

ROZKLAD POTRAVIN A DALŠÍCH ORGANICKÝCH VZORKŮ V SYSTÉMU MULTIWAVE GO

Anton Paar – Reklamní článek

Použití systému Multiwave GO s rotorem 12HVT50 bylo vyzkoušeno a ověřeno během řady experimentů pro rozklad potravin a dalších organických vzorků. Kvantitativní verifikace hodnoty výtěžku byla provedena na třech různých certifikovaných referenčních materiálech NIST.

Klíčová slova: mikrovlnný rozklad, stanovení těžkých kovů, Anton Paar, analýza potravin, příprava vzorků, organické vzorky

Úvod

Jednou z typických aplikací pro systém Multiwave GO (Anton Paar GmbH) je rozklad organických vzorků. Koncepce nádob HVT50 využívající technologii tlakově aktivované ventilace nazývané SMART VENT umožňuje řízené uvolňování reakčních plynů při tlaku 20 bar. Tím je umožněno a zajištěno použití vyšších teplot rozkladu a vynikající kvalita především v případě reaktivních vzorků.

Instrumentace

Rozklad byl proveden v nádobkách HVT50 s využitím rotoru 12HVT50 v systému Multiwave GO. K analýze roztoků po rozkladu byl použit systém Agilent 7500ce ICP-MS, s použitím He jakožto kolizního plynu z důvodu odstranění polyatomických interferencí. Prvky As a Se byly ve všech případech měřeny pomocí CO₂ jakožto volitelného plynu.

Jelikož Hg nebyla součástí původní sady měření, ale doplněna až do první revize této zprávy, byly tyto analýzy provedeny pomocí jiného přístroje: Perkin Elmer Elan DRC+ ICP-MS.

Experimentální část

Vzorky

Generická metoda Organic B předinstalovaná na použitém přístroji a prezentovaná v této práci byla testována na mnoha vzorcích potravin a dalších organických materiálů:

- ovoce, např. jablka, hrozny, borůvky,
- rostliny, např. různé typy dřeva, zelenina, listy, kukuřice, sušené houby,

- olejovité vzorky, např. dýňová semínka, různé druhy ořechů, vzorky jedlých tuků,
 - vzorky živočišného původu, např. maso, kůže.
- Verifikace metody byla provedena rozkladem a kvantitativní analýzou certifikovaných referenčních materiálů:
- NIST 1570a: stopové prvky ve špenátu,
 - NIST 1566b: tkáň ústřice,
 - BCR®-414: plankton.

Rozkladná procedura

Pro verifikaci metody bylo použito 1 g vzorku spolu s 8 ml 65% HNO₃ a 2 ml 32% HCl jako rozkladných reagentů.

K analýzám Hg bylo použito 0,3 g vzorku. Rozkladná směs byla s ohledem na tuto nižší hmotnost vzorku upravena na 4 ml 65% HNO₃ a 2 ml 32% HCl.

Empirické studie prokázaly, že v případě stanovení Hg přestavuje přidavek HCl významné zvýšení stability roztoku. Navíc se ukázalo, že z důvodu zajištění pozitivního vlivu na hodnotu výtěžku, je u Hg důležité provádět měření příslušného roztoku ihned po jeho přípravě.

Teplotní program

Pro většinu aplikací postačí používat generické metody předinstalované v přístroji (tab. I).



Obr. 1. Multiwave GO

Tabulka I

Program na bázi generické metody „Organic B“

Nárůst [min]	Teplota [°C]	Výdrž [min]
10:00	100	2:00
10:00	180	8:00

Tabulka II

Špenátové listy: certifikované a měřené průměrné hodnoty a odpovídající směrodatné odchylky

Prvek	Certifikovaná hodnota [mg/kg]	Měřená hodnota ^b [mg/kg]	Výtěžek [%]
V	0,57 ± 0,03	0,57 ± 0,01	100 ± 2
Mn	75,9 ± 1,9	77,5 ± 0,8	102 ± 1
Co	0,39 ± 0,05	0,37 ± 0,01	94 ± 1
Ni	2,14 ± 0,10	2,08 ± 0,02	97 ± 1
Cu	12,2 ± 0,6	12,8 ± 0,1	105 ± 1
Zn	82 ± 3	89 ± 1	109 ± 1
As	0,068 ± 0,012	0,063 ± 0,002	92 ± 4
Se	0,117 ± 0,009	0,131 ± 0,008	112 ± 6
Cd	2,89 ± 0,07	3,07 ± 0,01	106 ± 1
Hg	0,030 ± 0,002	0,026 ± 0,005	89 ± 19

^a Vypočítané ze sušiny, ^b n=5, pro Hg: n=3

Tabulka III

Tkáň ústřice: certifikované a měřené průměrné hodnoty a odpovídající směrodatné odchylky

Prvek	Certifikovaná hodnota [mg/kg]	Měřená hodnota ^b [mg/kg]	Výtěžek [%]
V	0,577 ± 0,023	0,590 ± 0,005	102 ± 1
Mn	18,5 ± 0,2	18,9 ± 0,5	102 ± 3
Fe	205,8 ± 6,8	207,5 ± 7,7	101 ± 4
Co	0,371 ± 0,009	0,370 ± 0,009	100 ± 3
Ni	1,04 ± 0,09	1,12 ± 0,17	108 ± 15
Cu	71,6 ± 1,6	74,2 ± 2,1	104 ± 3
Zn	1 424 ± 46	1 571 ± 61	110 ± 4
As	7,65 ± 0,65	8,01 ± 0,27	105 ± 3
Se	2,06 ± 0,15	2,14 ± 0,06	104 ± 3
Cd	2,48 ± 0,08	2,74 ± 0,13	110 ± 5
Pb	0,308 ± 0,009	0,308 ± 0,009	100 ± 3
Hg	0,037 ± 0,001	0,032 ± 0,005	86 ± 15

^a Vypočítané ze sušiny, ^b n=7, pro Hg: n=3

Obr. 2. Rotor 12HVT5G

Měření vzorků

Rozložené vzorky byly převedeny do 50ml zkumavek, doplněny a analyzovány.

Tabulka IV

Plankton: certifikované a měřené průměrné hodnoty a odpovídající směrodatné odchylky

Prvek	Certifikovaná hodnota [mg/kg]	Měřená hodnota ^b [mg/kg]	Výtěžek [%]
V	8,10 ± 0,18	8,37 ± 0,17	103 ± 2
Cr	23,8 ± 1,2	23,6 ± 0,2	99 ± 1
Mn	299 ± 13	280 ± 8	94 ± 3
Fe ^c	1 850 ± 190	1 836 ± 54	99 ± 3
Co ^c	1,43 ± 0,06	1,36 ± 0,03	95 ± 2
Ni	18,8 ± 0,8	18,0 ± 0,4	95 ± 2
Cu	29,5 ± 1,3	28,2 ± 0,7	96 ± 3
Zn	111,6 ± 2,5	111,3 ± 3,6	100 ± 3
As	6,28 ± 0,28	7,08 ± 0,22	113 ± 3
Se	1,75 ± 0,10	1,72 ± 0,09	98 ± 5
Cd	0,383 ± 0,014	0,386 ± 0,009	101 ± 2
Pb	3,97 ± 0,19	3,49 ± 0,12	88 ± 3
Hg	0,276 ± 0,018	0,260 ± 0,018	94 ± 7

^a Vypočítané ze sušiny, ^b n=7, pro Hg: n=3, ^c indikativní hodnoty

Výsledky

Uvedené tabulky II až IV obsahují certifikované hodnoty v porovnání s naměřenými výsledky včetně odpovídajících směrodatných odchylek.

Naměřené hodnoty vykazují dobrou shodu s certifikovanými hodnotami pro široký rozsah prvků o různých koncentracích.

V průběhu procesu rozkladu nedošlo k žádným ztrátám vzorku v důsledku odtlakování. Je zřejmé, že i bez použití HF lze u většiny prvků dosáhnout certifikovaných výsledků.

Závěr

Rozklad organických vzorků v systému Multiwave GO s použitím rotoru 12HVT50 probíhá velmi dobře. Nádoby s technologií tlakově aktivované ventilace SMART VENT umožňují zpracování vyšších množství vzorku. Díky řízenému uvolňování reakčních plynů bylo dosaženo dobré hodnoty výtěžku i v případě těkavých prvků.

*Monika Babíková a Michal Bártik
monika.babikova@anton-paar.com ,
michal.bartik@anton-paar.com*

M. Babíková^a and M. Bártik^b (^a Anton Paar Slovakia s.r.o., Aupark Tower, Einsteinova 24, Bratislava 851 01, ^b Anton Paar Czech Republic s.r.o, Strakonická 3309/2e, 150 00 Praha): **Anton Paar: Digestion of Food and Other Organic Samples in Microwave Reactor Multiwave GO**

The applicability of Multiwave GO with Rotor 12HVT50 for the digestion of food and other organic samples was tested and verified in a long list of experiments. A quantitative verification of the recovery rates was performed on three different NIST certified reference materials.