

DEBRECENI EGYETEM

**KÖRNYEZETSZENNYEZŐ
SZERVES VEGYÜLETEK
ANALITIKÁJA**

Alapelvek és gyakorlati tudnivalók

**DINYA ZOLTÁN
SUSZTER GABRIELLA – KISS ATTILA
PAPP GÁBOR – BAK ISTVÁN**



Debrecen, 2002

TARTALOMJEGYZÉK

| | |
|--|----|
| 1. BEVEZETÉS | 4 |
| 1.1. Műszeres szerkezetvizsgáló és analitikai technikák, helyük, szerepük a környezetvédelemben | 6 |
| 1.2. Nemzetközi toxicitási lista. US EPA módszerek..... | 14 |
| 1.3. Minőségbiztosítás a környezetvédelmi analitikában. ISO-14000 szabványrendszer..... | 31 |
| 2. VEGYSZEREK, ANYAGOK ESZKÖZÖK ELŐKÉSZÍTÉSE, TISZTÍTÁSA, SZÁRMAZÉKKÉPZÉSI REAKCIÓK | 34 |
| 2.1. Üvegedények előkészítése, tisztítása..... | 34 |
| 2.1.1. Üvegeszközök szililezése | 37 |
| 2.2. Üveggyapot, forrkő, szeptumok, "O"-gyűrűk, záróelemek tisztítása..... | 38 |
| 2.2.1. Üveggyapot tisztítása..... | 38 |
| 2.2.2. Forrkő tisztítása | 38 |
| 2.2.3. Szeptumok, "O"-gyűrűk, záróelemek tisztítása..... | 39 |
| 2.3. Oldószeres, vegyszerek, kémiai anyagok tisztítása | 39 |
| 2.3.1. Oldószeres tisztítása | 39 |
| 2.3.2. Szárítószerek tisztítása | 41 |
| 2.3.3. Műgyanták, szorbens polimerek tisztítása..... | 42 |
| 2.3.4. Gázok tisztítása..... | 45 |
| 2.4. Származékképzési reakciók..... | 46 |
| 2.4.1. Metilézési reakciók | 47 |
| 2.4.2. Acilézési reakciók | 48 |
| 2.4.3. Szililezési reakciók | 50 |
| 2.4.4. Fluorofor származékképzés | 51 |
| 3. MINTAVÉTEL, MINTATÁROLÁS | 53 |
| 3.1. Vízminták vétele..... | 55 |
| 3.1.1. Belső standardok | 56 |
| 3.2. Talaj- és iszapminták vétele, tárolása..... | 58 |

| | |
|---|-----------|
| 3.3. Levegőminták vétele és vizsgálata..... | 58 |
| 3.3.1. Aeroszol részecskékhez kötött vegyületek vizsgálata..... | 59 |
| 3.3.2. Levegőminták közvetlen vizsgálata..... | 60 |
| 3.3.3. Szilárd szorbensek alkalmazása | 60 |
| 3.4. Élelmiszerminták vétele | 63 |
| 4. MINTAELŐKÉSZÍTÉSI, FELDOLGOZÁSI MÓDSZEREK..... | 63 |
| 4.1. Vizes oldatok közvetlen vizsgálata..... | 69 |
| 4.2. Oldószeres mintafeldolgozás: extrakció | 70 |
| 4.2.1. Folyadék-folyadék extrakció (LLE) | 71 |
| 4.2.1.1. Szakaszos extrakció | 73 |
| 4.2.1.2. Folyamatos extrakció | 74 |
| 4.2.1.3. Vízgőzdesztilláció | 75 |
| 4.2.1.4. Folyadék-folyadék extrakció savas pH-nál (ESSA) | 76 |
| 4.2.1.5. Folyadék-folyadék extrakció lúgos pH-nál (WABN) | 77 |
| 4.2.1.6. Illékony vegyületek kinyerése vízből folyadék-folyadék extrakcióval | 78 |
| 4.2.1.7. Nem illékony szerves vegyületek kinyerése folyadék-folyadék extrakcióval..... | 78 |
| 4.2.1.8. Koncentrálás (oldószer eltávolítás) Kuderna-Danish (K-D) bepárlóval..... | 84 |
| 4.2.1.9. Szerves oldatok szárítása | 58 |
| 4.2.2. Szilárd anyagok oldószeres extrakciója..... | 86 |
| 4.2.2.1. Folyadék-szilárd extrakció..... | 88 |
| 4.2.2.2. Szuperkritikus folyadék-szilárd extrakció (SFE) | 97 |
| 4.2.2.3. Mikrohullám-segített extrakció (MAE) | 99 |
| 4.2.2.4. Gyorsított oldószeres extrakció (ASE)..... | 100 |
| 4.3. Oldószeres mintafeldolgozás: szorbció-deszorbció..... | 101 |
| 4.3.1. Gőztér (headspace) analízis..... | 101 |
| 4.3.2. Gázextrakciós eljárások: "Purge and trap" | 101 |
| 4.4. Szilárd fázisú extrakció (SPE), mikroextrakció (SPME)..... | 108 |
| 4.4.1. Mikroretikuláris polimergyanták SPE alkalmazásai..... | 109 |
| 4.4.2. Nagypolaritású vagy ionos vegyületek elválasztása vizes közegből..... | 114 |
| 4.4.3. Szilárd fázisú extrakció (SPE) polimer típusú vagy kötött fázisú szorbensekkel | 116 |
| 4.4.3.1. Szorbensek és kölcsönhatási módok | 119 |
| 4.4.3.2. Szorbensek elúciója | 127 |

| | |
|--|------------|
| 4.4.3.3. A szilárd fázisú extrakció (SPE) gyakorlata | 129 |
| 4.4.3.4. Az SPE környezetanalitikai alkalmazásai | 133 |
| 4.4.3.5. Példák az SPE környezetanalitikai alkalmazásaira | 137 |
| 4.4.4. Szilárdfázisú mikroextrakció (SPME)..... | 154 |
| | |
| 5. KROMATOGRÁFIÁS TECHNIKÁK A SZERVES KÖRNYEZETVÉDELMI ANALÍZISBEN..... | 157 |
| | |
| 5.1. Gázkromatográfia | 157 |
| 5.2. Nagyhatékonyságú folyadékkromatográfia (HPLC) | 159 |
| 5.3. Tömegspektrometria, GC-MS, LC-MS..... | 159 |
| 5.3.1. Ellenőrző tesztek..... | 162 |
| 5.3.2. GC-MS, LC-MS..... | 165 |
| | |
| 6. SPECIÁLIS VEGYÜLETCSOPORTOK KÖRNYEZETVÉDELMI ANALITIKÁJA | 172 |
| | |
| 6.1. Aromás aminok, azovegyületek vizsgálata..... | 172 |
| 6.2. N-nitrózó vegyületek vizsgálata | 175 |
| 6.3. Mikotoxinok vizsgálata..... | 176 |
| 6.4. Poliklórozott aromás vegyületek vizsgálata..... | 178 |
| | |
| 7. AJÁNLOTT IRODALOM | 184 |
| | |
| 8. MELLÉKLETEK | M1 |