

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Wydanie nr 1
Data 18.06.2018 r.
Strona/Stron: 1/6

PROCEDURA PB-42

OZNACZANIE PESTYCYDÓW CHLOROORGANICZNYCH W PRÓBKACH GLEBY

Egzemplarz użytkowy
Dokument nadzorowany

Opracował:

Marta Wojtkiewicz

Zaopiniował:

Katarzyna Galer-Tatarowicz

Zatwierdził:

Kierownik ds. Jakości

Kierownik Laboratorium

Grażyna Pazikowska-Sapota

Grażyna Dembska



Narodowe Centrum
Badań i Rozwoju



SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-42

Oznaczenie pestycydów chloroorganicznych w
próbkach gleb

Wydanie nr 1
Data 18.06.2018 r.
Aktualizacja 0
Strona/Stron 2 /6

SPIS TREŚCI

1. Cel
2. Przedmiot – zakres
3. Kwalifikacje personelu
4. Oznaczenia
5. Odczynniki i materiały pomocnicze
6. Wyposażenie
7. Warunki prowadzenia badań
8. Opis postępowania
 - 8.1. *Pobieranie próbki gleby*
 - 8.2. *Przygotowanie próbki do badań*
 - 8.3. *Etapy postępowania*
 - 8.4. *Wyrażenie wyników*
 - 8.5. *Zapewnienie jakości*
 - 8.6. *Kontrola i stwierdzenie nieprawidłowości w badaniach*
9. Wykaz powołanych dokumentów
 - 9.1. *Dokumenty normatywne*
 - 9.2. *Dokumenty Systemu Zarządzania Laboratorium*
10. Informacje dodatkowe
11. Wykaz zmian

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-42

Oznaczanie pestycydów chloroorganicznych w
próbkach gleb

Wydanie nr 1
Data 18.06.2018 r.
Aktualizacja 0
Strona/Stron 3 /6

1. CEL

Celem procedury jest ustalenie sposobu oznaczania zawartości pestycydów chloroorganicznych w próbkach gleb rolniczych techniką chromatografii gazowej ze spektrometrią mas (GC-MS).

2. PRZEDMIOT – ZAKRES

Przedmiotem badań są gleby.

Dolna granica oznaczalności: $1,0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$.

3. OZNACZENIA

Pestycydy chloroorganiczne: a-HCH, b-HCH, g-HCH, d-HCH, Aldryna, Izodryna, Dieldryna, Endryna, DDE, DDD, DDT

4. KWALIFIKACJE PERSONELU

Pracownik prowadzący badanie powinien posiadać: średnie wykształcenie chemiczne oraz doświadczenie analityczne.

5. ODCZYNNIKI I MATERIAŁY POMOCNICZE

➤ *Odczynniki i wzorce:*

- Heksan do chromatografii gazowej
- Aceton 99,5% czda
- Kwas siarkowy (VI) min. 95 % czda
- Kolumnienka z żelem krzemionkowym
- Mieszanki wzorcowe pestycydów

➤ *Materiały pomocnicze:*

- 22 cm^3 nierdzewne cele ekstrakcyjne
- Filtry celulozowe
- Fiolki 60 cm^3 z nakrętką i septą
- Thermo Scientific Dionex ASE Prep DE (diatomaceous earth)
- Fiolka 2 cm^3 z nakrętką, septą i wkładem wewnętrznym
- Strzykawka chromatograficzna o pojemności 10 mm^3

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-42

Oznaczanie pestycydów chloroorganicznych w
próbkach gleb

Wydanie nr 1
Data 18.06.2018 r.
Aktualizacja 0
Strona/Stron 4 /6

6. WYPOSAŻENIE

- Thermo Scientific Dionex ASE 350 Accelerated Solvent Extractor
- Chromatograf gazowy ze spektrometrem mas (GC-MS)
- Waga analityczna
- System do odparowywania eluatu w strumieniu gazu obojętnego (azot)
- Wyparka rotacyjna

7. WARUNKI PROWADZENIA BADAŃ

Badania prowadzone są w temperaturze otoczenia.

8. OPIS POSTĘPOWANIA

8.1 Pobieranie próbki gleby

- Pobrać próbkę ogólną gleby z warstwy 0-30 cm
- Aby sporządzić próbkę ogólną należy pobrać do 20 próbek pierwotnych (pojedynczych) równomiernie z powierzchni pola, które ma reprezentować próbka ogólna
- Próbka ogólna (uśredniona) powinna reprezentować obszar użytku rolnego o zbliżonych warunkach przyrodniczych (typ, rodzaj i gatunek gleby, ukształtowanie terenu) i agrotechnicznych (przedplon, uprawa, nawożenie)
- Powierzchnia użytku przypadająca na próbkę ogólną, przy wyrównanej pod względem glebowym powierzchni i zbliżonym ukształtowaniem terenu, nie może przekroczyć obszaru 4 ha.
- Próbkę ogólną należy przygotować oddzielnie dla każdej uprawy.
- Próbki ogólne powinny być zaznaczone na dokładnie wykonanym szkicu, opatrzone kolejnymi numerami wraz z określeniem powierzchni pola, którą reprezentują. Próbki pobrane z użytków zielonych muszą być oprócz numeru oznakowane X.

8.2 Przygotowanie próbki do badań

- Próbka do czasu analizy powinna być przechowywana w temperaturze 2–5°C.
- Próbkę gleby po skwartowaniu należy wysuszyć (suszenie na powietrzu wg normy PN-ISO 11464:1999).

8.3 Etapy postępowania

Ekstrakcja

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-42

Oznaczanie pestycydów chloroorganicznych w
próbkach gleb

Wydanie nr 1
Data 18.06.2018 r.
Aktualizacja 0
Strona/Stron 5 /6

- Odważyć 10 g suchej i rozdrobnionej próbki (po uprzednim oznaczeniu wilgotności) do celi ekstrakcyjnej 22 cm³
- Próbkę ekstrahować w ekstraktorze (ASE - Accelerated Solvent Extraction)
- Warunki ekstrakcji ASE:
 - rozpuszczalnik - heksane/acetone (1:1 v/v)
 - temperatura - 100°C
 - ciśnienie - 1500 psi
 - czas (static time) - 5 min
 - cykl (static cycles) - 1-2
 - płukanie (flush) - 60%
- oczyszczanie (purge) - 60-120 s
- otrzymany ekstrakt oczyścić za pomocą kwasu siarkowego oraz kolumnienki z żelalem krzemionkowym
- ekstrakt zatężyć do 1 cm³ (w wyparce rotacyjnej oraz pod strumieniem azotu)

Analiza

- W uzyskanym ekstrakcie oznaczyć pestycydy metodą chromatografii gazowej ze spektrometrią mas.

8.4 Wyrażenie wyników

Stężenie pestycydów podaje się w mg·kg⁻¹ suchej masy próbki.

8.5 Zapewnienie jakości

W celu zapewnienia jakości i sprawdzenia systemu pomiarowego (odczynniki, urządzenie mierzące, przygotowanie próbki) oraz trybu postępowania stosuje się roztwór wzorcowy Pesticide Mix 323.

Należy wykonywać również analizę próbek równoległych (co 10 próbka na serię pomiarową).

8.6 Kontrola badań i stwierdzone nieprawidłowości w badaniach

Kontrola lub weryfikacja badań musi być wykonana zgodnie z planem kontroli jakości badań – Procedury ogólne: PO-05 „Działania korygujące i zapobiegawcze” oraz PO-08 „Audit wewnętrzny”.

Nieprawidłowości w badaniach stwierdzone przez Personel lub Kierownika Laboratorium powodują powtórne wykonanie badania przez osobę upoważnioną.

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-42

Oznaczanie pestycydów chloroorganicznych w
próbkach gleb

Wydanie nr 1
Data 18.06.2018 r.
Aktualizacja 0
Strona/Stron 6 /6

9. WYKAZ POWOŁANYCH DOKUMENTÓW

9.1 Dokumenty normatywne

- PN-ISO 11464:1999 - wersja polska. Jakość gleby -- Wstępne przygotowanie próbek do badań fizyczno-chemicznych
- PN-R-04031:1997 – Analiza chemiczno-rolnicza gleby. Pobieranie próbek.

9.2 Dokumenty Systemu Zarządzania Laboratorium

- PO-03 Postępowanie z materiałami pomocniczymi i odczynnikami
- PO-05 Działania korygujące i zapobiegawcze
- PO-07 Ochrona praw własności i zachowanie poufności
- PO-08 Audit wewnętrzny
- PO-11 Nadzór nad wyposażeniem
- PO-12 Pobieranie próbek pierwotnych oraz postępowanie z próbkami pierwotnymi i analitycznymi
- PO-13 Kontrola jakości badań

10. INFORMACJE DODATKOWE

Do procedury nie dołączono.

11. WYKAZ ZMIAN

Numer karty zmian	Data wydania	Podpis KJ	Podpis użytkownika

Weryfikacja oznaczanie pestycydów chloroorganicznych w próbkach gleby w:

Katarzyna Galer-Tatarowicz, Grażyna Pazikowska-Sapota, Grażyna Dembska, Lidia Dzierzbicka-Głowacka. *Wpływ gospodarstw rolnych Gminy Puck na jakość gleb, wód śródlądowych i morskich – pestycydy*, XII Konferencja „CHEMIA, GEOCHEMIA I OCHRONA ŚRODOWISKA MORSKIEGO” SOPOT, Instytut Oceanologii PAN 19.10.2018– prezentacja

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-42

Oznaczanie pestycydów chloroorganicznych w
próbkach gleb

Wydanie nr 1
Data 18.06.2018 r.
Aktualizacja 0
Strona/Stron 7 /6

Podziękowania:

Opracowana metoda to efekt realizacji projektu WaterPUCK o numerze BIOSTRATEG3/343927/3/NCBR/2017 finansowanego w przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju (NCBiR) w ramach programu BIOSTRATEG III.