

Aplikační list č. 66

Většinu aniontových herbicidů je možné extrahovat z okyselených vodných roztoků jako volné kyseliny a zpět do tetraboritanového pufru jako sodné soli. Obsah herbicidů v tetraboritanovém pufru lze stanovit izotachforeticky pomocí analyzátoru IONOSEP 2001, 2003. Použití tetraboritanového pufru je velmi výhodné, protože kyselina boritá je v používané oblasti pH nepohyblivá a neruší separaci herbicidních kyselin. Jako organické rozpouštědlo vyhovuje diethylether pro většinu případů (aryloxykyseliny), pro některé (např. bentazon) je výhodnější použít chloroform. Volbu rozpouštědla je nutno orientovat podle publikovaných nebo zjištěných rozdělovacích poměrů^{1,2}. Pro izotachforetické stanovení herbicidních kyselin není vhodné ve vodách (zvláště povrchových) a v půdách použít pracovního systému o pH = 6, protože se současně extrahují slabší kyseliny huminového a ligninového typu, které při vyšším pH ruší stanovení.

Úprava vzorku:

Stanovení ve vodách: 1 litr vody se okyselí 4 M HCl na pH = 2,0 až 2,5 a extrahuje se 135 ml diethyletheru (50 ml chloroformu). Organická vrstva se oddělí do další dělicí nálevky a vodná vrstva se extrahuje ještě dvakrát 35 ml diethyletheru (50 ml chloroformu). Spojené organické vrstvy se reextrahují 3 - krát 3 ml 10 mM roztoku tetraboritanu sodného. Vodné tetraboritanové vrstvy se filtrují přes vrstvičku křemenné vlny v malé nálevce do odměrné baňky 10 ml. Křemenná vlna se předem promyje roztokem tetraboritanu. Odměrné baňky se pak evakuují asi 30 minut při teplotě 40-45° C ve vakuové sušárně (odplynění a odstranění rozpuštěného diethyletheru) a pak se doplní po značku 0,1 M HCl (současně se sníží pH na 7-8).

Stanovení v půdě: 100 g půdy se eluuje 200 ml roztoku obsahujícího 10 mM tetraboritanu a síranu sodného. Suspenze se protřepává 2 hodiny na třepačce nebo se promíchá a nechá stát do druhého dne. Pak se filtruje přes fritu hustotu S 3. Zbytek na filtru se vrací, eluuje dalšími 100 ml eluční směsí (2 hod.), filtruje a promyje 30 ml vody. Spojené filtráty se okyselí na pH = 2,0 až 2,5 HCl a extrahují 50, 30 a 30 ml diethyletheru (chloroformu). Dále se provede reextrakce 10 mM roztokem tetraboritanu a analyzuje.

Pozn.: Je také možné organické rozpouštědlo odpařit a odparek rozpustit v 1 ml tetraboritanu. Tím se zvýší citlivost stanovení, ale současně se zhorší stupeň přečištění vzorku.

Podmínky analýzy:

Vedoucí elektrolyt: 1. 10 mM HCl + 20 mM EACA³ kyselina octová + 0,1 % HPMC⁴ (pH = 4,25)
2. 10 mM HCl + 20 mM glycin + 0,1 % HPMC (pH = 3,0)

Koncový elektrolyt: 1. 5 mM kyselina kapronová
2. 5 mM kyselina jantarová

Hnací proud: počáteční 80 μ A, koncový 30 μ A

Doba analýzy: 20 minut

Mód analýzy: anionický

Analýza přípravku Labrax

¹ Stránský Z., Dostál V., Šafařík L., Staňková O., INTERAN 82, sborník, str. 41, Karlovy Vary 1982

² Stránský Z. a kolektiv : Kapilární izotachofóreza v zemědělské kontrolní laboratoři, Výzkumná zpráva, Olomouc 1983

³ ϵ -aminokapronová kyselina

⁴ hydroxypropylmethyl celulóza