

MOŽNOSTI STANOVENÍ UHLOVODÍKŮ C₁₀-C₄₀ V KOMPOSTECH A KALECH METODOU PLYNOVÉ CHROMATO- GRAFIE S PLAMENOVĚ-IONIZAČNÍM DETEKTOREM S KLASICKÝM INJEKTOREM S DĚLIČEM A BEZ DĚLIČE TOKU

PAVEL KURÁŇ^{a,b}, JANA NOVÁKOVÁ^a
a PAVEL JANOS^b

^a Výzkumný ústav anorganické chemie, a. s., Revoluční 84,
400 01 Ústí nad Labem, ^b Univerzita Jana Evanelisty Pur-
kyně, Fakulta životního prostředí, Králova výšina 3132/7,
400 96 Ústí nad Labem
pavel.kuran@yuanch.cz, pavel.janos@ujep.cz

Došlo 6.10.09, přepracováno 11.12.09, přijato 18.2.10.

Klíčová slova: uhlovodíky C₁₀ až C₄₀, GC-FID, kaly, kom-
posty

Úvod

Zdrojem uhlovodíků C₁₀-C₄₀ v životním prostředí jsou skupiny látek omezeně rozpustných ve vodě, vyskytujících se jak ve splaškových, tak v průmyslových odpadních vodách. Z chemického hlediska se jedná především o tuky, oleje a ropné produkty. Pro jejich skupinové stanovení se jako ukazatel využívá právě suma nepolárních uhlovodíků C₁₀-C₄₀ (cit.¹). Podle normy² lze tento ukazatel definovat jako sumu sloučenin extrahovatelných směsí propanonu a heptanu (2:1), které se nedsorbují na florisilu a které lze stanovit plynovou chromatografií s plamenově-ioni-začním detektorem (GC-FID) na nepolární kapilární koloně, přičemž jejich retenční časy leží mezi retenčními časy *n*-dekanu (C₁₀H₂₂) a *n*-tetrakontanu (C₄₀H₈₂). Látky splňující tuto definici jsou většinou nepolární alifatické, alicyklické, polycyklické nebo alkylované aromatické uhlovodíky s dlouhými nebo rozvětvenými řetězci.

Jako ukazatel kontaminace ropnými látkami byl zaveden v minulosti parametr NEL (nepolární extrahovatelné látky), který byl definován jako hmotnostní koncentrace organických látek, které je možno vyextrahovat ze vzorku vody trichlortri-fluorethanem a po odstranění polárních látek spektrometricky stanovit v infračervené oblasti spektra³. Z důvodu toxicity a škodlivosti rozpouštědel používaných pro stanovení NEL vůči ozonové vrstvě⁴ byly snahy nahradit tento parametr sumou uhlovodíků C₁₀-C₄₀. Dosažené výsledky ukazovaly, že obě metody poskytují principiálně rozdílné výsledky⁵ a nebylo možné je proto považovat za ekvivalentní. Norma ČSN 75 7505 pro stanovení NEL infračervenou spektrometrií³ byla v roce 2006 meto-

dickým pokynem ministerstva životního prostředí zrušena⁶ a jako rozhodčí metoda pro stanovení znečištění nepolárními látkami byla určena metoda plynové chromatografie⁶. Přesto se metodika stanovení NEL pomocí IČ spektrometrie v odůvodněných případech např. v probíhajících sanacích nebo při hodnocení jakosti závlahových vod⁶ může ještě používat. Obsah uhlovodíků C₁₀-C₄₀ je v České republice legislativně sledován např. v odpadech pro skládkování podle Vyhlášky č. 294 (Příloha č. 4 k vyhlášce č. 294/2005 Sb. a Příloha č. 10 k vyhlášce č. 294/2005 Sb.), kde jsou uvedeny i nejvyšší přípustné koncentrace uhlovodíků C₁₀-C₄₀ pro odpady, které nesmějí být ukládány na skládky skupiny S – inertní odpad (500 mg kg⁻¹ sušiny) a v sušině odpadů využívaných na povrchu terénu (300 mg kg⁻¹ sušiny).

Stanovení uhlovodíků C₁₀-C₄₀ v pevných odpadech řeší česká technická norma „ČSN EN 14039 Charakterizace odpadů – Stanovení obsahu uhlovodíků C₁₀-C₄₀ plynovou chromatografií“², která je českou verzí evropské normy EN 14039. Norma specifikuje doporučený způsob extrakce, čištění a stanovení uhlovodíků C₁₀-C₄₀. Stanovení uhlovodíků C₁₀-C₄₀ je prováděno plynovou chromatografií (GC) s plamenově-ioni-začním detektorem (FID). Jako doporučený injektor je specifikován injektor s odpařováním za programované teploty (PTV) nebo jiný „nediskriminující“ injektor, tedy injektory, které nejsou v laboratořích zcela běžné. Jako absolutní minimum je akceptovatelný i klasický injektor s děličem a bez děliče toku s elektronickou regulací průtoku. S využitím tohoto uspořádání pro stanovení uhlovodíků C₁₀-C₄₀ je však dosud poměrně málo praktických zkušeností. Cílem práce bylo proto otestovat a validovat chromatografický systém vybavený klasickým injektorem s děličem a bez děliče toku s elektronickou regulací průtoku z hlediska jeho aplikace na stanovení C₁₀-C₄₀ v reálných vzorcích kompostů a kalů.

Experimentální část

Zařízení a chemikálie

Všechny analýzy byly provedeny na plynovém chromatografu HP 6890 Series II s kolonou Equity-5 (30 m × 0,25 mm × 0,25 μm) firmy Supelco (Bellefonte, USA) a detektorem FID. Pro extrakci matrice byl použit destilovaný aceton (p.a., Lach-Ner, Neratovice, ČR) a hexan (*n*-hexan 95 + Pestapur, pro residuální analýzu pesticidů, Chromservis, Praha, ČR). Na čištění hexanového extraktu třepáním do vody se použila deionizovaná voda připravovaná v zařízení Demi Ultra 20 (Goro, Praha) využívajícím reverzní osmózy a směšného měniče iontů k čištění vody. Na sušení extraktu byl použit bezvodý síran sodný (p.a., Lachema, Chemapol, ČR) aktivovaný 7,5 hodin při 600 °C. Pro čištění a zahuštění extraktu se používal florisil (60 až 100 mesh, vhodný pro EN ISO 9377-2, LGC Promochem, Chromservis, Praha, ČR), chlorid sodný (p.a., Lachema, Chemapol, ČR) a xylen (p.a. ACS, ISO, Reag. Ph Eur, Merck, Darmstadt, Německo). Standardy C₁₀ a C₄₀ byly

čistoty 97 % nebo vyšší (Dr. Ehrenstorfer GmbH, Chromservis, Praha, ČR).

Příprava modelové matrice

Smyslem přípravy různých matric bylo ověření možného vlivu matrice na výsledky stanovení C_{10} - C_{40} získané vypracovanou metodikou.

Příprava modelového kalu jako matrice pro přidavek validačních standardů

Na přípravu modelového kalu jako matrice pro spikování validačních standardů se použila směs komunálních kalů z několika čistíren odpadních vod v České republice. Kaly byly předsušeny, podle potřeby nastrouhány na umělohmotném struhadle na jemnější podíl a poté dosušeny volně v laboratoři. Vysušená směs kalů byla rozemleta (rozetřena) a přesáta sítím o velikosti ok 1 mm. Z takto zpracovaného modelového kalu se do 1000ml kádinky navázilo 130 až 140 g vysušeného komunálního kalu a extrahovalo se dvakrát 300 ml směsi aceton-hexan (2:1) a jedenkrát 200 ml směsi aceton-hexan (1:1). Extrakční směs se po každé extrakci slila a po třetí extrakci se kal vysušil přes noc na Petriho misce v digestoři.

Příprava modelové zeminy jako matrice pro přidavek standardů do regulačního diagramu

Pro přípravu modelové zeminy jako matrice pro přidavek standardů do regulačního diagramu se použila směs zemin a komunálních a průmyslových kalů z jiných oblastí než ty, které byly použity na přípravu modelového kalu pro přidavek validačních standardů. Ze směsi zemin a kalů byly nejdříve odstraněny rostlinné části a kameny. Po předsušení v laboratoři byla celá směs rozetřena na jemnější podíl a přesáta přes síto o velikosti ok 1 mm. Celá takto získaná směs zemin a kalů s částicemi menšími než 1 mm (asi 1,6 kg) byla v 5litrové kádince třikrát předextrahována hexanem a poté vysušena na Petriho misce v digestoři. Před přidavkem standardů pro regulační diagram se 17 g této matrice vždy extrahovalo ještě třikrát, nejprve 70 ml směsi aceton-hexan (4:3) a poté dvakrát 60 ml hexanu. Nakonec se směs opět vysušila na Petriho misce.

Příprava modelové písčité zeminy pro testování vlivu matrice

Písčítá zemina s nízkým obsahem organické hmoty používaná při testování vlivu matrice se extrahovala dvakrát směsí aceton-hexan. Extrakční směs se po každé extrakci slila a písčítá zemina se nakonec vysušila u odtahu v digestoři.

Přidavek standardů k modelovému kalu a zemině

Z připraveného modelového kalu nebo zeminy se do série kuželových Erlenmayerových baněk se zábrusem navázilo 5 g a dále se injekční stříkačkou do každé baňky na kal nebo zeminu nanoslo 500 μ l standardu BAM-K010 v acetonu o koncentraci 10 g l^{-1} . Do každé baňky se vložilo magnetické míchadlo dlouhé asi 3 cm, baňky se uzavřely teflonovým uzávěrem a obsah baněk se zhomogenizoval

ručním promícháním. Takto připravené vzorky se nechaly stát otevřené 15 min v digestoři, aby se odpařily zbytky acetonu; během této doby se vzorky dvakrát zamíchaly. Po uplynutí této doby se do každé baňky přidalo 6 ml deionizované vody, kal nebo zemina v baňkách se smočila krouživým pohybem a poté se každá baňka vložila na 2 min do ultrazvukové lázně, aby se voda dostala i do pórů.

Přidavek standardů k modelové písčité zemině

Z připravené modelové písčité zeminy se do každé kuželové Erlenmayerovy baňky se zábrusem navázilo 5 g a dále se injekční stříkačkou do každé baňky na zeminu nanoslo 500 μ l standardu BAM-K010 v acetonu o koncentraci 8 g l^{-1} . Do každé baňky se vložilo magnetické míchadlo dlouhé asi 3 cm, baňky se uzavřely teflonovým uzávěrem a obsah baněk se zhomogenizoval ručním promícháním. Takto připravené vzorky se nechaly stát otevřené 15 min v digestoři, aby se odpařily zbytky acetonu; během této doby se vzorky dvakrát zamíchaly.

Spolu se vzorky se provádělo slepé stanovení stejným postupem bez přidavku standardu BAM-K010 v acetonu.

Odběr reálných vzorků kalů a kompostů

Metodický postup odběru vzorků kalů a kompostů na stanovení uhlovodíků C_{10} - C_{40} vycházel z normy ČSN EN ISO 5667-13 (cit.⁵).

Výběr standardů pro kvantitativní analýzu

Z hlediska systému kvality je účelné používat dva různé druhy směsných standardů. Jeden standard slouží pro samotnou kvantitativní analýzu a druhý pro kontrolu stability systému např. pomocí regulačních diagramů. Proto byly zvoleny dva různé směsné standardy. První směsný standard obsahoval motorovou naftu pro arktické klima třídy 2 a hydrokrakovaný vakuový destilát (HCVD) (výrobce Česká rafinářská, Litvínov). Tento standard se používal na kvantitativní analýzu. Jako druhý směsný standard byl použit BAM-K010 (výrobce Bundesanstalt für Materialforschung und Prüfung, Berlin, Německo), který sloužil ke kontrole stability systému.

Extrakce a čištění vzorků kalů a kompostů

Podstata zkoušky

Všechny potřebné pracovní roztoky a sorbenty byly připraveny podle normy². Do 250ml kuželové Erlenmayerovy baňky se zábrusem se navažovalo takové množství vzorku, aby množství sušiny bylo přibližně 10 g, maximálně však 20 g vzorku.

Ke vzorku se přidalo 40 ml acetonu, baňka se vzorkem a acetonem se uzavřela teflonovou zátkou a vložila na 5 min do ultrazvukové lázně. Poté se přidalo 30 ml pracovního roztoku hexanu s přidavkem *n*-dekanu (1,095 mg l^{-1}) a *n*-tetrakontanu (1,5 mg l^{-1}) a míchalo se 30 min na magnetické míchače při optimálních otáčkách.

Vzorek byl odstředěn a extrakt se třikrát promyl deionizovanou vodou s přidavkem chloridu sodného (65 ml 16% roztoku NaCl). Poté byl extrakt vysušen bezvodým síranem sodným, přečištěn na koloně s vrstvou florisilu,

zahuštěn na objem 10–15 ml a odpařen pod proudem dusíku na objem 250–500 μl . Zahuštěný extrakt byl pro stanovení pomocí GC-FID doplněn na konečný objem 1 ml. S každou řadou vzorků bylo provedeno stanovení slepého pokusu úplným postupem, tedy s použitím všech činidel, přístrojů a nádobí stejným způsobem jako u vzorků.

Analýza uhlovodíků C_{10} – C_{40} metodou GC-FID

Vzorek se po zahuštění dusíkem na objem 250 až 500 μl převedl na konečný objem 1 ml v hexanu. Pokud se během zahušťování pomocí dusíku objevily ve vialce pevné kousky v důsledku poklesu teploty během zahušťování, obsah vialky se před doplněním na objem 1 ml nejprve zahřál a pevné kousky se rozpustily.

Analýza vzorku doplněného na objem 1 ml se prováděla na plynovém chromatografu HP 6890 s plamenově-ionizačním detektorem s nepolární kapilární kolonou Equity-5 (30 m \times 0,25 mm \times 0,25 μm) za použití optimalizovaných parametrů (teplotní program – 50 $^{\circ}\text{C}$, 2 min, 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 310 $^{\circ}\text{C}$, 18,5 min, teplota detektoru 310 $^{\circ}\text{C}$, teplota injektoru 300 $^{\circ}\text{C}$, technika nástřiku: bez děliče toku po dobu 0,2 min, množství nastříkovaného vzorku 1 μl , lineární rychlost nosného plynu 30 cm s^{-1} , nosný plyn dusík, pracovní režim: konstantní průtok).

Současně byla za stejných podmínek prováděna také analýza čistého hexanu; získaný chromatogram sloužil jako slepý pokus.

Kalibrace a výpočty při GC analýze

Kalibrace externím standardem se prováděla pomocí směsných standardů motorové nafty + HCVD (1:1) o známých koncentracích v hexanu s přidavkem *n*-dekanu a *n*-tetrakontanu a také s přidavkem 20 μl xylenu. Nastříkovalo se 1 \times po 1 μl každého kalibračního roztoku za použití optimalizovaných parametrů. Kalibrační graf se sestavil vynesáním součtů ploch píků směsných standardů motorová nafta + HCVD (1:1), nacházejících se v retenčním okně vymezeném *n*-dekanem a *n*-tetrakontanem, korigovaných o hodnoty slepého pokusu (čistého hexanu) ve stejném retenčním okně, proti koncentracím směsných standardů motorová nafta + HCVD (1:1). Integrace se začínala hned za píkem *n*-dekanu na úrovni signálu před píkem rozpouštědla a ukončovala těsně před začátkem píku *n*-tetrakontanu na stejné úrovni signálu. Korekce na slepý pokus se prováděla odečtením chromatogramu slepého pokusu s hexanem od chromatogramu standardu a integrací získaného chromatogramu v retenčním okně vymezeném *n*-dekanem a *n*-tetrakontanem.

Chromatogramy vzorků a slepého pokusu úplným postupem se nejprve korigovaly na slepý pokus s hexanem. Korekce se prováděla jako rozdíl chromatogramu vzorku nebo slepého pokusu úplným postupem a slepého pokusu hexanem elektronickým odečtením záznamů. Výsledné chromatogramy se integrovaly jako jeden pík v rozmezí píků *n*-dekanu a *n*-tetrakontanu. Získaná hodnota plochy slepého pokusu úplným postupem se poté odečetla od hodnot ploch získaných pro jednotlivé vzorky. Ze

zjištěné kalibrační funkce pro směsný standard motorová nafta + HCVD (1:1) se určila koncentrace uhlovodíků C_{10} – C_{40} v hexanu v mg l^{-1} . Tato koncentrace se korigovala na výtěžnost metody a dále přepočtena na sušinu původního vzorku.

Výsledky a diskuse

Výběr vložky pro injektor s děličem a bez děliče toku

Výběr skleněné vložky (lineru) do injektoru má pro správné kvantitativní stanovení uhlovodíků C_{10} – C_{40} velký význam. Vhodná vložka ovlivňuje především reprodukovatelnost odezvy a výtěžnost při analýze komplexních směsí látek s širokým rozmezím bodů varu. Z tohoto hlediska byl také posuzován výběr ze dvou vložek: vložka typu „dvojitý husí krk (double gooseneck)“ a otevřená vložka pro injektor s děličem a bez děliče toku se zúžením uprostřed. Výtěžnost uhlovodíků C_{10} – C_{40} byla ověřována obohacením modelového kalu příslušným množstvím standardu tak, aby výsledný obsah uhlovodíků C_{10} – C_{40} v konečném objemu 1 ml byl 5 g l^{-1} . Výsledky analýz standardu BAM-K010 dvanáctkrát přidaného k modelovému kalu na obou typech vložek jsou uvedeny v tab. I.

Na základě lepší výtěžnosti při srovnatelné reprodukovatelnosti odezvy byla pro další měření zvolena otevřená vložka pro injektor s děličem a bez děliče toku. Praktickou výhodou otevřené vložky pro injektor s děličem a bez děliče toku je její výrazně snadnější čištění ve srovnání s vložkou typu „dvojitý husí krk“.

Validace GC-FID metody pro stanovení uhlovodíků C_{10} – C_{40}

Mez detekce a mez stanovitelnosti

Mez detekce byla stanovena jako koncentrace poskytující signál odpovídající trojnásobku směrodatné odchylky získané z opakovaných měření vzorků zeminy na koncentrační úrovni 1 g kg^{-1} sušiny uhlovodíků C_{10} – C_{40} (standardu BAM-K010) a činila 140 mg kg^{-1} sušiny.

Tabulka I

Výsledky analýz standardu BAM-K010 dvanáctkrát přidaného k modelovému kalu na dvou typech vložek do injektoru.

	A		B	
	x [mg/l]	výtěžnost [%]	x [mg/l]	výtěžnost [%]
Průměr	4 303	86	3 961	79
Směrodatná odchylka	211		169	
RSD, %	5		4	

A – otevřená vložka pro injektor s děličem a bez děliče toku, B – vložka typu „dvojitý husí krk (double gooseneck)“

Mez stanovitelnosti byla vypočtena jako koncentrace poskytující signál odpovídající desetinásobku směrodatné odchylky získané z opakovaných měření vzorků zeminy na koncentrační úrovni 1 mg kg^{-1} sušiny uhlovodíků C_{10} - C_{40} (standardu BAM-K010) a činila 470 mg kg^{-1} sušiny.

Ze zjištěných hodnot meze detekce a meze stanovitelnosti lze konstatovat, že vyhovují legislativním požadavkům pro analýzu odpadů, které nesmějí být ukládány na skládky skupiny S – inertní odpad (limitní hodnota C_{10} až C_{40} 500 mg kg^{-1} sušiny). V případě analýzy odpadů využívaných na povrchu terénu (limitní hodnota C_{10} - C_{40} 300 mg kg^{-1} sušiny) lze podle potřeby snížit mez stanovitelnosti zvýšením navážky vzorku nebo redukcí finálního objemu extraktu.

Výtěžnost metody

Výtěžnost metody byla testována pomocí modelové písčité zeminy s přidavkem standardu BAM způsobem uvedeným v experimentální části.

Výtěžnost (recovery) metody byla vypočtena jako poměr množství analytu Z získaného danou analytickou metodou k přijaté referenční hodnotě R. Výtěžnost metody pro uhlovodíky C_{10} - C_{40} obsažené ve standardu BAM-K010 o koncentraci 1 g kg^{-1} sušiny v zemině ve srovnání s referenční hodnotou byla 96 %. Výtěžnost 96 % je možné považovat za velmi dobrou.

Preciznost měření a nejistota výsledků měření

Za podmínek mezilehlé preciznosti bylo provedeno 14 měření úplným postupem (spikování modelové zeminy

standardem BAM-K010, extrakce acetonem a převedení do hexanu, čištění, zahuštění na 1 ml a vlastní stanovení uhlovodíků C_{10} - C_{40} metodou GC-FID) na jednom zařízení a jedním operátorem v průběhu delšího časového intervalu (2 měsíce). Výsledky jsou uvedeny v tab. II.

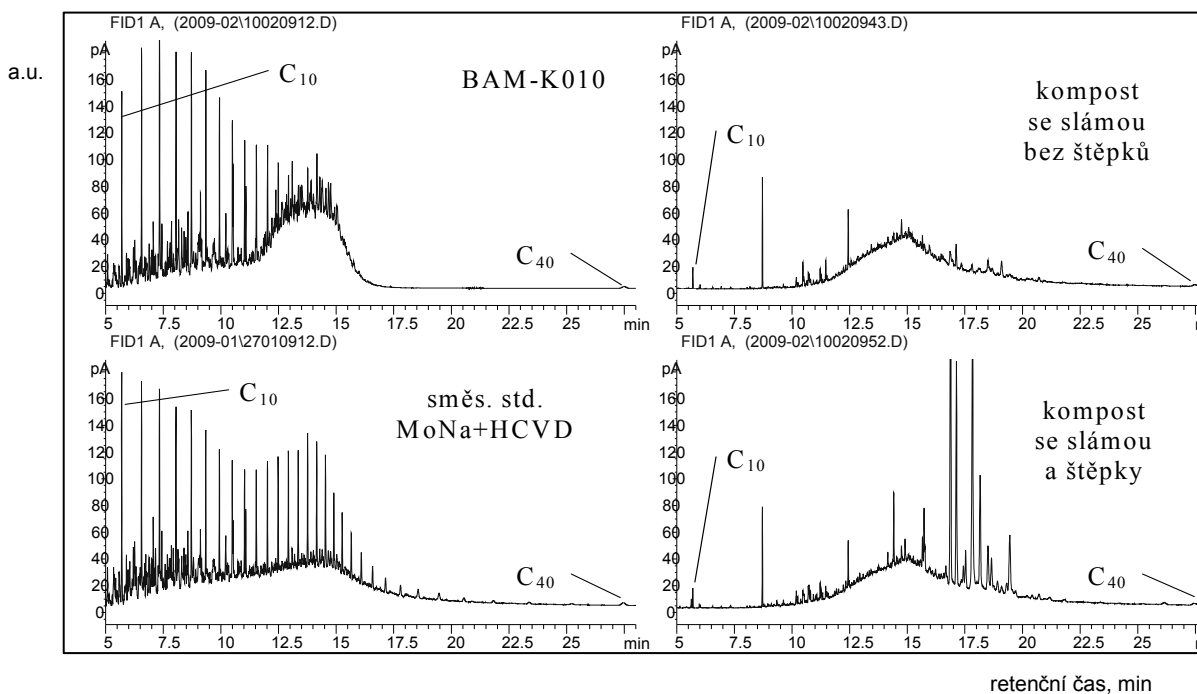
Mezilehlá preciznost vypočtená v předchozím odstavci je dobrým základem pro odhad nejistoty měření, neboť zahrnuje příspěvky většiny operací včetně úpravy vzorku. Při odhadu nejistoty analýzy reálných vzorků je nutno vzít v úvahu ještě další zdroje nejistot, zejména nejistoty způsobené heterogenitou vzorků, jejich nestabilitou, případně další příspěvky spojené s odběrem vzorků.

Získanou hodnotu nejistoty $U = 10,2 \%$ (rel.) na hladině významnosti 95 % vypočtenou ze vztahu $U = t_{n-1} \text{ RSD}$ s použitím koeficientu Studentova rozdělení $t_{n-1} = 2,16$, kde n je počet měření a RSD je velikost nalezené relativní směrodatné odchylky⁶, lze také považovat za velmi dobrou.

Vliv matrice na stanovení uhlovodíků C_{10} - C_{40}

Zhodnocení vlivu matrice na stanovení obsahu uhlovodíků C_{10} - C_{40} bylo provedeno na základě srovnání výtěžnosti analýzy pro dva odlišné typy matrice – písčité zeminy s nízkým obsahem organické hmoty a směšného komunálního kalu s vysokým obsahem organické hmoty. Výtěžnost stanovení obsahu uhlovodíků C_{10} - C_{40} pro písčitou zeminu byla 84,5 %, pro směšný kal 85,8 %.

Na základě uvedených výsledků lze konstatovat, že získané hodnoty výtěžností stanovení obsahu uhlovodíků C_{10} - C_{40} pro rozdílné matrice jsou srovnatelné, což pouka-



Obr. 1. GC-FID záznam analýz používaných standardů a reálných vzorků. Použité zkratky jsou popsány v experimentální části

Tabulka II

Preciznost metody vyjádřená jako směrodatná odchylka výsledků 14 opakovaných zkoušek

Parametr	Hodnota
Koncentrační úroveň, mg kg ⁻¹ sušiny	1000
Stanovovaná složka, mg kg ⁻¹ sušiny	C ₁₀ -C ₄₀
Průměr, mg kg ⁻¹ sušiny	960
STD, mg kg ⁻¹ sušiny	47
RSD, %	4,7

zuje na dostatečnou robustnost vyvinuté metodiky vůči vlivu matrice.

Měření reálných vzorků

Vyvinutá metodika byla aplikována na analýzu reálných vzorků kalů a kompostů se štěpkou a bez štěpkou. U měřeného vzorku kompostu se štěpkou byl pozorován nárůst koncentrace C₁₀-C₄₀ oproti vzorku kompostu bez štěpkou (obr. 1).

Plynová chromatografie na rozdíl od IČ spektrometrie při analýze NEL umožňuje alespoň částečně kvalitativní zhodnocení rozdílů v měřených vzorcích. Z porovnání obou chromatogramů je patrné, že uvedený rozdíl je způsoben uvolněním nepolárních látek ze štěpkou do vzorku eluujících v retenční oblasti C₁₀-C₄₀.

Metodika je úspěšně používána v akreditované laboratoři. Pozitivně byla vyhodnocena i účast v okružních testech pro stanovení uhlovodíků C₁₀-C₄₀ ve vodách i kalech. Průměrná odchylka od vztažné hodnoty se za poslední 3 roky pohybovala v rozmezí 8–18 %.

Závěr

Pro účely sledování obsahu uhlovodíků C₁₀-C₄₀ v reálných vzorcích kompostů a kalů byla vyvinuta metodika, která pomocí systému GC-FID umožňuje kvantitativní a zčásti i kvalitativní kontrolu přítomnosti uhlovodíkového znečištění v odebraných vzorcích. Pro daný systém se jako vhodná osvědčila otevřená skleněná vložka pro injektor s děličem a bez děliče toku. V rámci vývoje metodiky byly stanoveny její výkonnostní parametry (validace). Nejistota měření na koncentrační úrovni 1 g kg⁻¹ sušiny má hodnotu 10,2 % (odhadnuto z mezilehlé preciznosti při analýze laboratorních vzorků s přídatkem standardu). Při odhadu celkové nejistoty měření reálných vzorků je třeba vzít v úvahu další vlivy (nehomogenitu, nestálost vzorku, prostředí aj.). Vyvinutá metodika byla aplikována při analýze reálných vzorků kompostů a kalů. Všeobecně je metodika použitelná i pro stanovení uhlovodíků C₁₀-C₄₀

v dalších tuhých maticích – půdách, tuhých odpadech, sedimentech.

Tato práce byla realizována v rámci řešení výzkumného projektu MPO ČR č. FI-IM 3/094.

LITERATURA

1. Koller J., Bindzar T., Bížová J., Janda V.: *Sborník 1. konference Hydroanalytika 2005, Hradec Králové, 20-21 Sept. 2005*, (Sýkora V., Kulajová H., ed.), str. 97. Hradec Králové 2005.
2. ČSN EN 14039 Charakterizace odpadů – Stanovení obsahu uhlovodíků C₁₀-C₄₀ plynovou chromatografií, květen 2005.
3. ČSN 75 7505 – Jakost vod – Stanovení nepolárních extrahovatelných látek metodou infračervené spektrometrie (NEL_{IR}), srpen 1998.
4. Koller J., Kadlčková L., Marek J.: *CHEMagazín 3, 8* (2006).
5. Kovářová K.: *Sborník 1. konference Hydroanalytika 2005, Hradec Králové, 20-21 Sept. 2005*, (Sýkora V., Kulajová H., ed.), str. 107. Hradec Králové 2005.
6. [http://www.mzp.cz/C1257458002F0DC7/cz/metodiky_ekologicke_zateze/\\$FILE/vestnik_3-2008_3%20metod%20pokyn.pdf](http://www.mzp.cz/C1257458002F0DC7/cz/metodiky_ekologicke_zateze/$FILE/vestnik_3-2008_3%20metod%20pokyn.pdf), staženo 10.12.2009.
7. ČSN EN ISO 5667-13 Jakost vod – Odběr vzorků, část 13: Pokyny pro odběr vzorků kalů z čistíren a úpraven vod, únor 1999.
8. Eckschlager K.: *Chyby chemických rozborů*. SNTL, Praha 1971.

P. Kuráň^{a,b}, J. Nováková^a, and P. Janoš^b
^a *Research Institute of Inorganic Chemistry, Ústí nad Labem,* ^b *Faculty of Environment, Jan Evangelista Purkyně University, Ústí nad Labem, Czech Republic):*
Determination of Hydrocarbon Index of C₁₀-C₄₀ in Composts and Sludges by GC-FID with Traditional Split/Splitless Injector

The paper presents the development and validation of a procedure for qualitative and quantitative monitoring of hydrocarbon pollution in composts and sludges by GC-FID using a split/splitless injector. The limits of detection and quantification were 140 and 470 mg kg⁻¹, respectively. The mean value obtained from 14 analyses was 47 mg kg⁻¹, with the uncertainty at the concentration 1 g kg⁻¹ being 10.2 % (by analysis of spiked samples). When estimating the overall uncertainty, additional effects must be considered. It can be used for determination of the C₁₀-C₄₀ hydrocarbon content in various matrices such as soil, solid waste and sediments.