



**Τμήμα Δειφορικής Γεωργίας**

**Γεωπονική Σχολή  
ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΠΑΤΡΩΝ**

# **Εργαστηριακές Ασκήσεις Αναλυτικής και Οργανικής Χημείας**

Αγγελική Απ. Γαλάνη

Χημικός PhD, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό (ΕΔΙΠ)

## **9<sup>η</sup> Εργαστηριακή Άσκηση**

**Υγρή Στερεή Εκχύλιση – Χρήση SPE για απομόνωση  
και προσυγκέντρωση αναλύτη πριν τον ποσοτικό  
προσδιορισμό του**

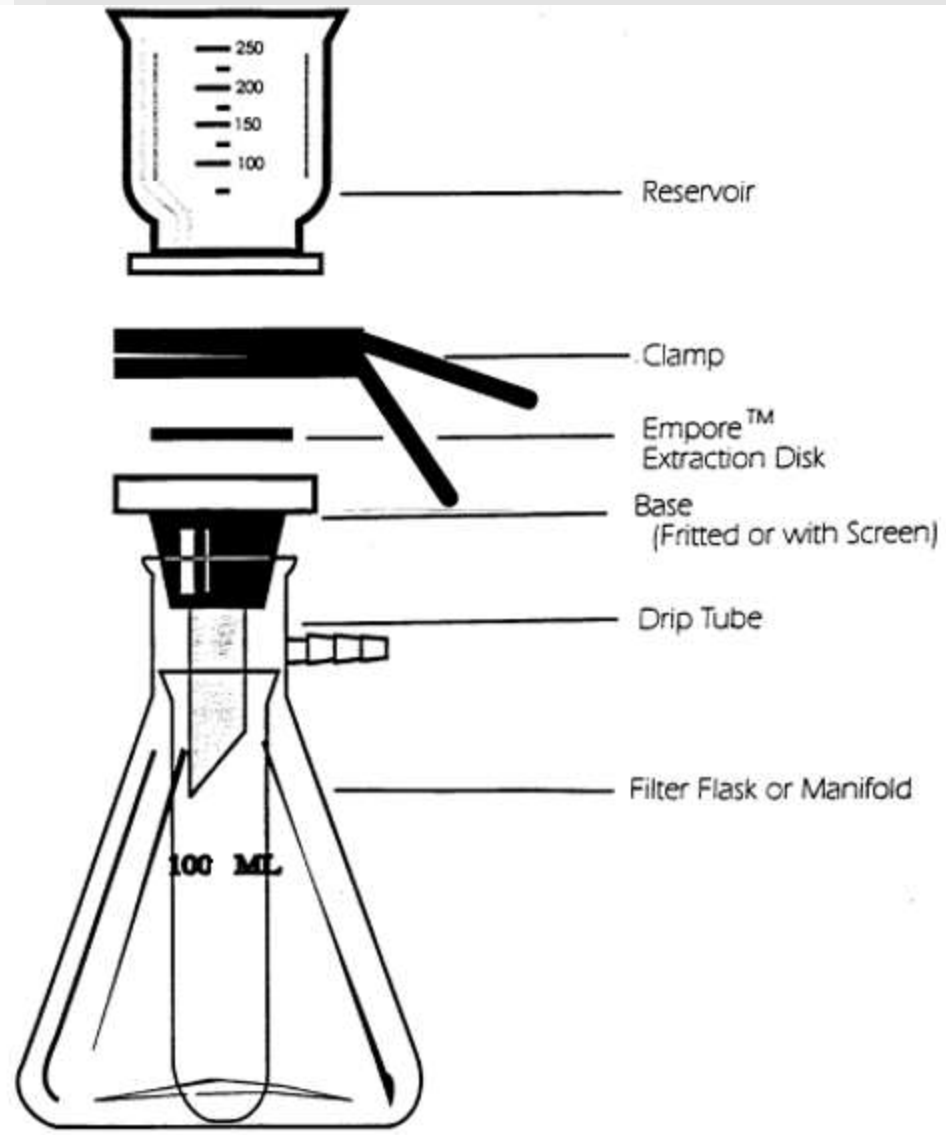
# ΕΙΣΑΓΩΓΗ

# SPE Solid Phase Extraction-Εκχύλιση Στερεής Φάσης

- ▶ Είναι μια αποτελεσματική και κοινά χρησιμοποιούμενη τεχνική που πολλές φορές στοχεύει στην προκατεργασία των δειγμάτων, για παράδειγμα στην απομόνωση, στον καθαρισμό και στη συμπύκνωση.
- ▶ Με παρόμοια λογική με την υγρή χρωματογραφία (LC), στη SPE, τα παρεμβαλλόμενα συστατικά διαχωρίζονται από τις αναλυόμενες ουσίες λόγω διαφορών στη συγγένεια και την προσρόφηση.
- ▶ Η SPE είναι μία από τις πιο κοινά χρησιμοποιούμενες τεχνικές προκατεργασίας δειγμάτων για χρωματογραφικές τεχνικές όπως η HPLC, η LC και η GC-MS, λόγω της απλότητάς της και της ικανότητάς της να αυξάνει την ευαισθησία τους.

Το προσροφητικό υλικό που συνήθως χρησιμοποιείται είναι  $\text{SiO}_2$  που είναι δυνατόν να έχει για δραστικές ομάδες:

- ❖ Ομοιοπολικές
- ❖ Πολικές
- ❖ Μη πολικές
- ❖ Ανιοανταλακτικές
- ❖ Κατιονανταλακτικές

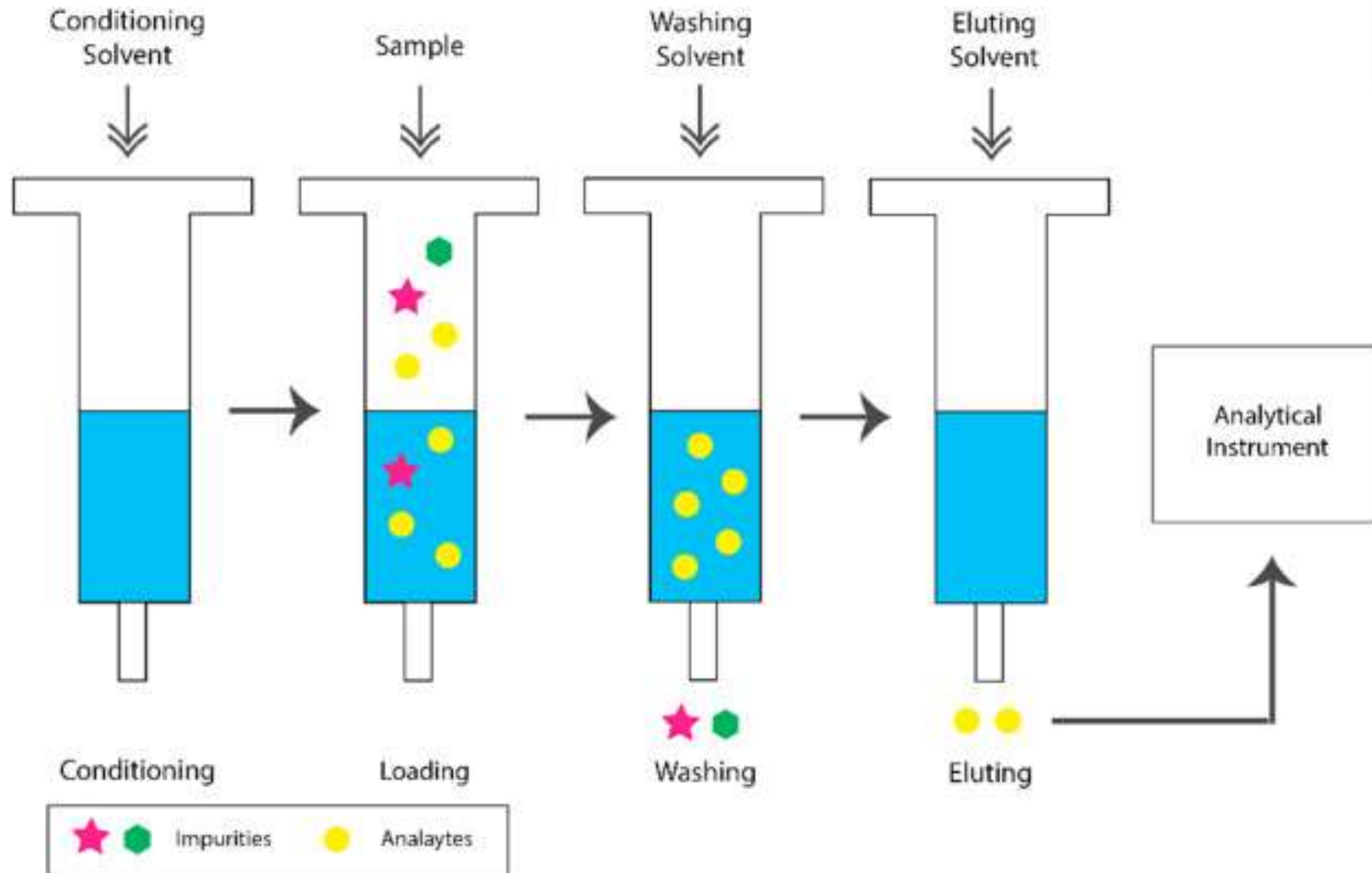


# Η προκατεργασία με SPE έχει τα εξής πλεονεκτήματα

- ▶ Τα προς ανάλυση δείγματα συχνά εμπεριέχουν παρεμποδίζουσες ουσίες οι οποίες είναι δυνατόν να μειώσουν την ευαισθησία των χρωματογραφικών ή φασματοσκοπικών τεχνικών που ακολουθούν καθώς επίσης και να μειώσουν τη διάρκεια ζωής των χρωματογραφικών στηλών και οργάνων. Η επεξεργασία με SPE μπορεί να προσφέρει την απομόνωση των αναλυτών σε καθαρή μορφή και να αποφέρει πιο ακριβή αποτελέσματα.
- ▶ Η SPE ως τεχνική προκατεργασίας πλεονεκτεί όταν στόχος είναι χαμηλά επίπεδα ανίχνευσης όπως μέρη ανά εκατομμύριο (ppm  $10^{-6}$ ), μέρη ανά δισεκατομμύριο (ppb,  $10^{-9}$ ) ή ακόμη και μέρη ανά τρισεκατομμύριο (ppt,  $10^{-12}$ ), καθώς η διαδικασία SPE διευκολύνει τον εμπλουτισμό και τον καθαρισμό του δείγματος με ευκολία.
- ▶ Με την τεχνική SPE είναι δυνατόν να απομονωθούν πολλά συστατικά κάποιου μίγματος με βάση συγκεκριμένα χαρακτηριστικά τους όπως η πολικότητα ή η μη πολικότητα.

# Στάδια SPE

- ▶ Προετοιμασία δίσκου, εξισορρόπηση της στερεής φάσης και ενεργοποίηση των δραστικών ομάδων του προσροφητικού υλικού. Διαβιβάζεται για το σκοπό αυτό κατάλληλος διαλύτης.
- ▶ Φόρτωση (διαβίβαση), του διαλύματος του δείγματος και κατακράτηση της επιθυμητής ουσίας στο δίσκο).
- ▶ Έκπλυση με κατάλληλο διαλύτη ώστε να απομακρυνθούν οι παρεμποδίζουσες ουσίες.
- ▶ Έκλουση (παραλαβή), της επιθυμητής ουσίας με τη χρήση κατάλληλου διαλύτη.



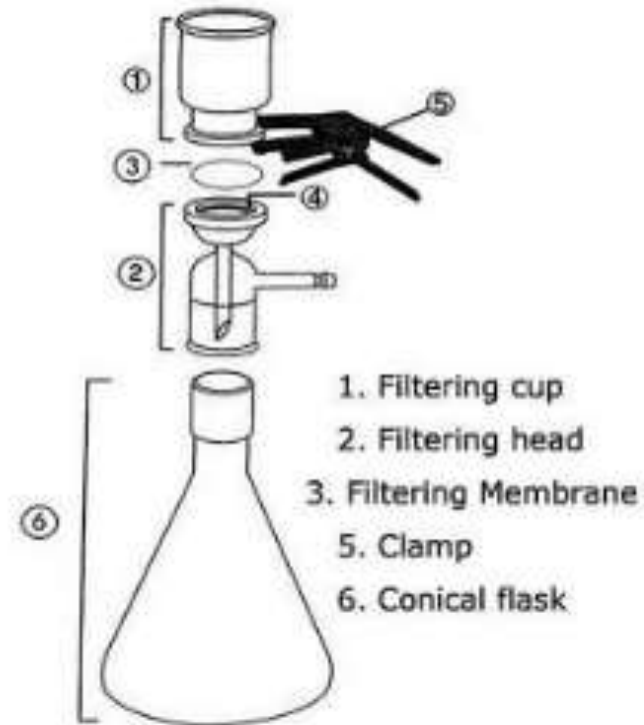


# ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

# Αντιδραστήρια- Σκεύη-Όργανα

Ακετονιτρίλιο, μεθανόλη,  
πρότυπα διαλύματα  
imidacloprid 1, 7, 14, 18 και  
25 ppm, δίσκοι εκχύλισης  
SDB (ή C18)  
απορροφητικότητας 500 mg ,  
συσκευή διήθησης SPE,  
σωλήνας συλλογής αναλύτη,  
αντλία κενού,  
φασματοφωτόμετρο UV-Vis.

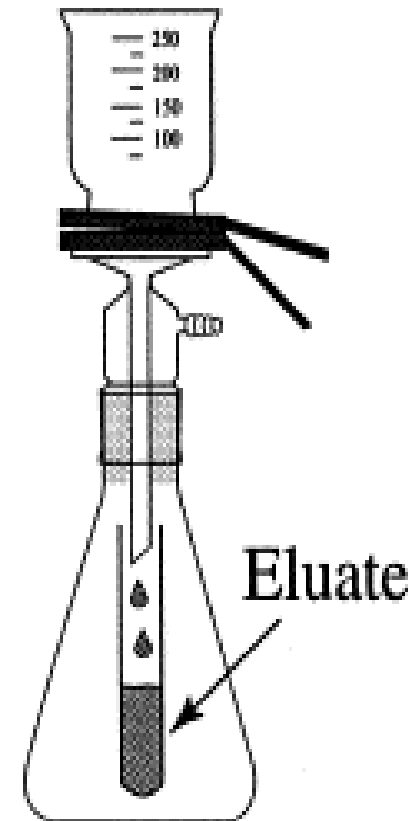
**Vacuum filtering apparatus**



## Πειραματική Πορεία

- ▶ Τοποθετείται στη συσκευή διήθησης δίσκος εκχύλισης SDB (ή C18), απορροφητικότητας 500 mg και αφού η συσκευή συναρμολογηθεί προστίθενται στο γυάλινο δοχείο 5 mL ακετονιτριλίου.
- ▶ Μετά από παραμονή 3 min ανοίγεται η αντλία κενού και στεγνώνεται ο δίσκος.
- ▶ Κλείνεται η αντλία κενού και προστίθενται 5 mL μεθανόλης.
- ▶ Μετά από παραμονή 3 min ανοίγεται η αντλία κενού, προστίθενται 10 mL νερού και πριν ο δίσκος στεγνώσει προστίθεται γρήγορα το δείγμα νερού των 500 mL στο οποίο επιθυμούμε να προσδιορίσουμε τη συγκέντρωση του αναλύτη (οργανικός ρύπος imidacloprin).

- ▶ Όταν τελειώσει η διήθηση των 500 mL, στεγνώνεται υπό κενό ο δίσκος. Ο οργανικός ρύπος έχει πλέον συγκρατηθεί στο δίσκο.
- ▶ Το νερό που έχει περάσει στην κωνική φιάλη απορρίπτεται και τοποθετείται στην κωνική, σωλήνας συλλογής του αναλύτη ο οποίος βρίσκεται προσροφημένος στο δίσκο εκχύλισης.
- ▶ Ακολουθεί έκπλυση με ακετονιτρίλιο (2 φορές με 5 mL κάθε φορά).
- ▶ Το δείγμα συμπυκνώνεται σε ρεύμα αζώτου στα 5 mL.



**(B) Elution of disk**

- ▶ Στη συνέχεια μετριέται η απορρόφηση σε μήκος κύματος 279 nm πέντε πρότυπων διαλυμάτων imidacloprion συγκέντρωσης 1 ppm, 7 ppm, 14 ppm, 18 ppm και 24 ppm.
- ▶ Ακολουθεί η μέτρηση απορρόφησης στα 279 nm για το δείγμα που προέκυψε μετά την εκχύλιση στερεής φάσης (SPE).



**ΠΡΟΤΥΠΑ ΔΙΑΛΥΜΑΤΑ****(Imidacloprid  $\lambda=279$  nm)**

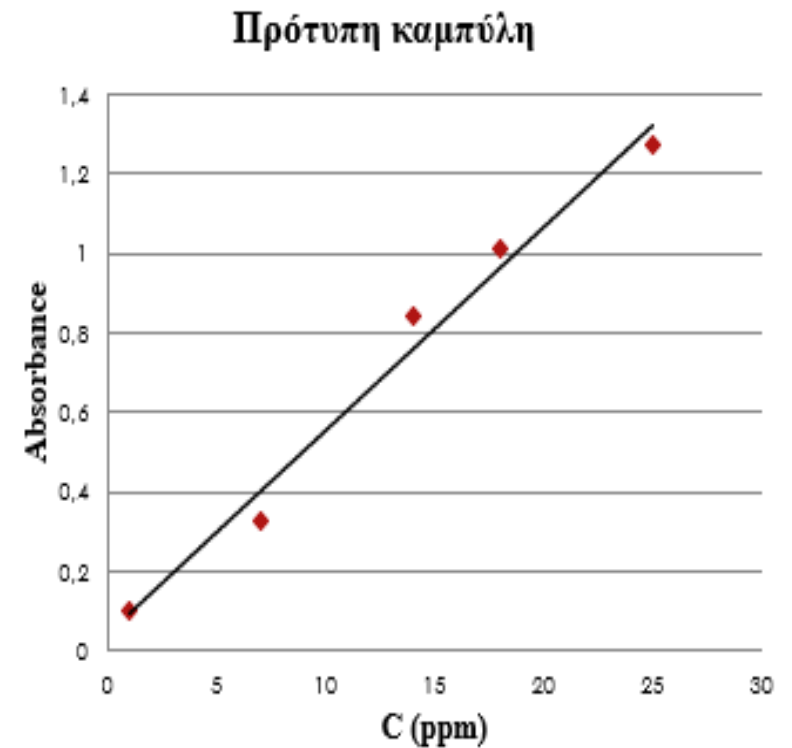
Συγκέντρωση C	Απορρόφηση Abs
1 ppm	
7 ppm	
14 ppm	
18 ppm	
25 ppm	
Άγνωστο	

# ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ

# Αποτελέσματα

15

- ▶ Με βάση τις τιμές συγκέντρωσης και τις τιμές απορρόφησης των 5 πρότυπων διαλυμάτων κατασκευάζεται πρότυπη καμπύλη (γράφημα στο excel Απορρόφηση συναρτήσει συγκέντρωσης C). Βρίσκεται η εξίσωση ευθείας αυτής της γραφικής παράστασης (από το excel).
- ▶ Από την εξίσωση ευθείας της πρότυπης και από την απορρόφηση του αγνώστου, υπολογίζεται η συγκέντρωση του αγνώστου.
- ▶ ΠΡΟΣΟΧΗ: Η συγκέντρωση αντιστοιχεί στα 5 mL άρα θα πρέπει να γίνει αναγωγή στον αρχικό όγκο 500 mL.



## ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΟΓΡΑΦΙΚΕΣ ΑΝΑΦΟΡΕΣ

- ▶ Δεληγιαννάκης Ιωάννης, Χελά Δήμητρα, Κωνσταντίνου Ιωάννης, «Ενόργανη Περιβαλλοντική Ανάλυση », Έκδοση: 1η έκδ./2010, ΕΚΔΟΣΕΙΣ Α. ΤΖΙΟΛΑ & ΥΙΟΙ Α.Ε.
- ▶ <https://eclass.uoa.gr/modules/document/file.php/CHEM233/%CE%9A%CE%95%CE%A6%2015%20%CE%94%CE%99%CE%91%CE%A7%CE%A9%CE%A1%CE%99%CE%A3%CE%9C%CE%9F%CE%A3%20%CE%9C%CE%95%20%CE%95%CE%9A%CE%A7%CE%A5%CE%9B%CE%99%CE%A3%CE%97.pdf>
- ▶ [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical\\_Chemistry/Supplemental\\_Modules\\_\(Analytical\\_Chemistry\)/Analytical\\_Sciences\\_Digital\\_Library/Contextual\\_Modules/Sample\\_Preparation/03\\_Solid-Phase\\_Extraction](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical_Chemistry/Supplemental_Modules_(Analytical_Chemistry)/Analytical_Sciences_Digital_Library/Contextual_Modules/Sample_Preparation/03_Solid-Phase_Extraction)
- ▶ <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0165993699001752>
- ▶ <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2405844021000396>