 prikazuje sklopljeni aparat za standardno i nadstandardno čišćenje.



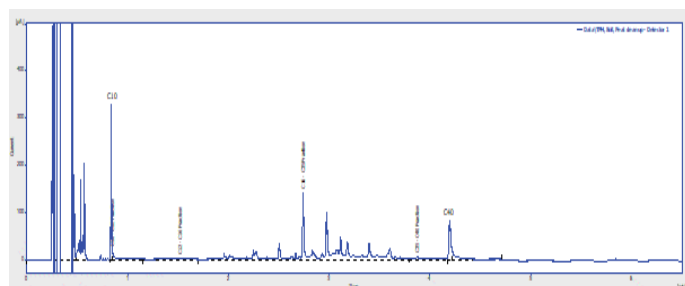
Slika 2: Kolona i aparat s dvostrukom kolonom za čišćenje ekstrakta prije GC određivanja C10-C40

Primjer kako učinkovito djeluje čišćenje Florisilom može se vidjeti u rezultatima određivanja C10-C40 na pravom uzorku tla. Na slici 3, je prikazan tipičan kromatografski profil za prisutnost treseta, kada ekstrakt nije pročišćen pomoću Florisila prije GC FID-a analize (C10-C40: 428 mg/kg suhog uzorka).

Nasuprot tome, slika 3 pokazuje koliko je čišćenje bilo učinkovito (C10-C40: 33,3 mg/kg suhog uzorka). Za ovaj primjer stvarnog uzorka, do 93% nalaza u frakciji C10-C40 pokazalo se biogenim podrijetlo.



Slika 3: Kromatografski profil ekstrakta prije čišćenja Florisilom (C10-C40: 428 mg/kg DW)

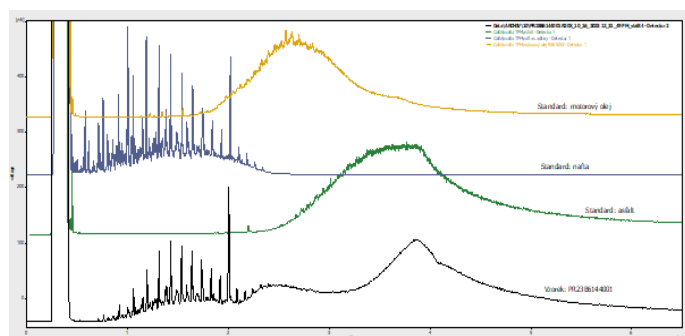


Slika 4: Kromatografski profil ekstrakta nakon čišćenja Florisilom (C10-C40: 33,3 mg/kg DW)

Kromatogram i kvalitativna procjena kontaminacije - onečišćenja uljem

Zahvaljujući visokokvalificiranom i stručnom osoblju, ALS je uvijek spreman dati savjet, te u većini slučajeva čak navesti i podrijetlo onečišćenja uljem.

Nakon konzultacija i usporedbe kromatografskih profila s izmjerenom internom knjižnicom standarda na GC-FID, može se osigurati više temeljita kvalitativna procjena kontaminacije. Primjer takvog izvješće u dodatku rezultatima može biti usporedba na slici 5 u nastavku.



Slika 5: Rezultirajuća usporedba kromatografskog profila za kvalitativni procjena podrijetla kontaminacije uzorka

Pitajte stručnjake!

