Pritaikymo aprašas

Dioksinų ir furanų aptikimas šaltyje išdžiovintame ir įprastame piene naudojant suslėgtą skysčių ekstrakciją

Įvadas
Patvarieji organiniai teršalai (POT), pavyzdžiui, polichlorinti dibenzo-p-dioksinai (PCDD) ir furanai (PCDF) yra aptinkami moterų piene ir įprastame (karvės) piene. Visuomenės sveikatos sumetimais pieno tyrimų buvo imtasi 1970-tais metais. Tokie tyrimai reikalauja laboratorijos gebančios analizuoti matricas, tokias kaip, pieną, pėdsakų lygyje (pg-pg). Visame pasaulyje tokio tipo tyrimams atlikti dažniausiai naudojamas US EPA 1613 metodas.

Neautomatizuota pieno ekstrakcija soksletu ir neautomatizuotas mėginio valymas gali užtrukti keletą dienų ir mėginiai gali būti užteršti. Tokiu atveju mėginiu koncentracijų matavimo duomenys bus netikslūs. Alternatyvus būdas greičiau atlikti minėtą procesą ir gauti patikimus duomenis yra automatizuoti šiuos paruošimo etapus. Šiame pritaikymo apraše apvželgiama automatizuota pieno mėginių suslėgto skysčio ekstrakcija ir automatizuotas mėginių valymas naudojant kolonėlių chromatografiją.

Naudojami prietaisai:

- FMS, Inc. PLE® ekstrakcijos sistema
- FMS, Inc. PowerPrep® gryninimo sistema
- FMS, Inc. SuperVap® 6 koncentratorius
- FMS, Inc. SuperVap® Vial koncentratorius
- FMS, Inc. 250 ml ir 1 ml koncentravimo mėgintuvėliai
- Thermo Trace dujų chromatografas

Priemonės ir medžiagos:

- FMS, Inc. didelė rūgštinio silicio kolonėlė
- FMS, Inc. klasikinė rūgštinė-bazinė-neutrali kolonėlė
- FMS, Inc. bazinio aliuminio kolonėlė
- FMS, Inc. anglies-celito kolonėlė
- Millipore OmniSolv® Benzenas
- Fisher Optima® Dichlorometanas
- Fisher Optima® Etilacetatas
- Fisher Optima® Hexanas
- Fisher Optima ® Toluenas
- CIL EDF-8999 Metodo 1613 ^{13}C PCDD/F tirpalas
- CIL EDF-5999 ^{13}C PCDD/F atkuriamumo standartas

PLE

- 5 g šaltyje džiovinto arba 8 g įprasto pieno sumaišomi su 10 g inertinio Hydro-matrix® ir prisodrinami pakaitalais
- Mėginys įdedamas į ekstrakcijos kamerą
- Uždengimas teflono dangteliais
- Šildoma su 50% Dichlorometano/50% Heksano mišiniu 20 min 120 ^{o}C temperaturoje ir 1500 psi slėgyje
- 20 min vykdomas aušinimas
- Analitės nuplaunamos į koncentratorių naudojant azotą

SuperVap koncentravimas

- Pakaitinimo temperatūra: 45 ^{o}C
- Pakaitinimo laikas: 15 min
- Temperatūra jutiklio režime: 45 ^{o}C
- Azoto slėgis: 6-8 psi
- Tirpiklio keitimas į heksaną

PowerPrep gryninimas

- Standartinė 25-žingsnių programa
- Sumontuojamos didelė, klasikinė, bazinio aliuminio, anglies-celito kolonėlės
- Naudojami mišiniai: heksanas, 2% / 98% dichlormetano / heksano, 50% / 50% dichlormetano / heksano, 50% / 50% etilacetato / benzeno, ir toluenas.

FMS Fluid Management Systems

MikrosMakros

- Vykdykite paruošimo žingsnius (1-13) esant įmontuotoms kolonėlėms
- Įdėkite mėginį (į heksaną)
- Išplaukite silicio kolonėlę su 150 ml heksano (atliekos)
- Išplaukite aliuminio oksido kolonėlę su 60 ml 2% / 98% dichlormetano / heksano mišiniu (atliekos)
- Išplaukite aliuminio oksido kolonėlę su 120 ml 50% / 50% dichlormetano / heksano mišiniu (atliekos)
- Išplaukite anglies kolonėlę su 4 ml 50% / 50% etil-acetato / benzeno mišiniu (atliekos)
- šplaukite anglies kolonėlę su 75 ml tolueno (surinkite kaip PCDD/F frakciją)

SuperVap koncentravimo etapas

SuperVap® Vial galutinis koncentravimas
- Sumažinkite mėginio tūri iki 10 ul esant 1-1.5 psi azoto slėgiui ir 25 ^{o}C temperatūrai

Lentelė su natyviomis šalčiu džiovinto pieno reikšmėmis ir ^{13}C-žymėtais atkuriamumo standartais

	Natyvios pg/g	**Atkurtos %**
2378-T4CDF	0.02	92%
2378-T4CDD	nd	93%
12378-P5CDF	nd	76%
23478-P5CDF	0.05	78%
12378-P5CDD	0.04	80%
123478-H6CDF	0.04	73%
123678-H6CDF	nd	75%
234678-H6CDF	nd	90%
123789-H6CDF	nd	98%
123478-H6CDD	0.03	87%
123678-H6CDD	0.05	84%
123789-H6CDD	0.04	
1234678-H7CDF	nd	78%
1234789-H7CDF	nd	86%
1234678-H7CDD	0.17	93%
OCDF	nd	
OCDD	0.67	85%

Lentelė su natyviomis įprasto pieno reikšmėmis ir ^{13}C-žymėtais atkuriamumo standartais

	Natyvios pg/g	Atkurtos %
2378-T4CDF	nd	60%
2378-T4CDD	nd	63%
12378-P5CDF	nd	58%
23478-P5CDF	nd	60%
12378-P5CDD	0.18	43%
123478-H6CDF	nd	58%
123678-H6CDF	nd	55%
234678-H6CDF	0.11	57%
123789-H6CDF	nd	61%
123478-H6CDD	nd	60%
123678-H6CDD	nd	60%
123789-H6CDD	0.06	
1234678-H7CDF	nd	72%
1234789-H7CDF	0.03	79%
1234678-H7CDD	0.36	68%
OCDF	nd	
OCDD	1.04	79%

Išvados

Rastos PCDD/F koncentracijos abiejuose mėginiuose yra žemos, didžiausia koncentracija siekia maždaug 1 pg / g. Toks žemas aptikimo lygis įrodo naudoto metodo jautrumą. Dėl vandens nebuvimo šaltyje džiovinto pieno mėginiai parodė geresnį ^{13}C paženklintų standartų atkuriamumą nei įprasto pieno mėginiai. Tačiau abu pieno mėginiai yra tinkami kokybiškam mėginių paruošimui ir analizei tą pačią dieną.

Dėl detalesnės informacijos susisiekite:
UAB Mikros Makros
Įmonės kodas: 303166012
PVM kodas: LT100008187412
Verkių g. 30B-211, Vilnius, LT-08221 Lietuva
+370 5 250 74 28
+370 655 25 297
info@mikros.lt
mikros.lt