

M U N I
P E D

ANALYTICKÁ CHEMIE

Mgr. Jana Horská, Ph.D.
Katedra fyziky, chemie a odborného vzdělávání
Pedagogická fakulta MU
Poříčí 7
603 00 Brno

3. část

Instrumentální metody analytické chemie

Separáčn  (d l c ) metody

Úvod do analytických separačních metod



- První krok zpracování ropy – separace na jednotlivé frakce podle teploty varu (rektifikační věže)
- složky s nejnižší teplotou varu odpařeny jako první
- regulace teploty kotle a kolony – řízen rozsah teploty varu kondenzující frakce

Základní pojmy

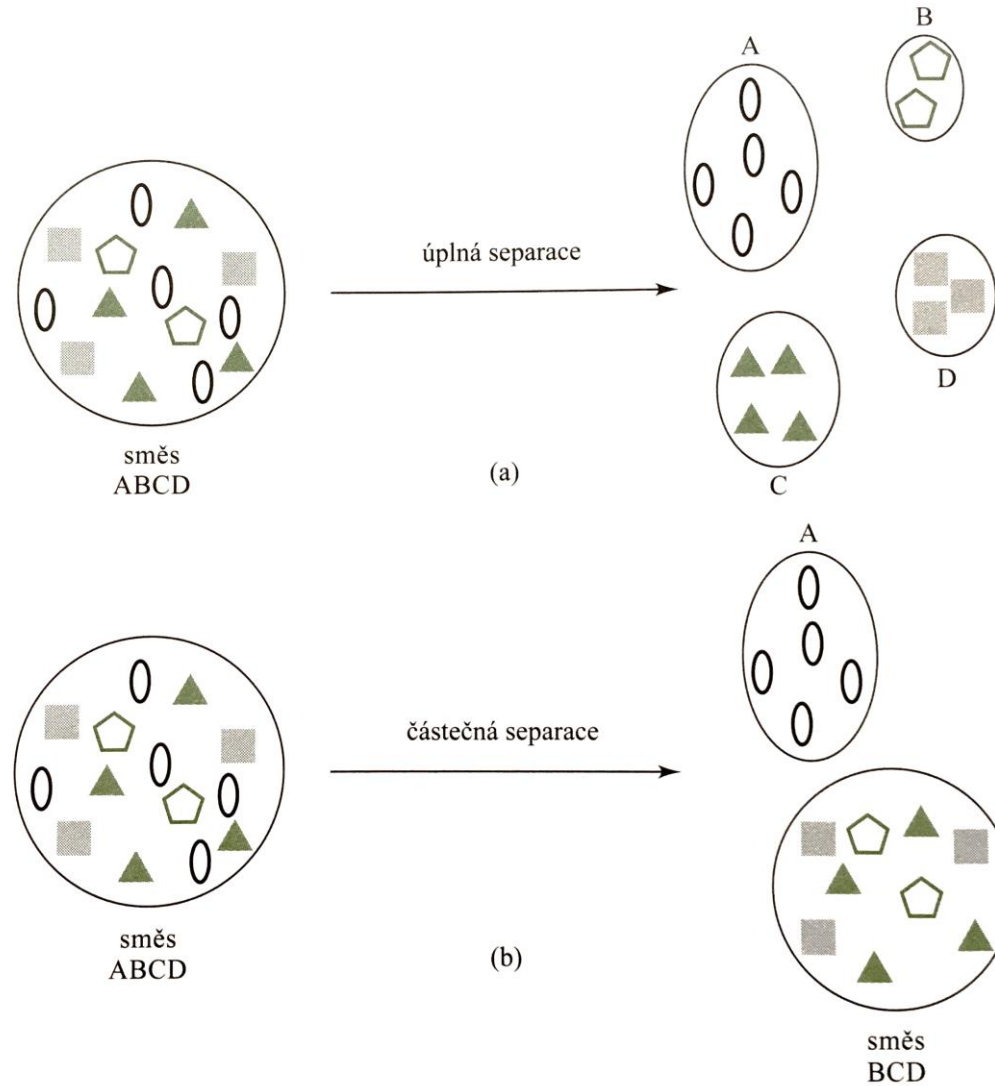
- Jen velmi málo měřících technik používaných v analýze je specifických pro jednu chemickou látku.



Interferent (interference)

- Jak odstranit interference?
- **separace**
- úprava matrice vzorku
- ředění
- fáze = homogenní část heterogenního systému oddělená od okolí ostrým fázovým rozhraním (*mobilní a stacionární fáze*)
- separace (dělení) = proces oddělování jednotlivých složek nějaké směsi za účelem získání čistých složek (většinou založeny na **rozdílné distribuci** dělených látek mezi dvě různé **nemísitelné fáze**)

Základní principy separace



separace x směřování

Základní pojmy

- separace $\begin{matrix} \rightarrow \\ \rightarrow \end{matrix}$ analytické – cílem je stanovení látek ze směsi
preparativní – cílem je získat (izolovat) čistou látku ve velkém množství jako produkt

podmínky oddělení dvou látek:

- a) v bodu varu
- b) v rozpustnosti
- c) v rozdělovací konstantě
- d) v disociační konstantě
- e) v iontové pohyblivosti
- f) ve velikosti a hmotnosti molekul



Základní pojmy

- Jiná možnost rozdělení dělicích metod:
- podle toho, zda k dělení dochází uvnitř jedné fáze (např. dialýza, elektroforéza), nebo mezi dvěma fázemi (např. chromatografie, krystalizace, destilace)
- <https://www.youtube.com/watch?v=l7wJNRZpDT4>
- Požadavky na dělicí metodu:
- 1. dostatečná čistota
- 2. dostatečná šetrnost vůči požadované látce
- Podle těchto hledisek posuzujeme účinnost příslušné dělicí metody.

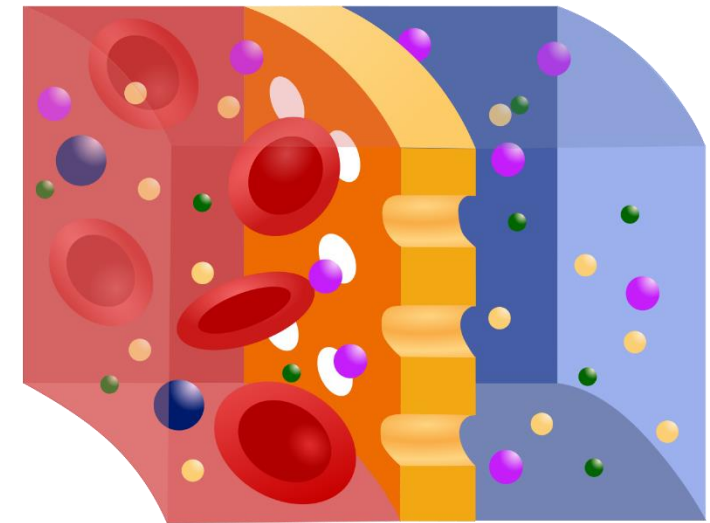

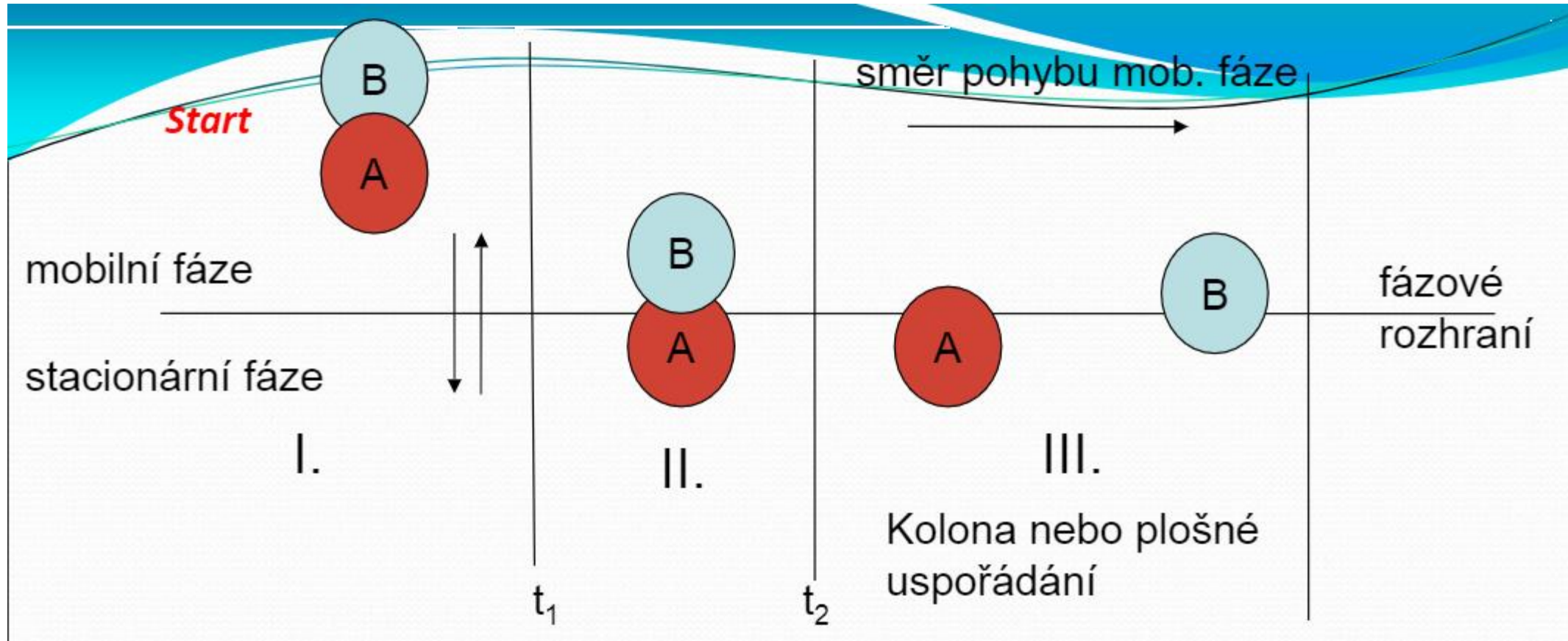


schéma semipermeabilní membrány

Chromatografické separace

- chromatografie = technika, při které jsou složky směsi separovány na základě rozdílné rychlosti, s jako jsou unášeny zafixovanou (stacionární, nehybná) fází kolem plynné nebo kapalně mobilní (pohyblivé) fáze
 - využití: a) separace
 - b) identifikace
 - c) stanovení
 - molekuly složek (S_1 , S_2 , S_3) dělené směsi vnikají do obou fází, ale setrvávají v nich různě dlouhou dobu. Molekuly složky S_1 , trávící více času v pohybující se mobilní fázi, jsou více strhávány, než molekuly složky S_2 , setrvávající déle ve fázi stacionární
- 
- postupně se proto tyto látky (složky) od sebe oddělí

Klasifikace chromatografických metod



Klasifikace chromatografických metod

- Klasifikace podle uspořádání:
- plošná chromatografie
- papírová (PC, paper chromatography))
- tenkovrstevná (TLC, thin layer chromatography)

- sloupcová chromatografie :
- kapalinová (LCC, Liquid-liquid chromatography)
- vysoce účinná, vysokotlaká (HPLC, high performance liquid chromatography)

Klasifikace chromatografických metod

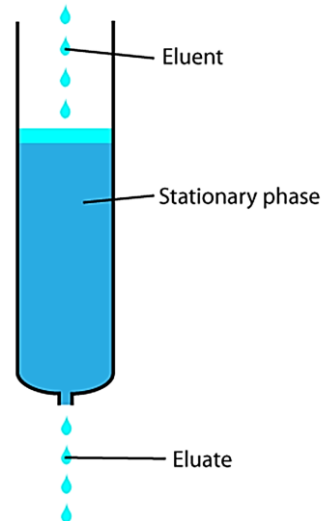
- Základní rozdělení podle separačního principu (mechanismu):
 - adsorpční chromatografie
 - rozdělovací (partiční) chromatografie
 - iontová výměna
- Rozdělení chromatografie podle skupenství fází:
 - kapalinová chromatografie (LC, liquid chromatography)
 - plynová chromatografie (GC, gas chromatography)

hlavní typ chromatografie	mobilní fáze	stacionární fáze	název	zkratka	anglický název
plynová chr. (GC – gass chromatography)	plyn	kapalina	plynová rozdělovací chromatografie	GLC	gass-liquid chr.
		pevná látka	plynová adsorpční chromatografie	GSC	gass-solid chr.
kapalinová chr. (LC – liquid chromatography)	kapalina	kapalina	kapalinová rozdělovací chromatografie	LLC	liquid-liquid chr.
			gelová permeační chromatografie	GPC	gel-permeation chr.
			papírová chromatografie	PC	paper chr.
			tenkovrstvá chromatografie	TLC*	thin layer chr.
	pevná látka	kapalinová adsorpční chromatografie	LSC	liquid-solid chr.	
		iontově výměnná chromatografie	IEC	ion exchange chr.	
		tenkovrstvá chromatografie	TLC*	thin layer chr.	

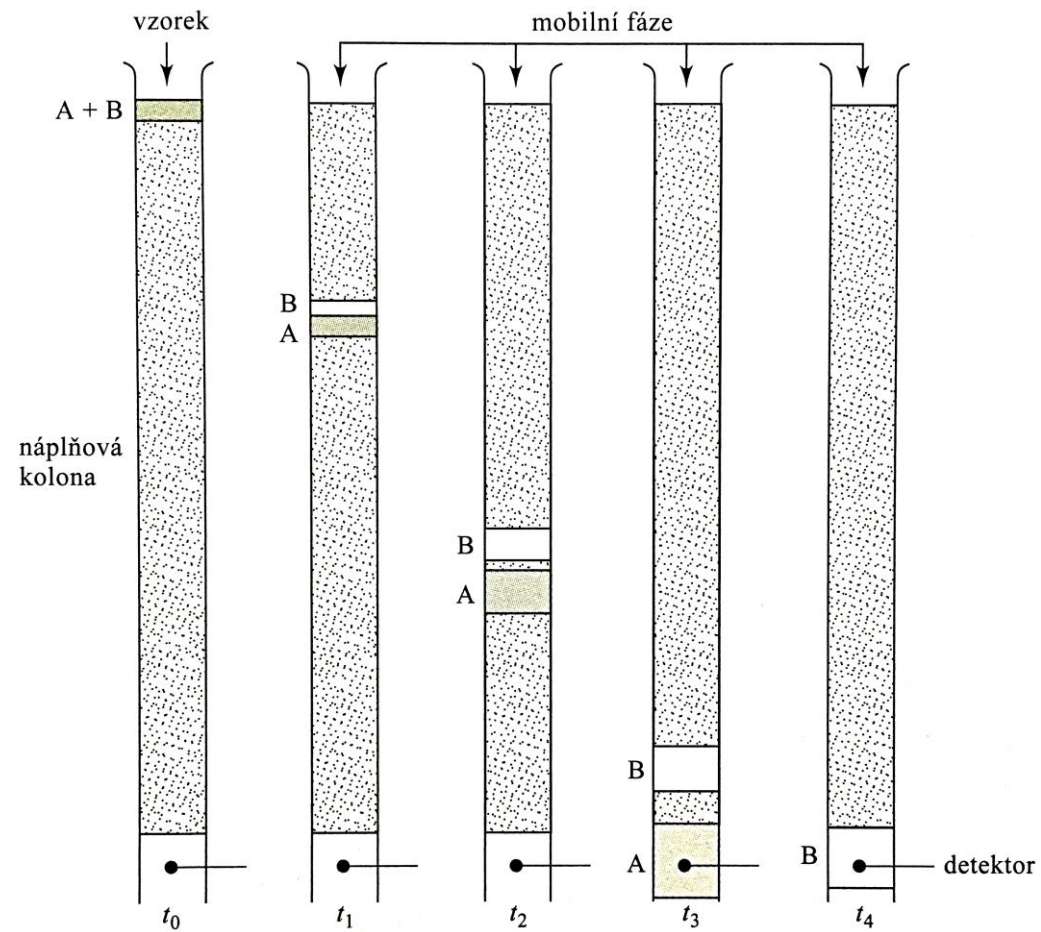
*TLC chromatografie existuje jako rozdělovací (stacionární fází je kapalina zakotvená na pevné látce) i jako adsorpční (stacionární fází je přímo tuhá látka) chromatografie

Pojmy v kolonové chromatografii

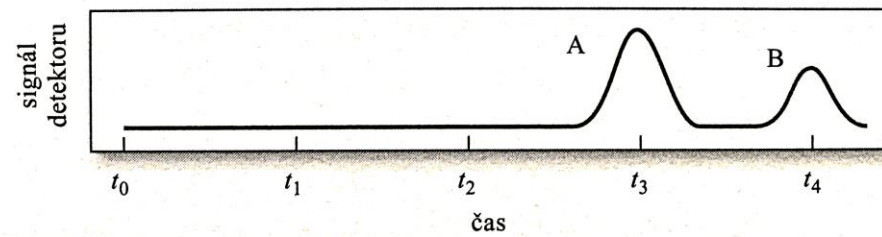
- **eluce** (z lat. *eluere* = vymývat) = proces, při kterém jsou složky vzorku unášeny mobilní fází vrstvou stacionární fáze
- **eluát** = mobilní fáze, která opouští kolonu
- **eluent** = rozpouštědlo, plyn nebo superkritická tekutina, která unáší složky vzorku stacionární fází



chromatografický sloupec



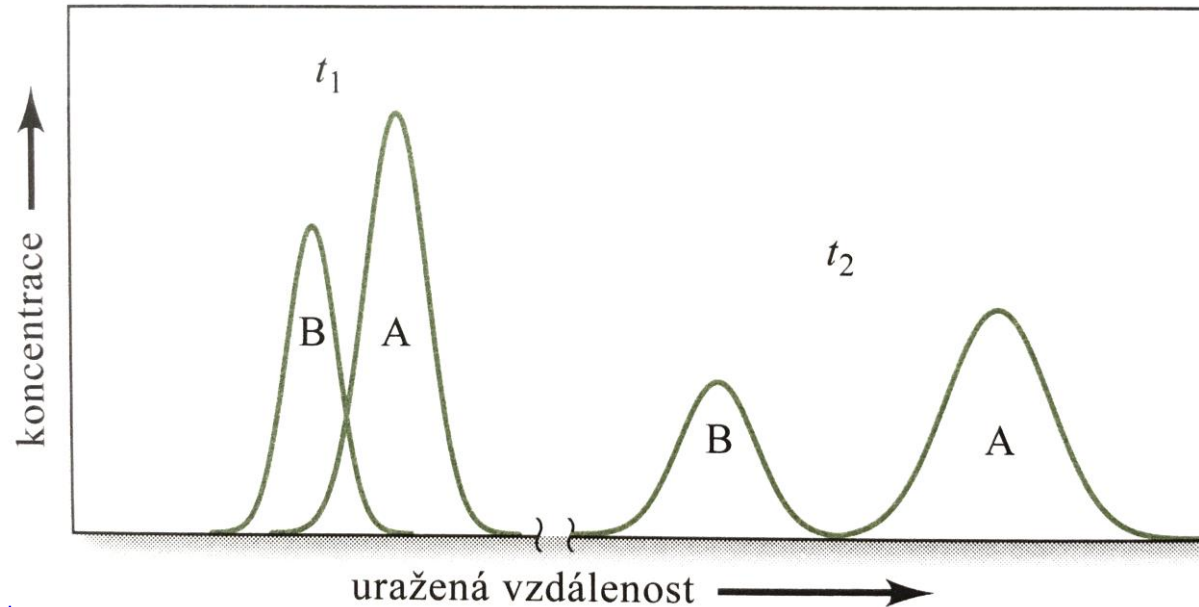
(a)



(b)

Chromatogram

- závislost veličiny, která je funkcí koncentrace analytu, vynesené proti elučnímu času nebo elučnímu objemu
- kvalitativní údaj = pozice maxima píku na časové ose
- kvantitativní údaj = plocha píku



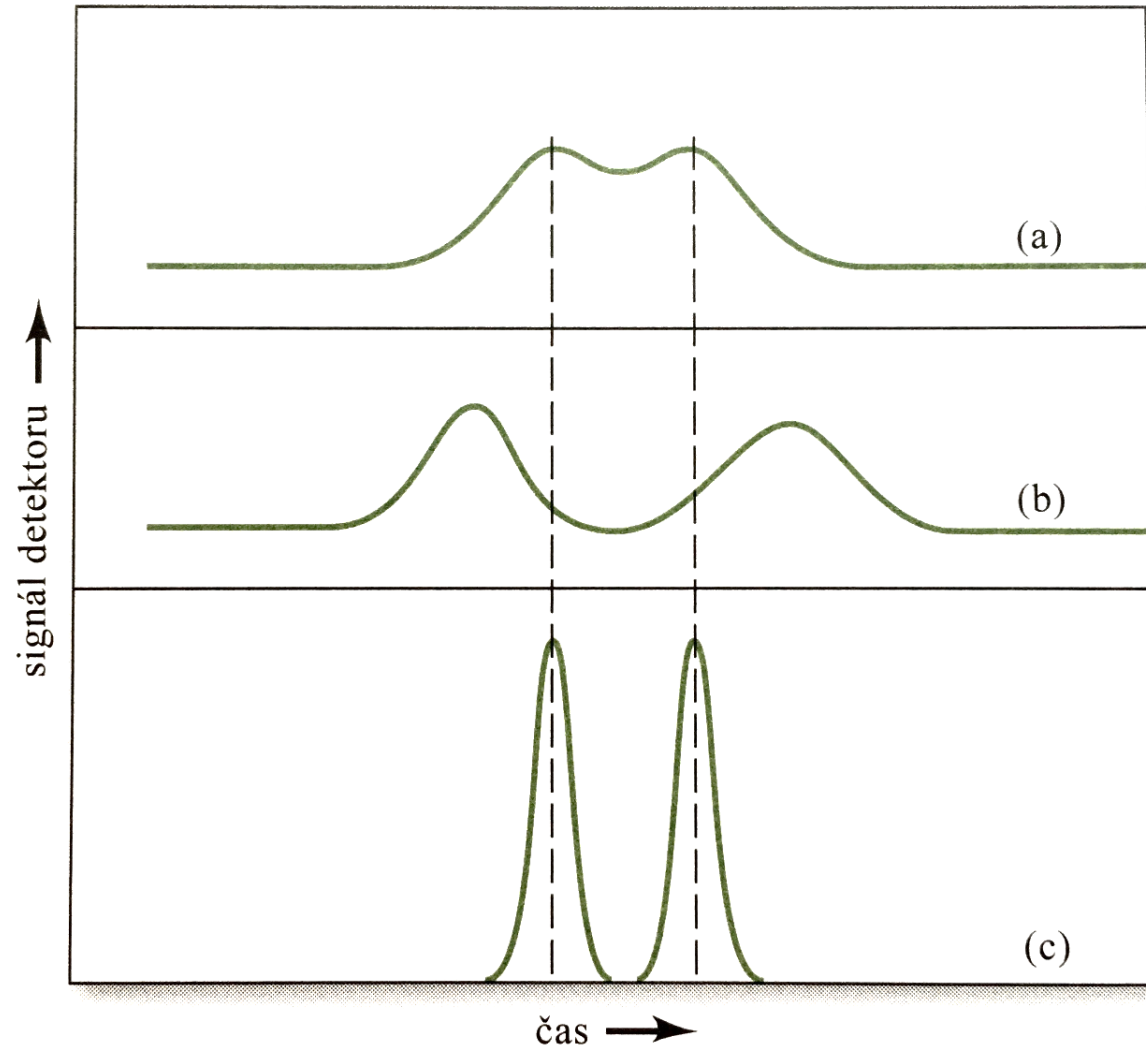
Efektivita separace

– rychlost separace
a rychlost rozšiřování zón

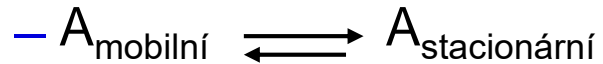
a) původní chromatogram
s překrývajícími se píky;

b) zlepšení způsobené větším
oddělením zón;

c) zlepšení způsobené zúžením
zón



Rychlost pohybu látek kolonou



– distribuční konstanta K

– $K = (a_A)_S / (a_A)_M$

– $K = c_S / c_M$

$$t_R = t_S + t_M$$

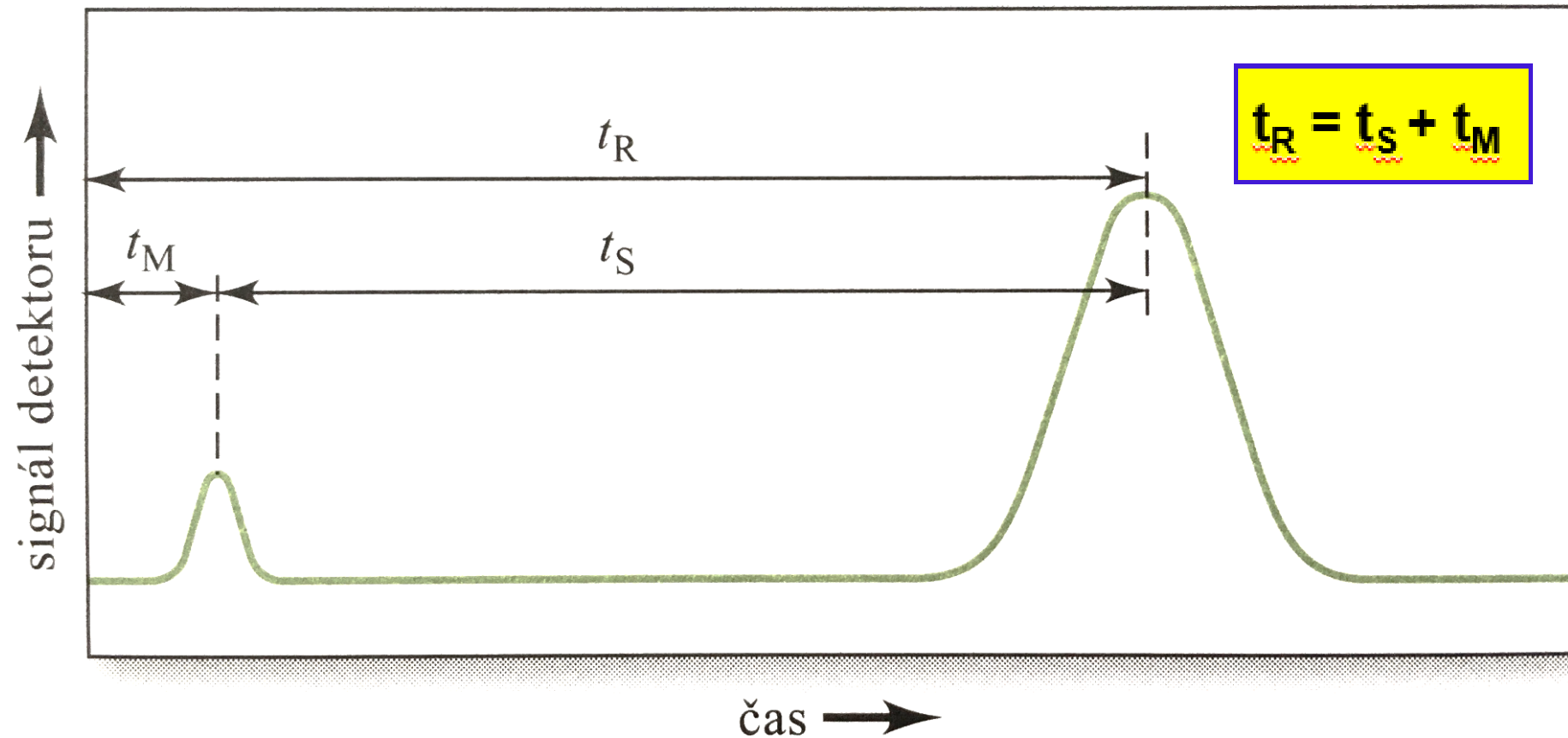
– retenční čas t_R (angl. *retention time*), retenční objem

= čas, který uběhne od nástřiku vzorku do průchodu zóny analytu detektorem umístěným za chromatografickou kolonou

– mrtvý čas t_M (angl. *dead time* nebo *void time*)

= čas, který potřebuje látka nezadržovaná na stacionární fázi k průchodu chromatografickou kolonou (všechny složky vzorku stráví v mobilní fázi takto dlouho dobu)

Rychlost pohybu látek kolonou



Rychlost pohybu látek kolonou

– průměrná lineární rychlost pohybu látky v koloně

$$- \bar{v} = \frac{l}{t_R}$$

– průměrná lineární rychlost molekul mobilní fáze

$$- u = \frac{l}{t_M}$$

Rychlost pohybu látek kolonou

– retenční faktor k_A

– = čas, který analyt stráví ve stacionární fázi, v poměru k času, který stráví v mobilní fázi

$$k_A = \frac{t_R - t_M}{t_M} = \frac{t_S}{t_M}$$

(ideální případ k_A = mezi hodnotami 1 a 5)

– separační faktor α

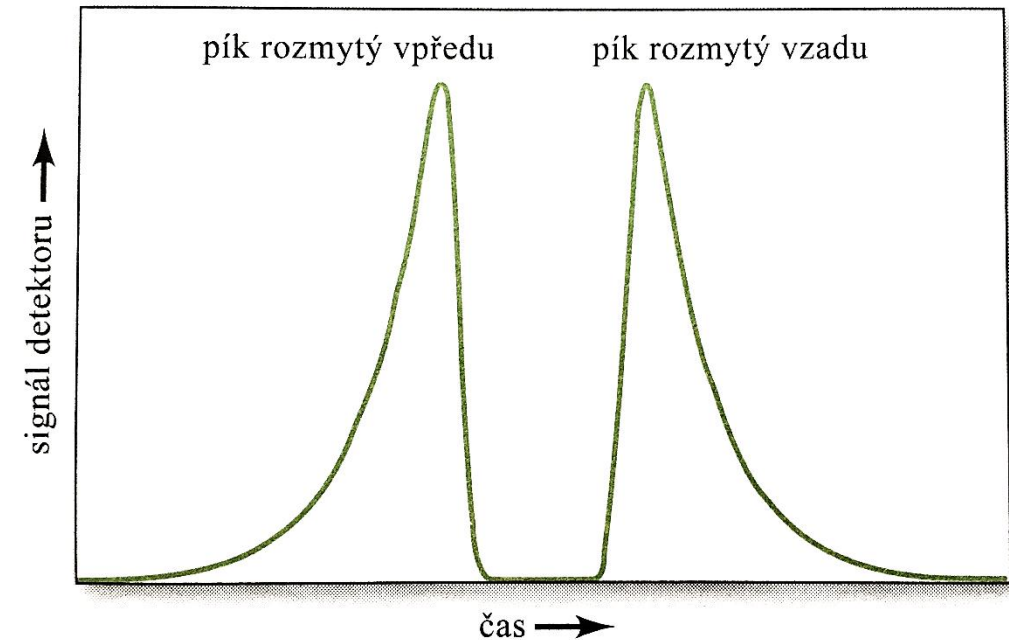
– = poměr distribučních konstant silněji zadržovaného analytu (B) a slaběji zadržovaného analytu (A)

$$\alpha = K_B/K_A$$

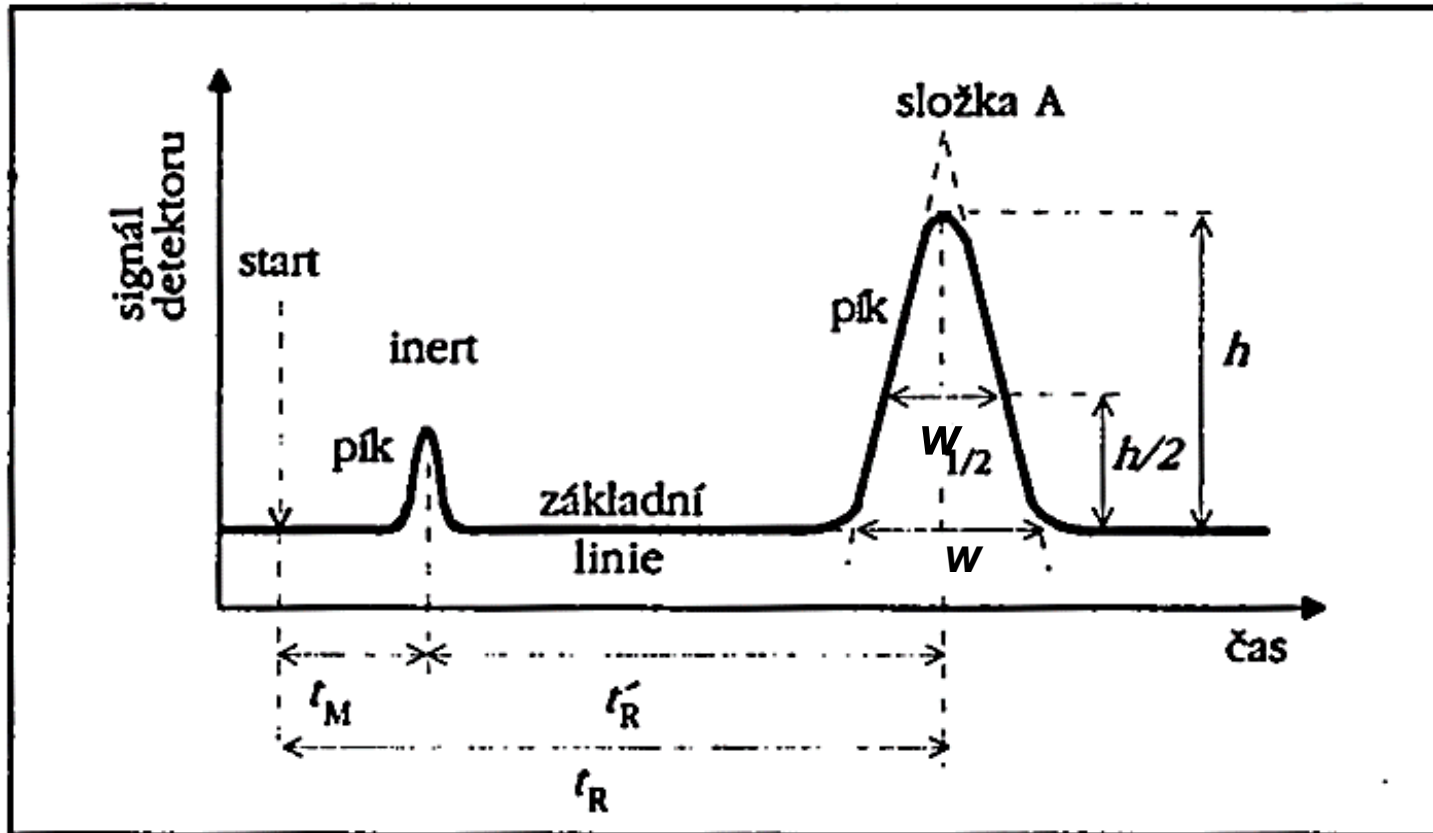
$$\alpha = \frac{t_{R,B} - t_M}{t_{R,A} - t_M}$$

Rozmývání zón a účinnost kolony

- rychlostní teorie chromatografie
- popisuje tvary a šířky elučních zón kvantitativním způsobem na základě mechanismu náhodného pohybu molekul v koloně
- pík rozmytý vpředu (angl. *fronting peaks*)
- pík rozmytý vzadu (angl. *tailing peaks*)



Popis chromatografického píku



H – výška píku

W – šířka píku v základně

$W_{1/2}$ – šířka píku v polovině jeho výšky

t_R – retenční čas (kvalitativní charakteristika: závisí na druhu látky)

t'_R – redukovaný retenční čas

t_M – mrtvý retenční čas

plocha píku (kvantitativní údaj: závisí na množství látky)

Rozlišení

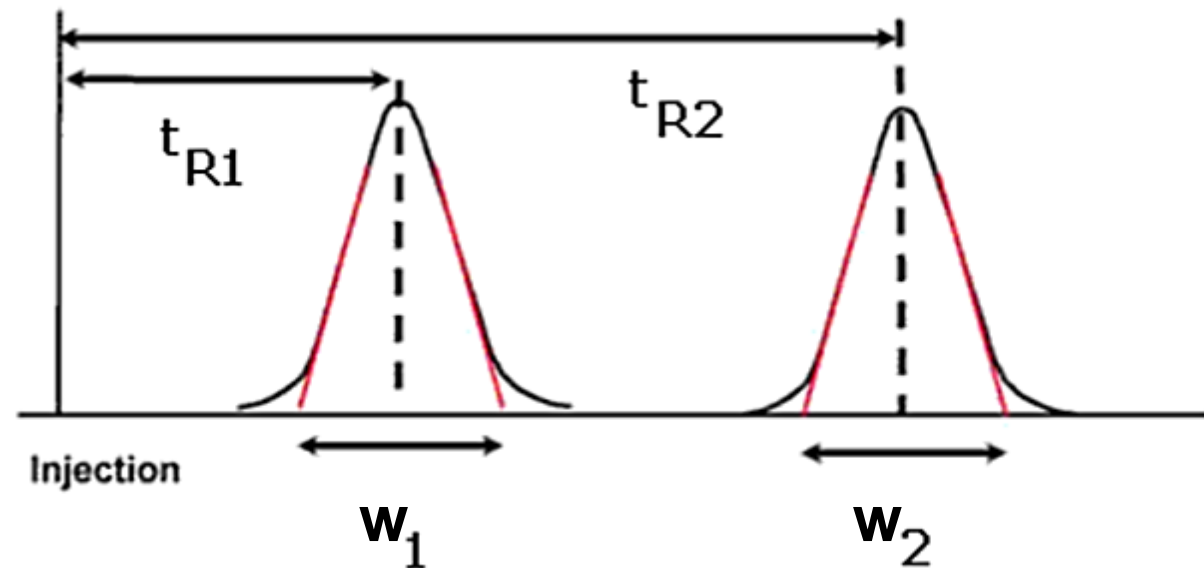
= R_s – parametr charakterizující míru oddělení dvou píků (složky 1 a 2)

kvantitativní měřítko

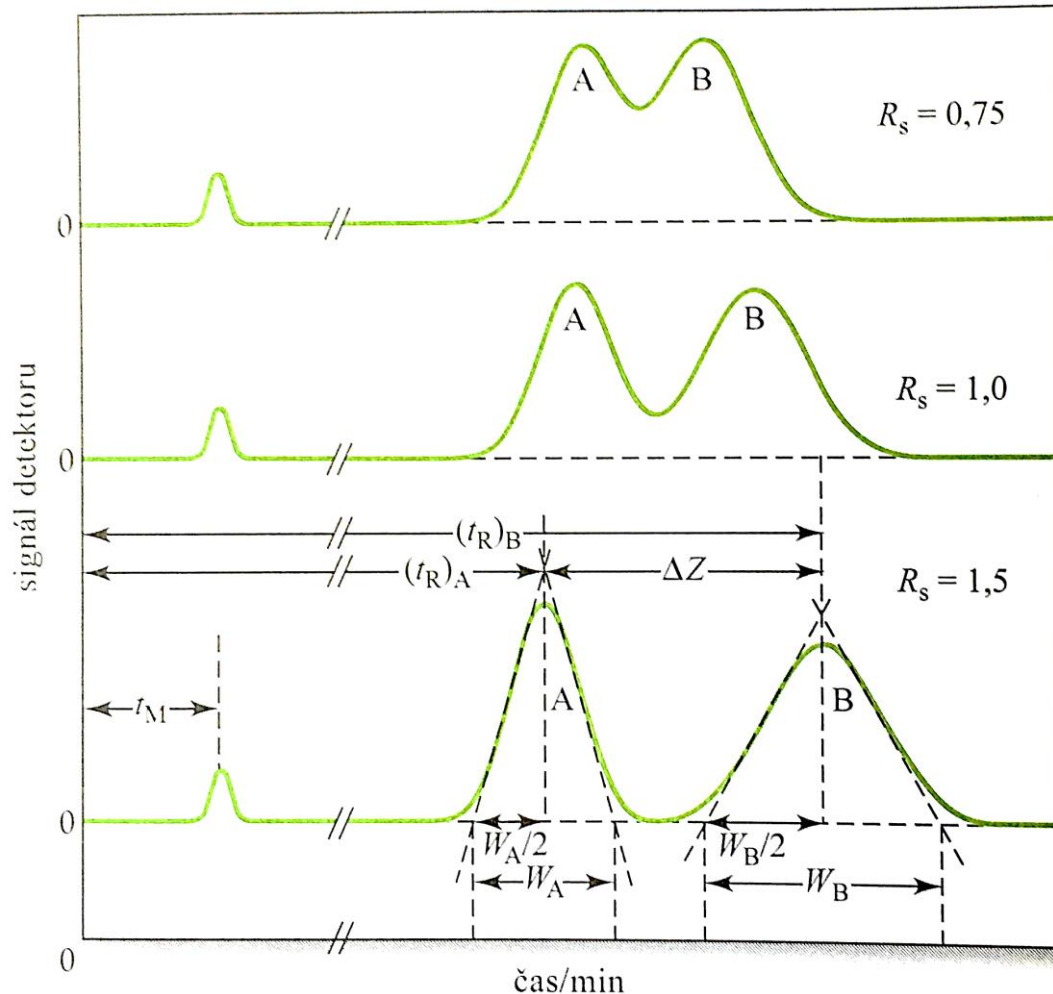
$$R_{1,2} = 2 \cdot \frac{(t_{R2} - t_{R1})}{(w_2 + w_1)}$$

w ...šířka píku u základní linie
(angl. *base line*)

grafické vyjádření rozlišení



Ukázka separací se třemi rozdílnými hodnotami rozlišení



dosažení požadovaného rozlišení

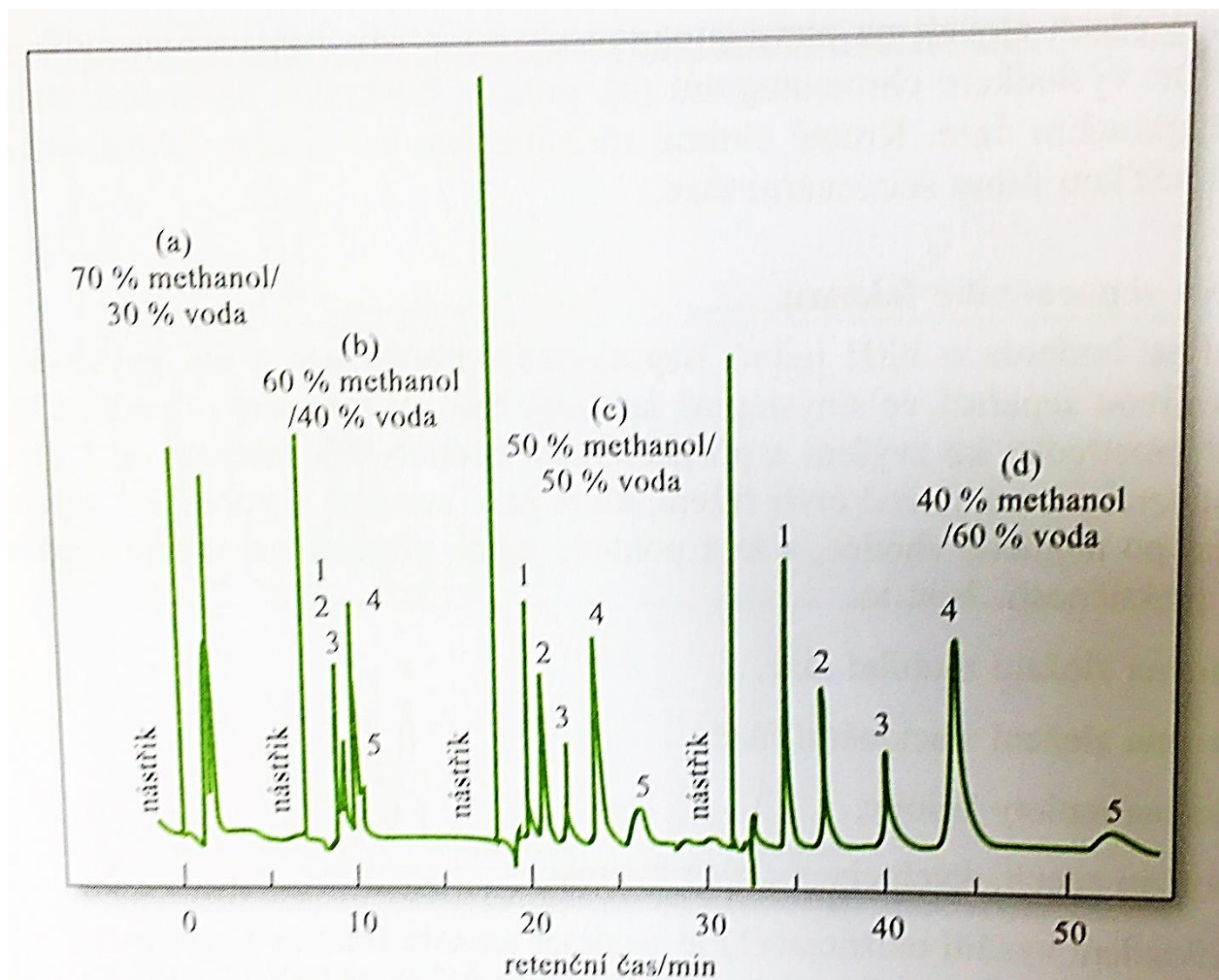
$R_s = 1$ dostatečné

$R_s = 1,5$ téměř dokonalé

$R_s > 2$ nadbytečné

$$R_{1,2} = 2 \cdot \frac{(t_{R2} - t_{R1})}{(w_2 + w_1)}$$

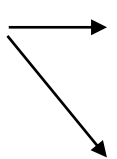
Vliv složení mobilní fáze na výsledný chromatogram



analyty:

- (1) 9,10-anthrachinon,
- (2) 2-methyl-9,10-anthrachinon,
- (3) 2-ethyl-9,10-anthrachinon,
- (4) 1,4-dimethyl-9,10-anthrachinon,
- (5) 5-*terc*-butyl-9,10-anthrachinon

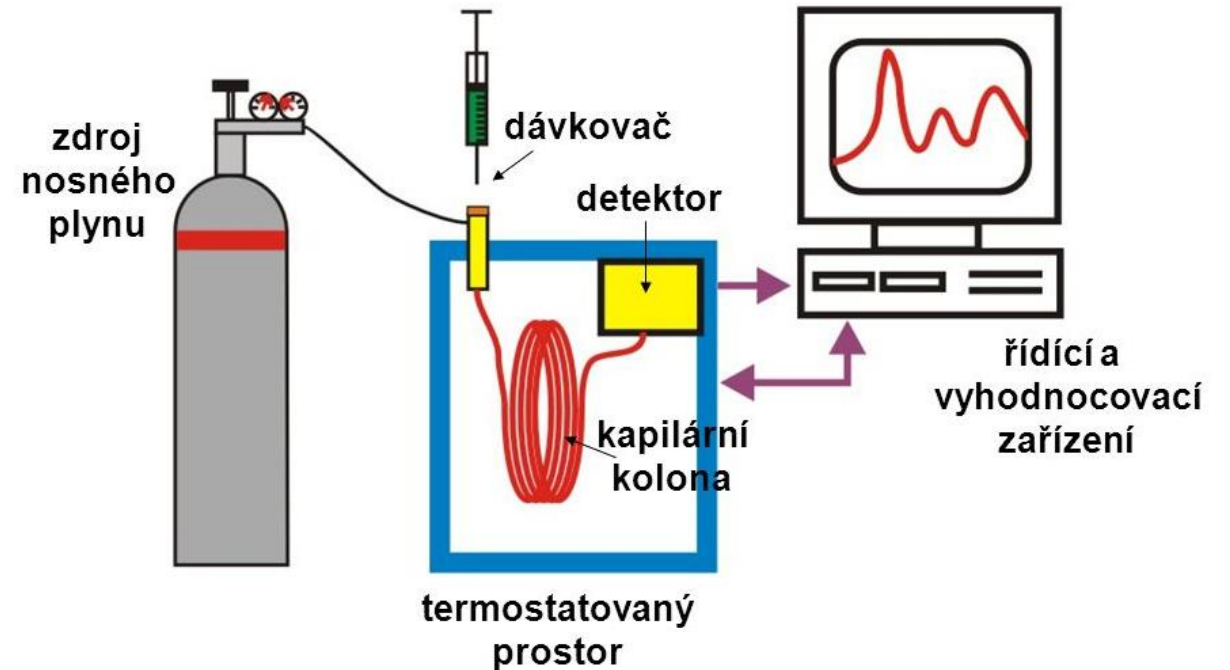
Plynová chromatografie (GC, gas chromatography)

- složky vzorku separovány na základě své distribuce mezi plynnou mobilní a kapalnou nebo pevnou stacionární fází
- eluce zprostředkována tokem inertní plynné mobilní fáze kolonou
- 2 typy:  rozdělovací – látky jsou separovány podle různého rozdělovacího koeficientu (stacionární fází je zde kapalina, která je ukotvena na pevném nosiči)
- adsorpční – k separaci dochází na základě různé adsorpce látky z mobilní fáze k povrchu stacionární fáze (adsorbentu) (stacionární fází tvoří silikagel, celulóza, aktivní uhlí nebo oxid hořečnatý či hlinitý)



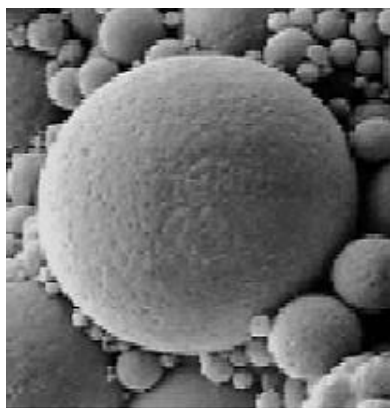
Instrumentace GC

- zdroj mobilní fáze a zařízení pro kontrolu průtoku nosného plynu systémem (He, Ar, N₂, H₂ - dle typu kolony a detektoru)
- dávkovač pro nanesení analytu na kolonu (aliquot vzorku v μl) – přes tzv. septum
- chromatografická kolona pro separaci analytů
- termostat (pec) pro regulaci teploty kolony
- on-line detektor pro detekci separovaných analytů vycházejících z kolony
- PC pro kontrolu systému a vyhodnocení dat

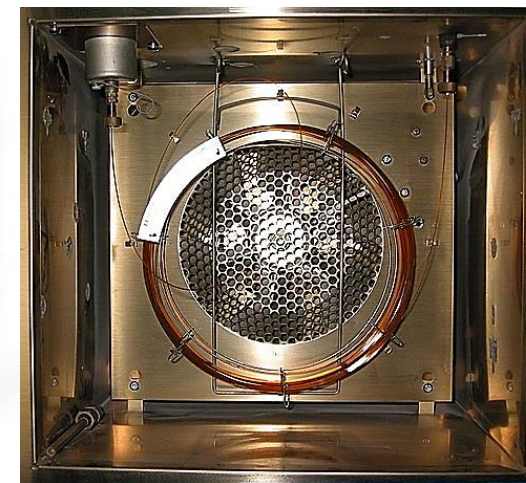


Kolony v GC

Náplňové kolony – starší typ, málo používané
(vnitřní průměr řádově mm)



Kapilární kolony – kapiláry z křemenného skla
(vnitřní průměr 0,1 - 0,5 mm, délka 10 - 150 m)
– na povrchu potaženy polyimidem



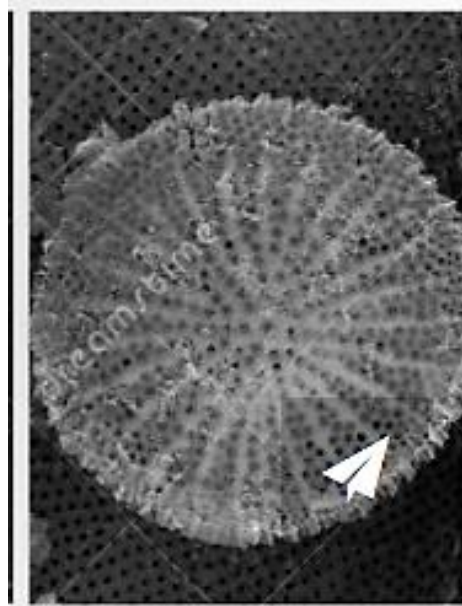
angl. packed columns

angl. capillary columns

kapilární kolony z taveného křemene – nejpoužívanější
(*angl. fused-silica open tubular columns*)

Náplně kolon v GC

- pevné nosiče – udržují kapalnou stacionární fázi na místě (jeho částice mají jednotnou velikost a jsou pokryty tenkou vrstvou stacionární fáze)
- první a nejvíce používané připraveny z [přírodní křemeliny](#)

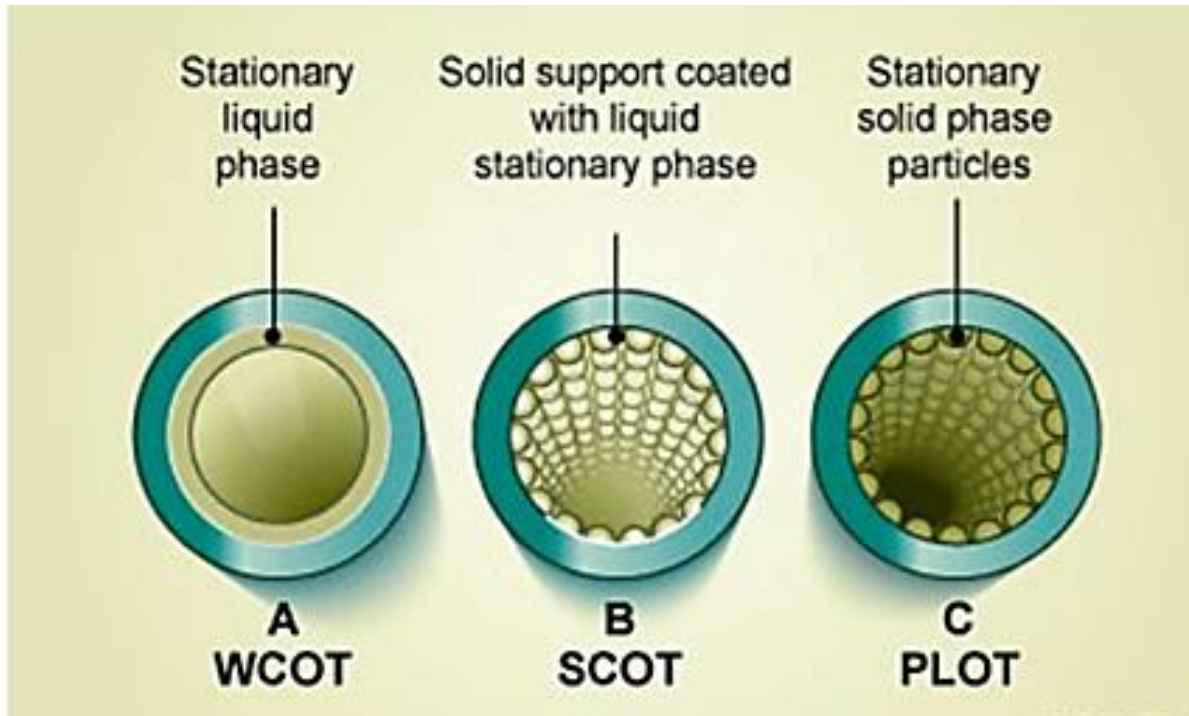


schránky tisíce druhů jednobuněčných rostlin, které obývaly pravěká jezera a moře

tyto nosiče často chemicky zpracovány dimethylchlorsilanem (DMCS)

mikrofotografie rozsivky, SEM

Náplně kapilárních kolon v GC



WCOT

- tenký film na vnitřní straně membrány

SCOT

- vrstva nosiče se zakotvenou kapalinou

PLOT

- tenká vrstva adsorbentu

Dávkování

- kalibrované mikroštríkačky
- dělič vzorku (angl. *sample splitter*)
- autosamplery = autoinjektory
(moderní plynové chromatografy)



mikroštríkačky Hamilton

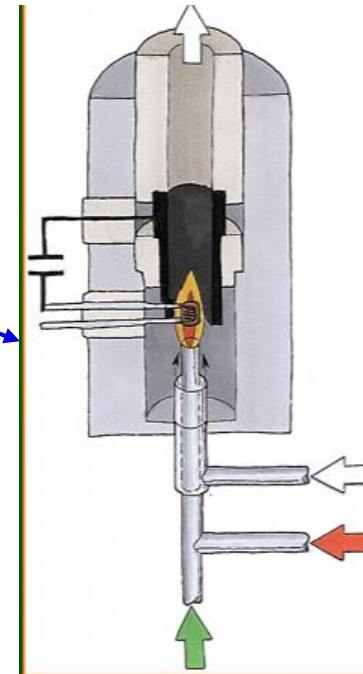


GC detektory

plamenově ionizační detektor (angl. *flame ionization detector*, FID)

selektivní, destruktivní, velmi citlivý, pro uhlovodíky

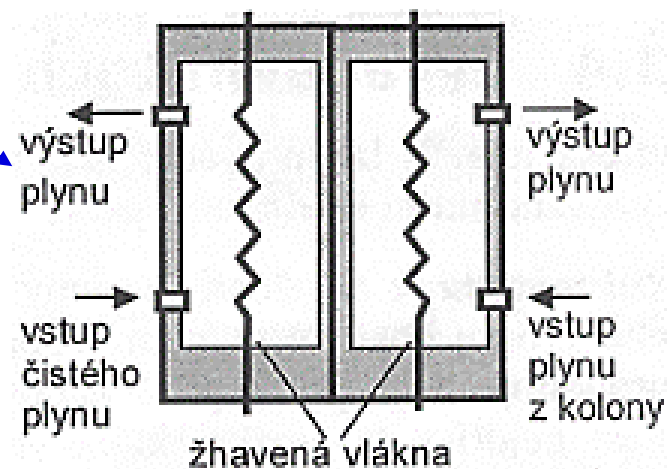
efluent z kolony smísen s H_2 a vzduchem → analyty spáleny v plameni – v plameni dochází k ionizaci a vzniklé ionty zvyšují vodivost plamene



tepelně vodivostní detektor (angl. *thermal conductivity detector*, TCD)

univerzální, nedestruktivní, středně citlivý

všechny látky lišící se tepelnou vodivostí od nosného plynu



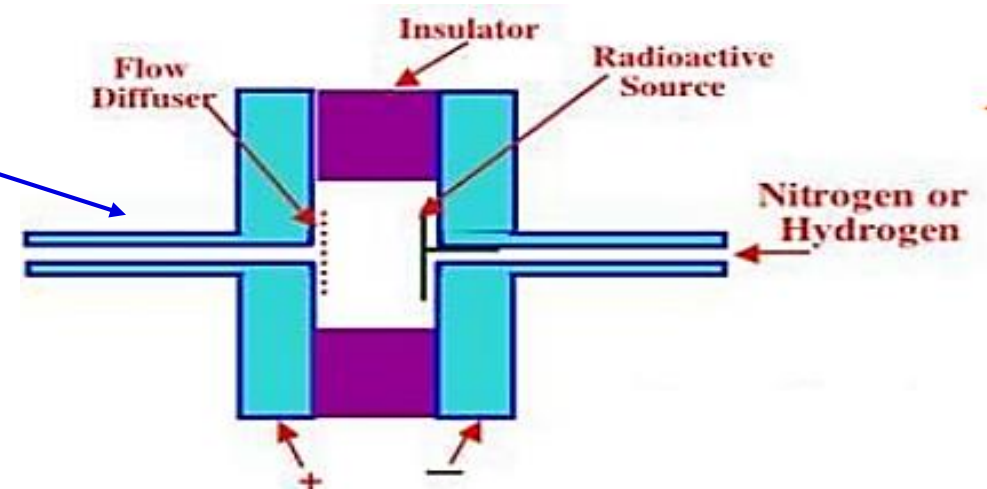
GC detektory

detektor elektronového záchytu

(angl. *electron capture detector*, ECD)

selektivní, nedestruktivní, středně citlivý
halogenderiváty (pesticidy) a nitroderiváty

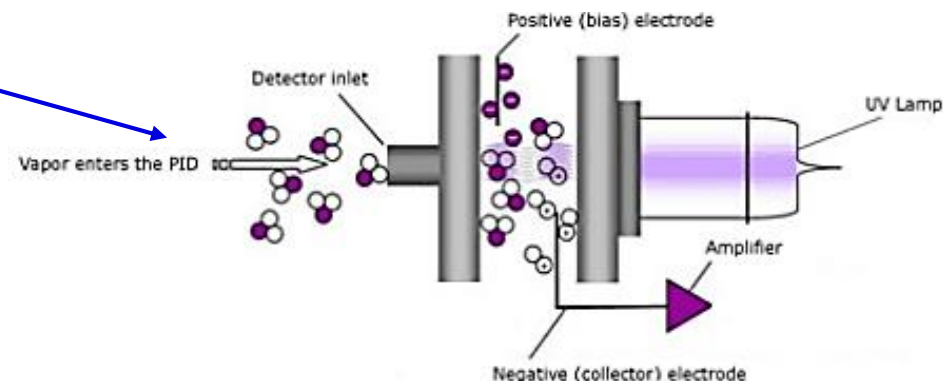
nosný plyn ionizován radioaktivním β -zářičem –
analyty s elektronegativními skupinami vychytávají
elektrony z β -zářiče (^{63}Ni) → snížení ionizace



fotoionizační detektor

(angl. *photoionization detector*, PID)

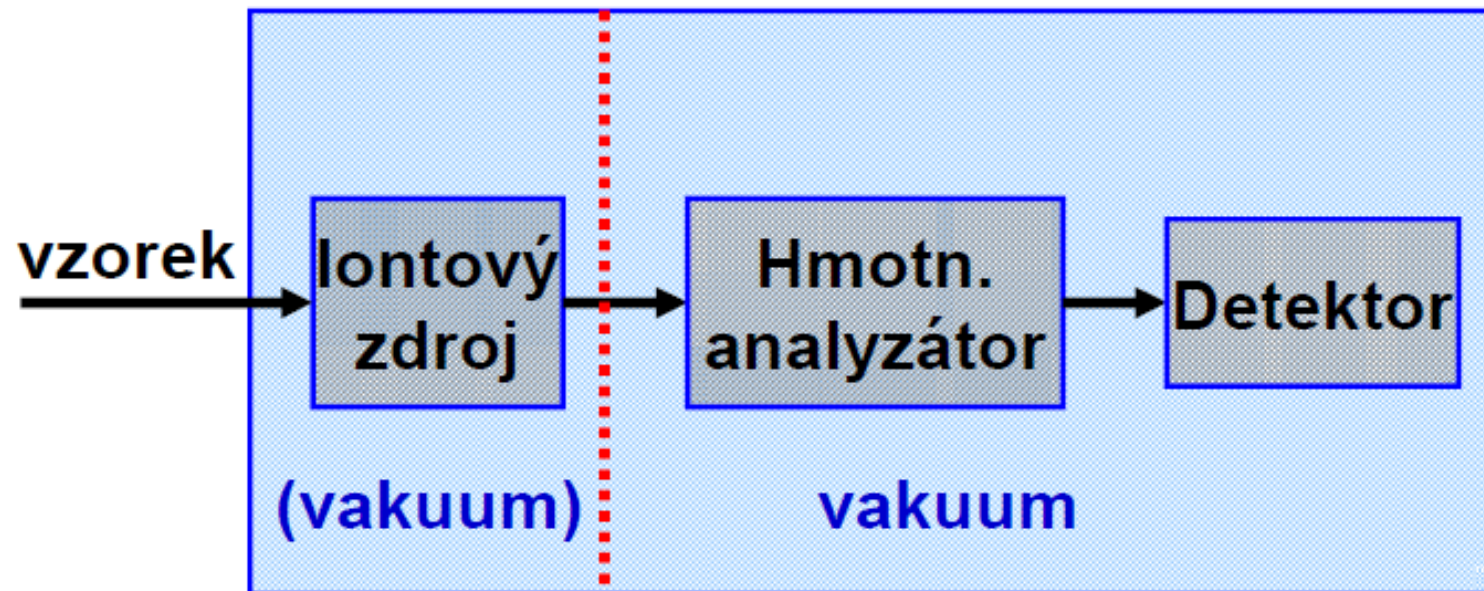
ionizace intenzivním UV zářením
– selektivní pro UV absorbující látky



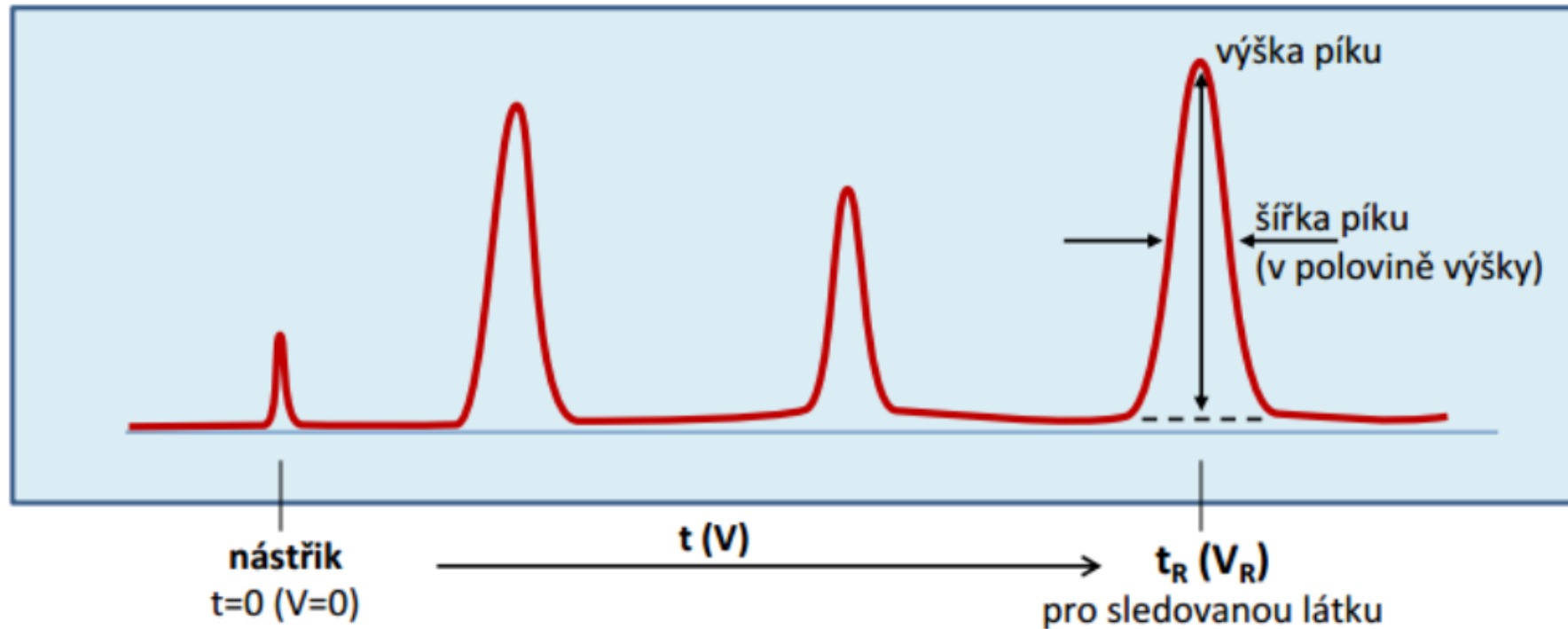
GC detektory

hmotnostně spektrometrický detektor

(angl. *mass spectrometry detector*, MSD)

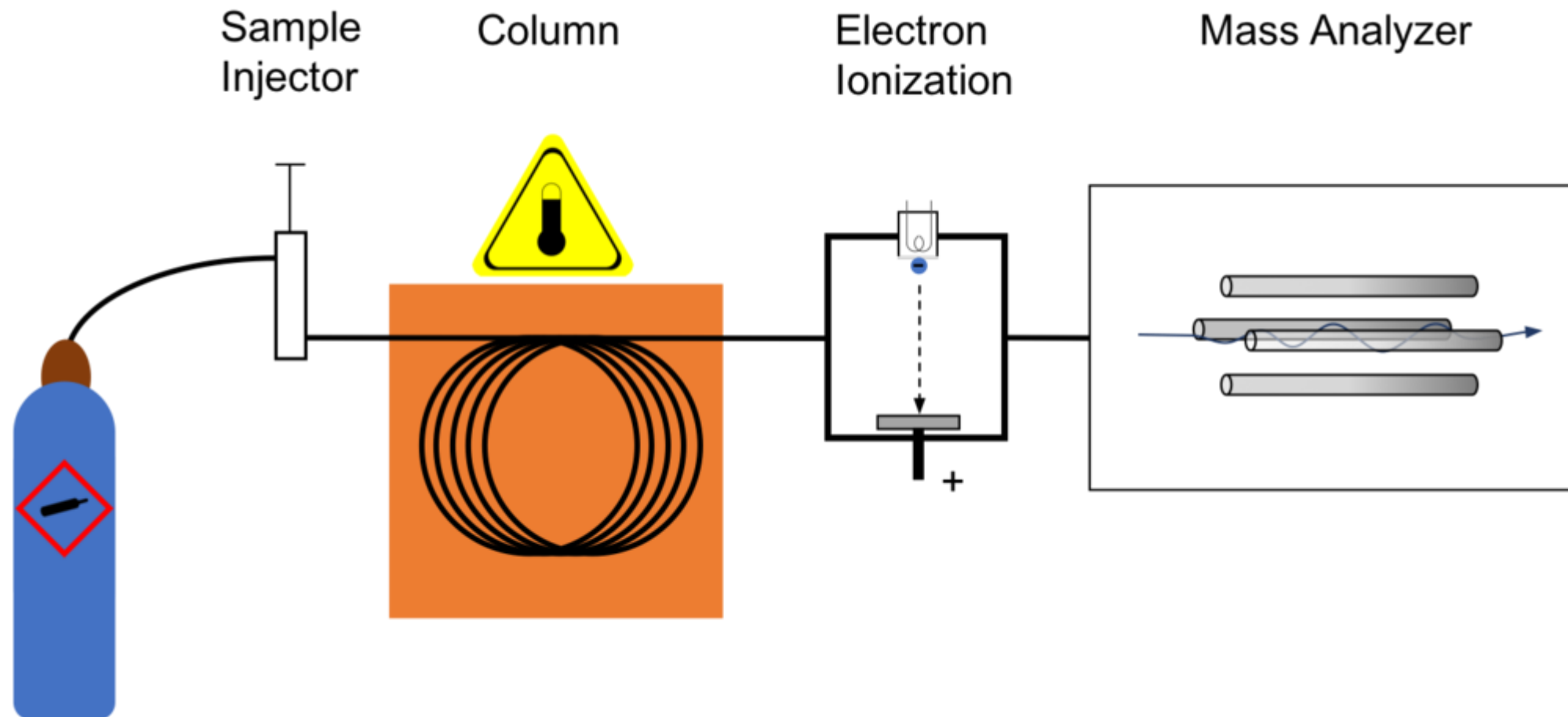


GC chromatogram



kvalitativní analýza
x
kvantitativní analýza

GC-MS



Použití GC

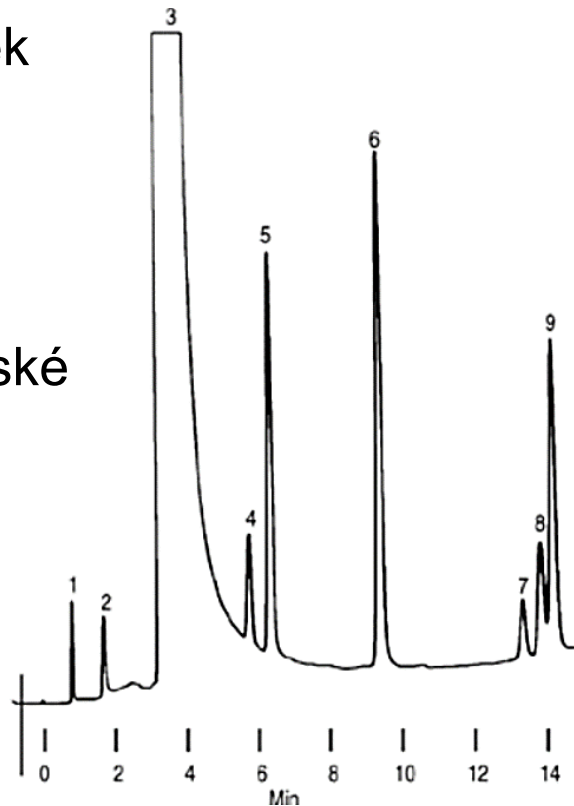
dělení nejen plynů,
ale i všech těkavých látek
Stopová analýza
Identifikace látek
(retenční data)

průmyslové, biomedicínské
a forenzní laboratoře

**NESMÍ DOCHÁZET
K ROZKLADU LÁTEK!**

Látky netěkavé je třeba
derivatizovat!

chromatogram whisky



1. Acetaldehyde
2. Methanol
3. Ethanol
4. Ethyl acetate
5. n-Propanol
6. Isobutanol
7. Acetic acid
8. Active amyl alcohol
9. Isoamyl alcohol

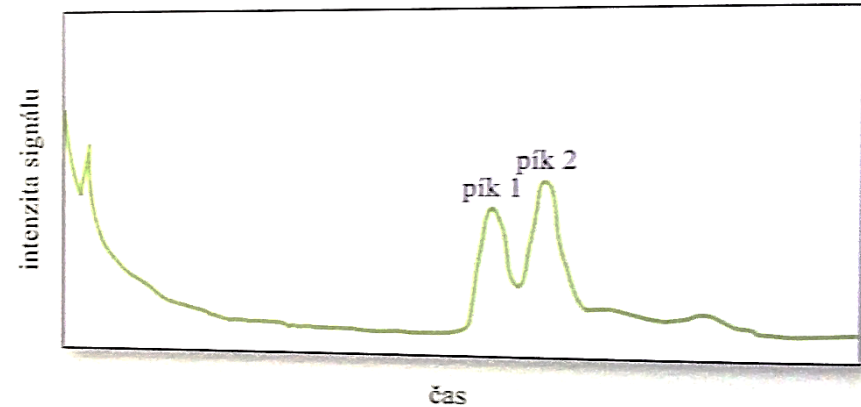
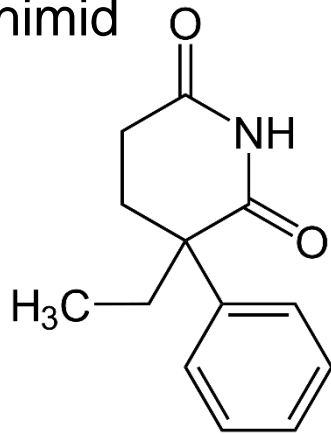
Číslo píku	Retenční čas [min]	Plocha píku [i.j.]
1	0,83	36
2	1,85	75
3	3,72	4800
4	5,83	120
5	6,41	1100
6	9,63	1700
7	13,43	64
8	13,98	145
9	14,33	734

hodnoty odečtené z chromatogramu



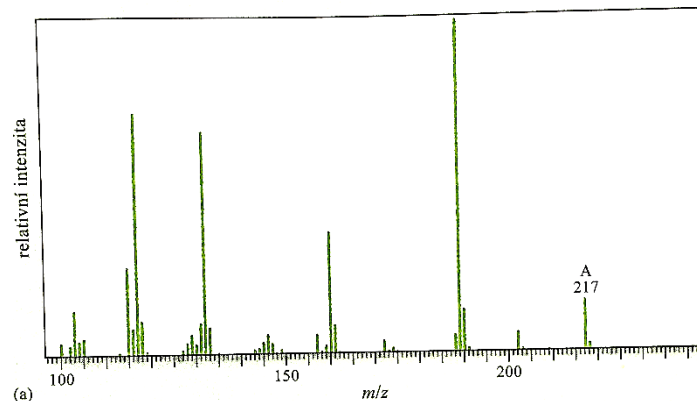
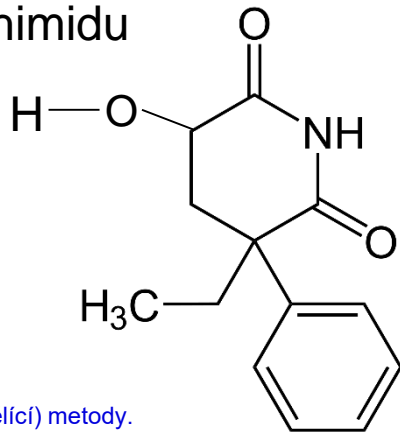
Použití GC-MS při identifikaci metabolitu léčiva v krvi

glutethimid

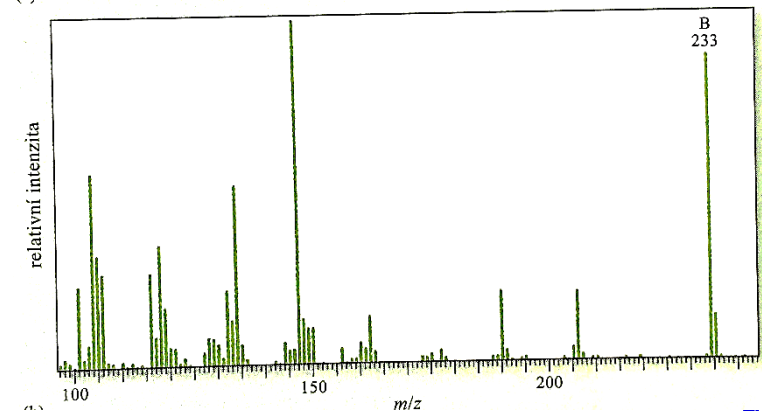


GC chromatogram extraktu krevní plazmy pacienta

4-hydroxy-metabolit
glutethimidu



MS spektrum eluce píku 1



MS spektrum eluce píku 2

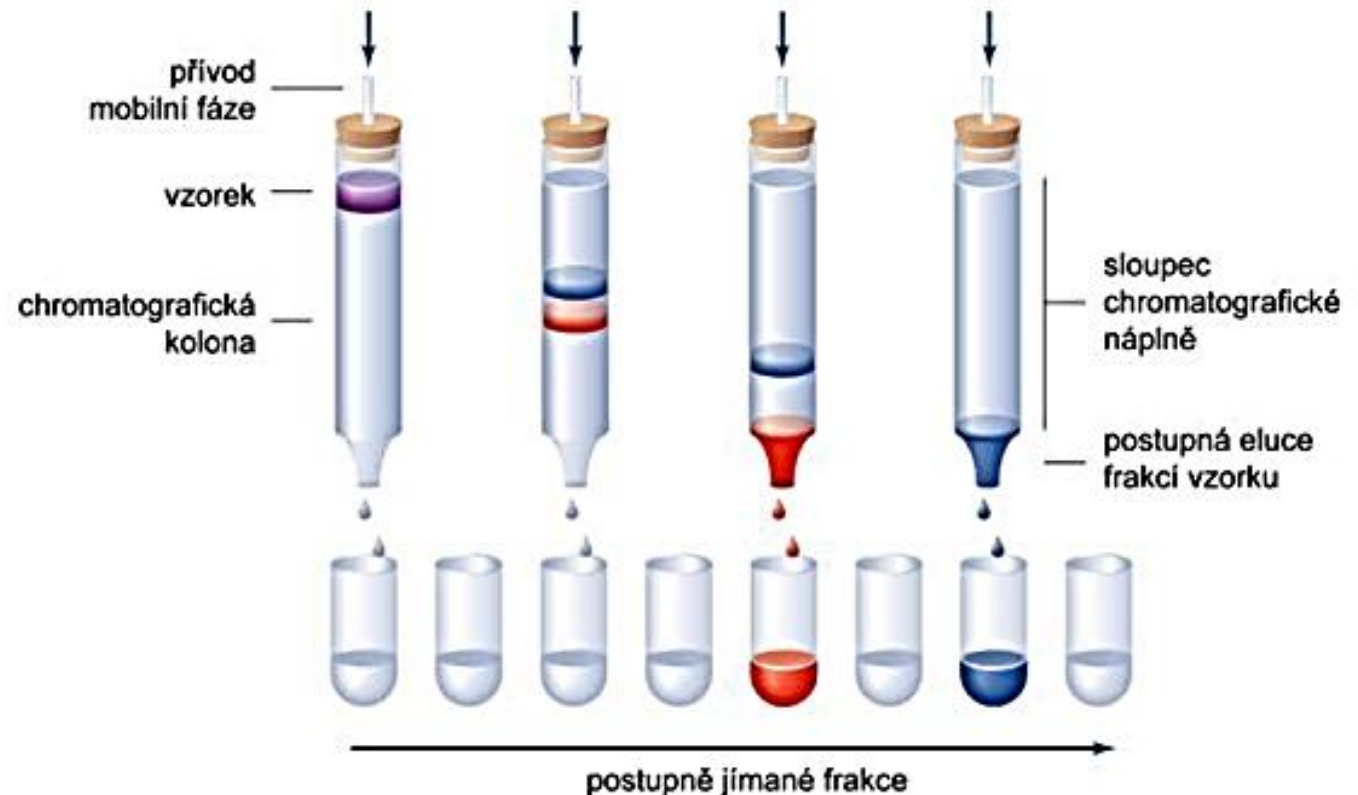
Kapalinová chromatografie (LC, liquid chromatography)

- separace založena na rozdělení látek mezi kapalnou mobilní fází a fází stacionární
- vysokoučinná kapalinová chromatografie
- (angl. *high performance liquid chromatography*, HPLC)
 - jako nosič použity částice malého průměru (5 μm)
- v klinické laboratoři nezastupitelné místo
- (všechny principy dělení)



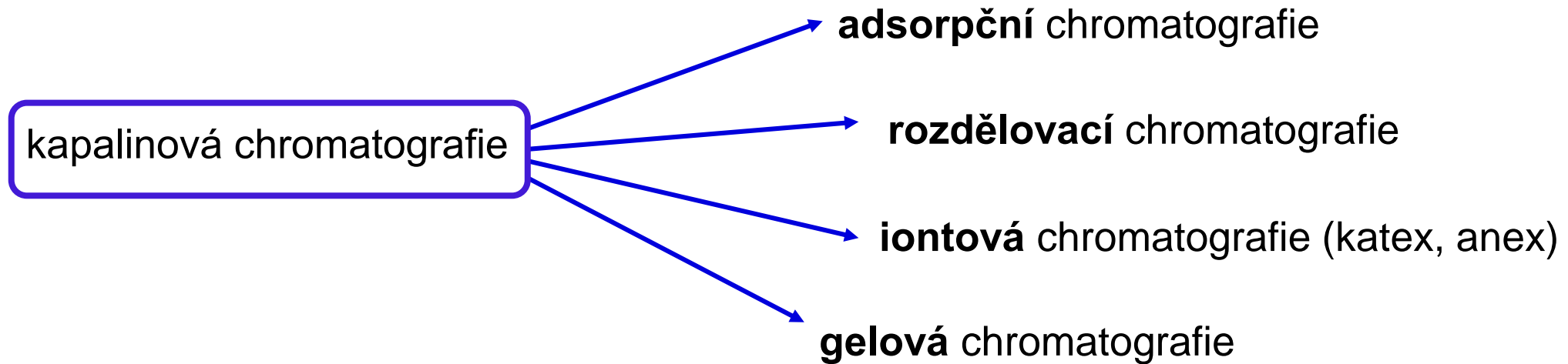
Kapalinová chromatografie – kolonové uspořádání

- **MF**: kapalina (interaguje)
- klasické provedení
- **skleněná kolona**
- délka ~ 50 cm
- průměr ~ 2 cm
- **náplň**
- zrnitý sorbent (Al_2O_3)
- MF gravitací tlačena kolonou,
složky různě sorbovány náplní
→ dělení (separace)



Kapalinová chromatografie – kolonové uspořádání

– dle chemického principu dělení složek:



Adsorpční kapalinová chromatografie

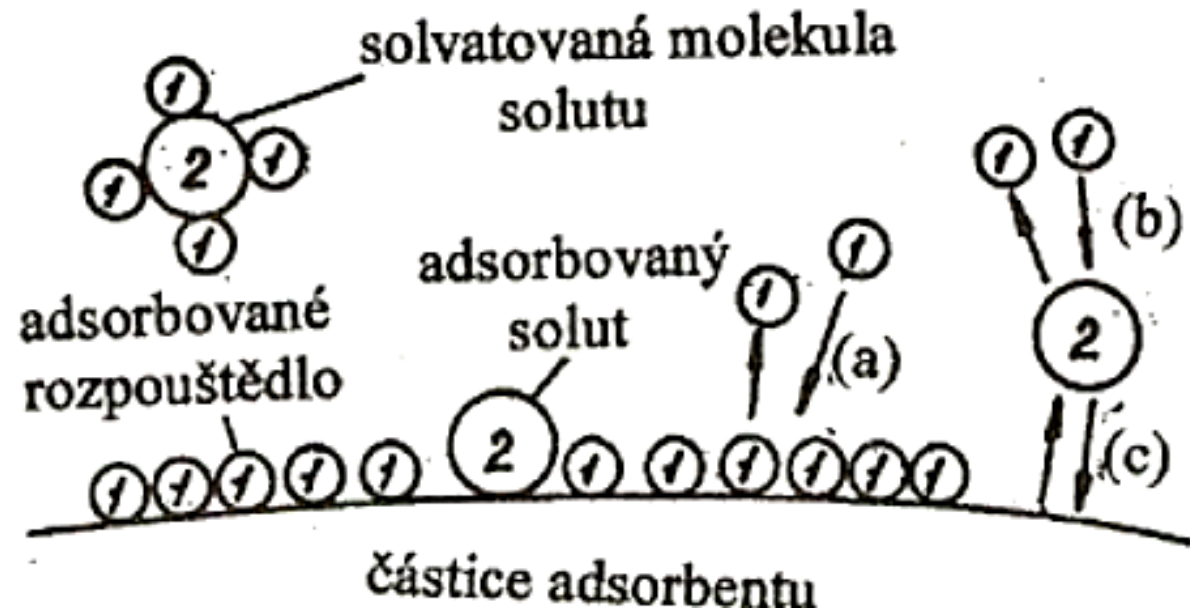
- Michail Semjonovič Cvět – botanik, objevitel chromatografie (poč. 20. stol.)
- naplnil např. skleněnou trubičku inulinem (polysacharid) a lil na ni chlorofylový extrakt rozpuštěný v ligroinu (lehkém benzínu)
- nechal směs ve skleněné trubici stékat a shora lil další čistý ligroin
- směs se rozdělila na **modrozelený chlorofyl a**, **žlutozelený chlorofyl b**
- Cvět nazval proces, který objevil, **chromatografie** (řecký termín znamenající „barevné psaní“).



„Objevil chromatografii, rozdělující molekuly, ale spojující lidi.“

Adsorpční kapalinová chromatografie

- princip
- přitažlivé síly mezi SF a analytem
- **SF v pevném stavu**
- vhodné pro: polární látky (cukry)
- **adsorbenty**
- velký povrch, adsorpční místa
- silikagel (polární kyselý)
- Al_2O_3 (polární bazický)
- aktivní uhlí (nepolární)
- **mobilní fáze**
- nepolární analyty: nepolární MF
- polární analyty: polární MF



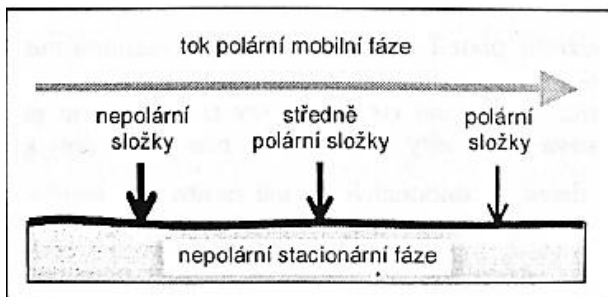
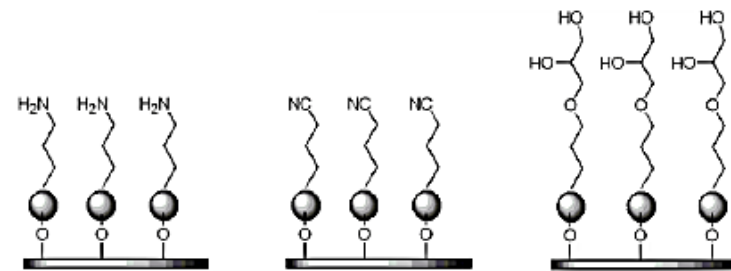
Rozdělovací kapalinová chromatografie

- princip
- rozdělení analytů mezi dvě nemísitelné kapaliny, MF unáší analyty, **SF je zakotvená kapalina**
- složka vzorku tráví více času v té fázi, ve které je rozpustnější

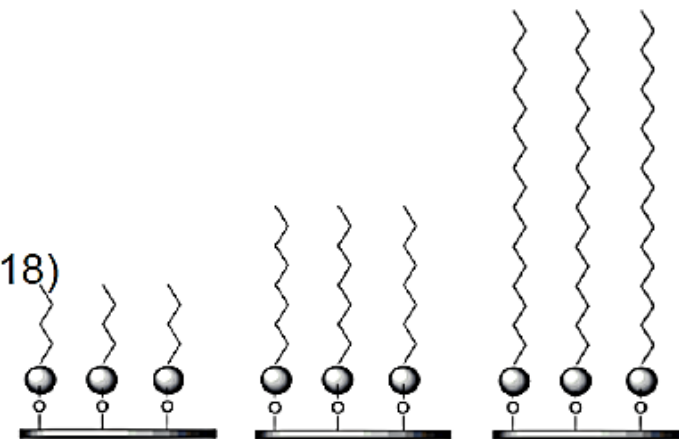
stacionární fáze



polární “normální fáze” NPC
např. voda na silikagelu
MF: nepolární (hexan)
retence roste s polaritou

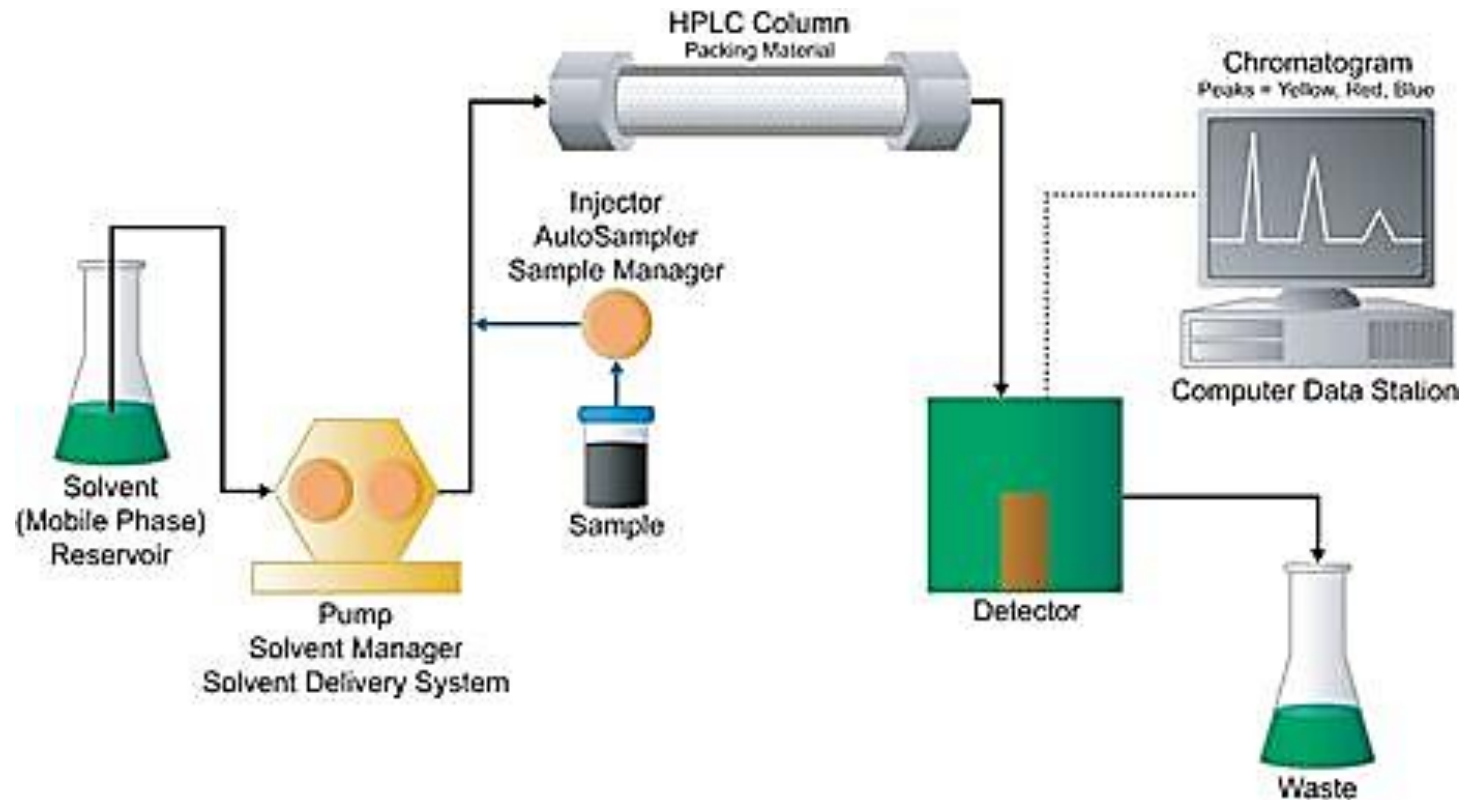


nepolární “obrácené fáze” RPC
uhlovodíky na silikagelu (např. C18)
MF: polární (voda, acetonitril)
retence klesá s polaritou



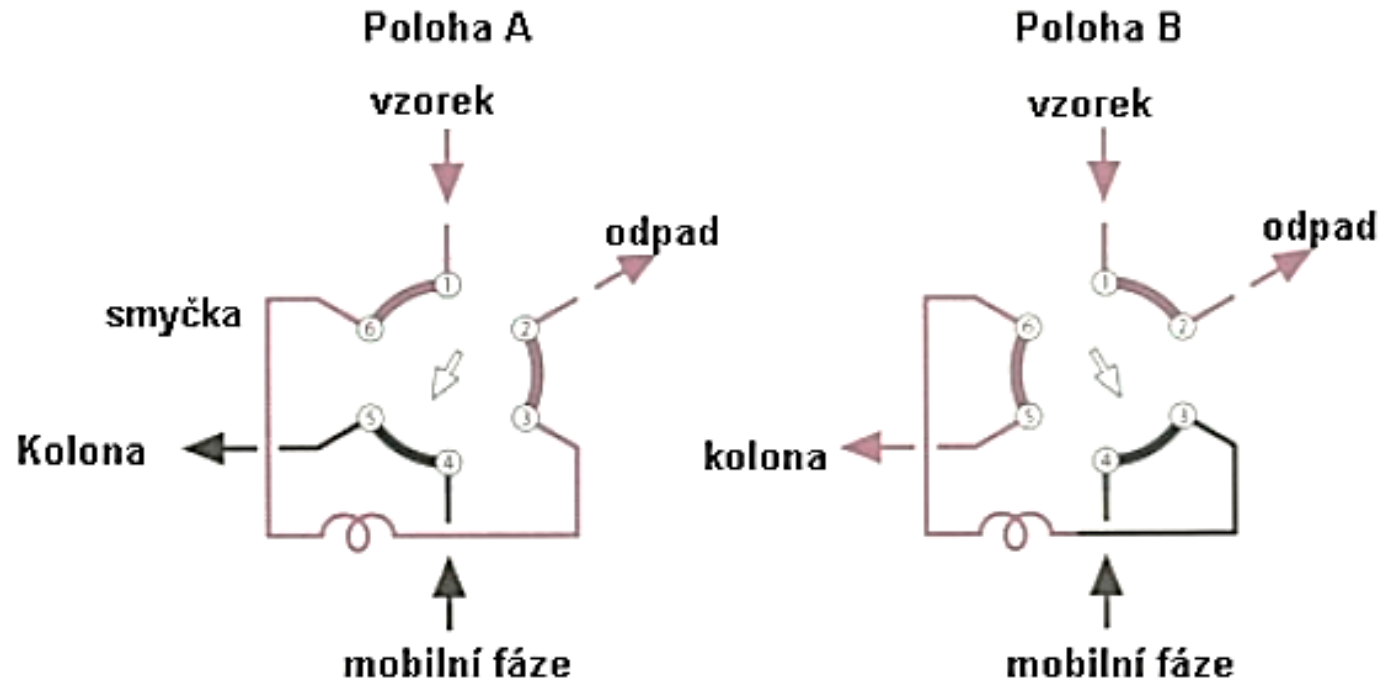
Instrumentace

- kolona pro separaci analytů
- zásobníky rozpouštědel (mobilní fáze)
- čerpadla pro zajištění průtoku mobilní fáze systémem (řádově jednotky až desítky MPa)
- dávkovač pro nanesení vzorku na kolonu
- on-line detektor pro detekci separovaných analytů
- PC pro kontrolu systému, sběr a vyhodnocení dat



Dávkovací zařízení

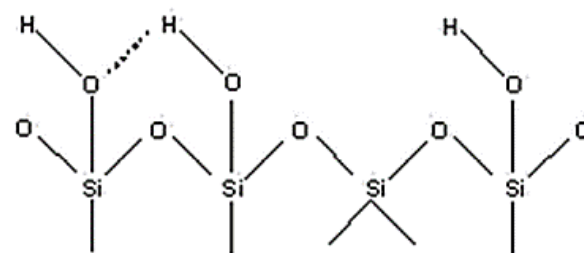
šesticestný ventil s vyměnitelnou smyčkou (objem od desítek nanolitrů po mililitry)



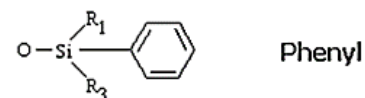
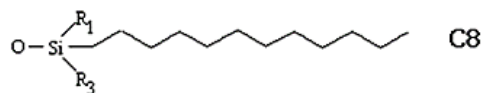
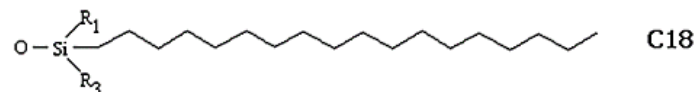
Kolony v HPLC



silikagely – nejrozšířenější polární sorbent
nejčastější velikost náplně 3, 5 a 10 μm



vodíkový můstek



chemicky vázané nepolární stacionární fáze
vhodné pro separaci nasycených a nenasycených
sloučenin

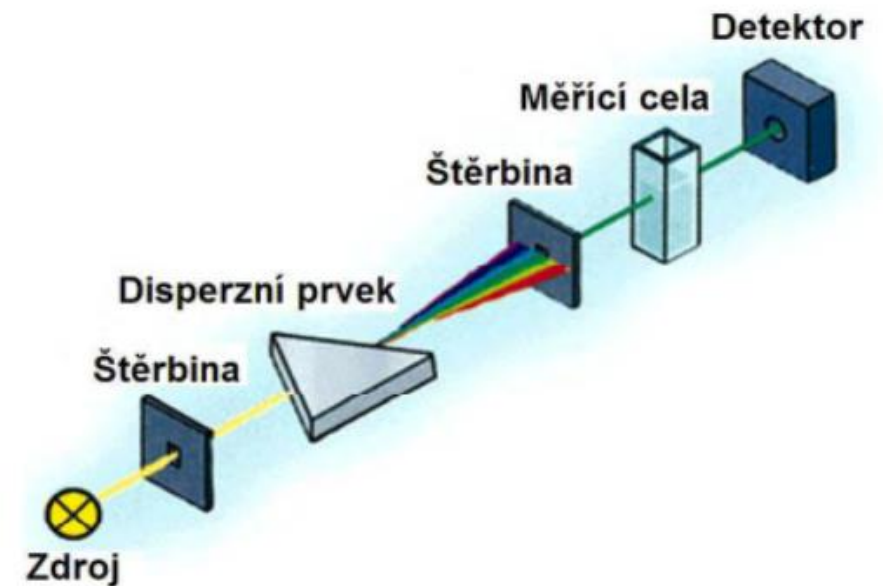
Detektory v HPLC

- Generovaný elektronický signál zaznamenán ve formě chromatogramu
- [Fotometry a spektrofotometry](#)
- Měření absorbance UV a VIS záření
- Detektory s fixní nebo variabilní vlnovou délkou
- Detektory diodového pole (PDA)
(schopné měřit v celé oblasti λ)

Lambert-Beerův zákon

$$A = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

A ... absorbance
 ε ... absorpční koeficient
c ... koncentrace látky
l ... délka absorpční vrstvy



- [Fluorometry](#) – pro detekci fluorescenčních látek

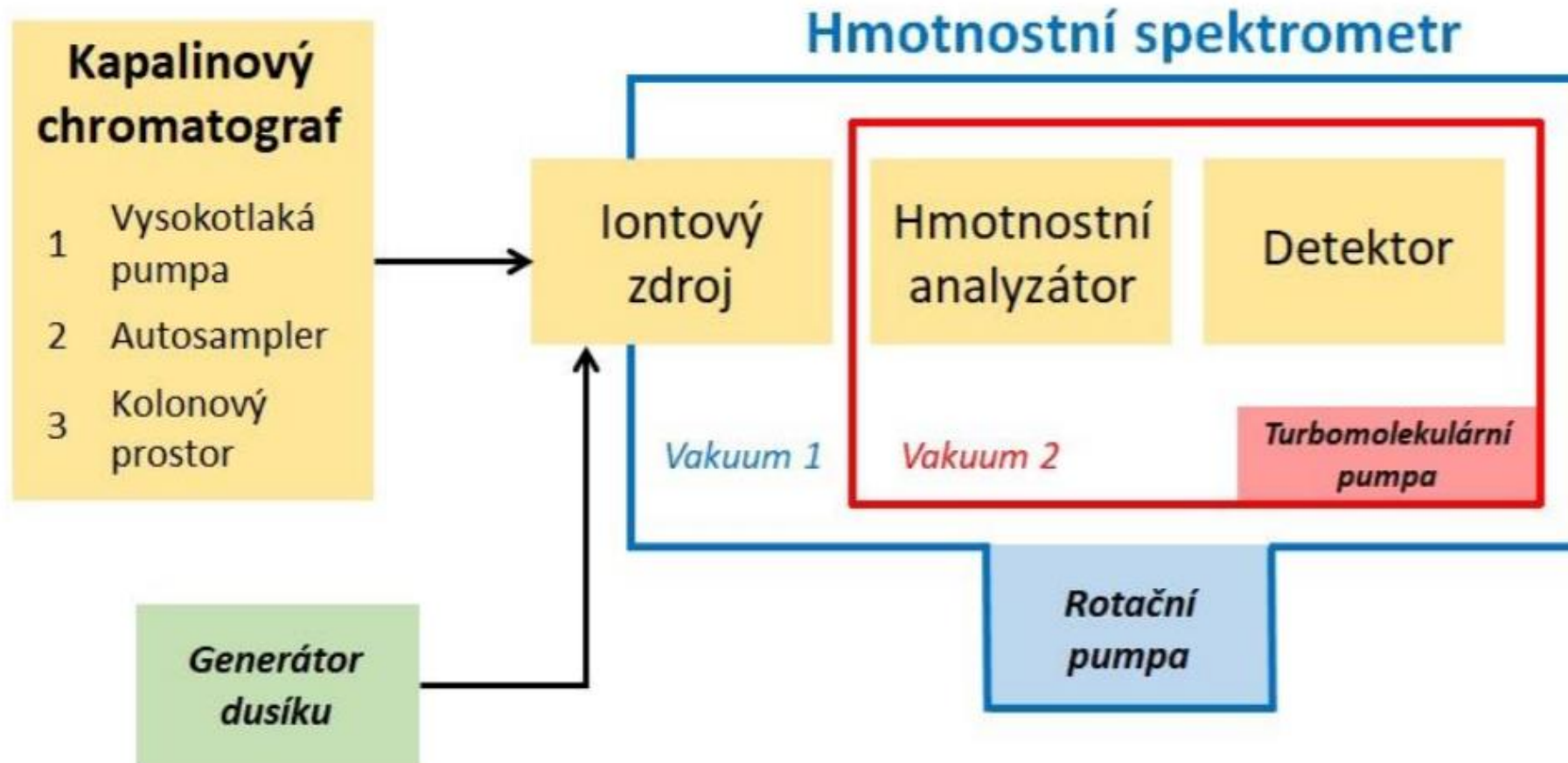
Detektory v HPLC

- elektrochemické detektory
- amperometrické detektory
- elektroaktivní analyt v průtokové cele oxidován nebo redukován na povrchu elektrody s konstantním potenciálem – zaznamenám vzniklý elektrický proud (př. analýza katecholaminů v moči)
- coulometrické detektory
- oxidace nebo redukce analytu – měření elektrického náboje (př. stanovení metanefrinů, vanilmandlové kyseliny, homovanilové kyseliny nebo 5-hydroxy-indoloctové kyseliny v moči)
- refraktometrický detektor
- měří změny indexu lomu eluátu v závislosti na koncentraci analytu

Vývoj chromatografické metody



LC-MS



Základní části LC-MS instrumentace

Použití

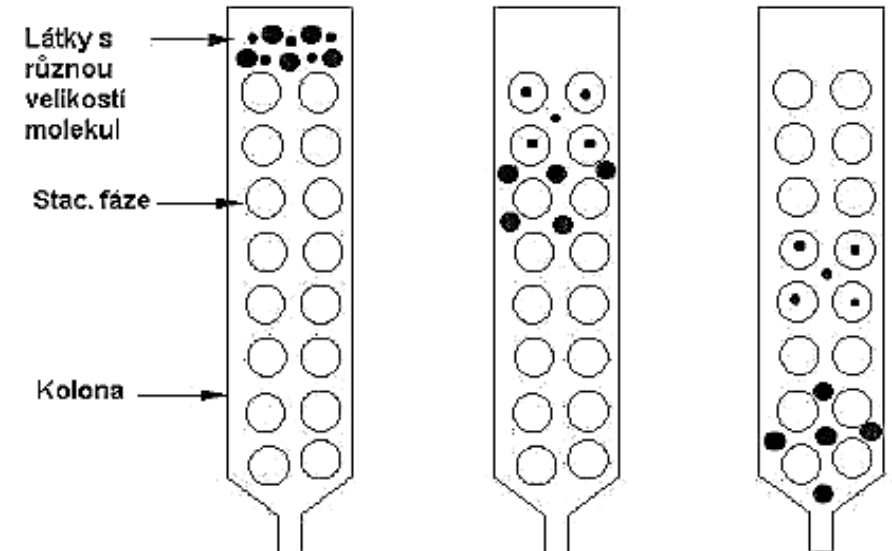
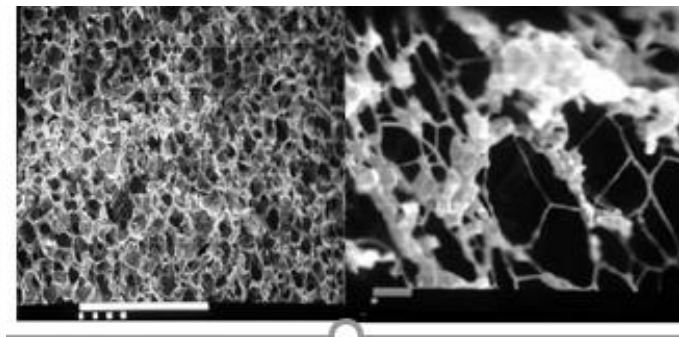
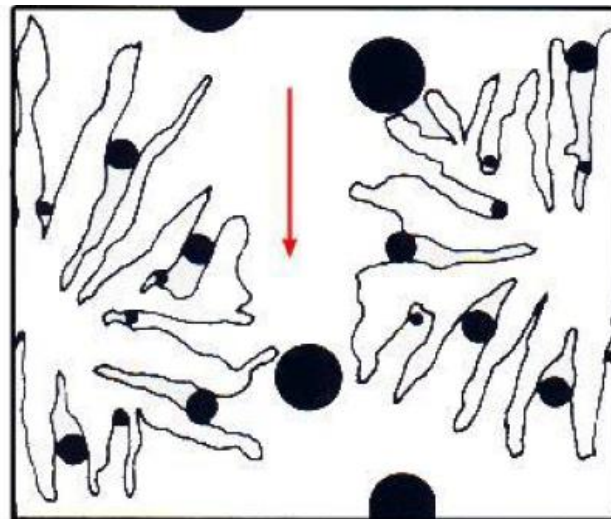
farmacie
biochemie
enviromentální vědy
forenzní analýza
potravinářství
toxikologie



LC-MS

Gelová permeační chromatografie, GPC

- princip
- molekuly separovány podle jejich velikosti a tvaru
- (zadržovány v důsledku svého pronikání = permeace)
- **stacionární fáze:**
- pro látky rozpustné ve vodě: **hydrofilní gely** (sephadex)
- pro nerozpustné ve vodě: **hydrofobní gely** (styrigel)
- vhodné pro:
 - analyty $M > 500$
 - proteiny
 - biopolymery

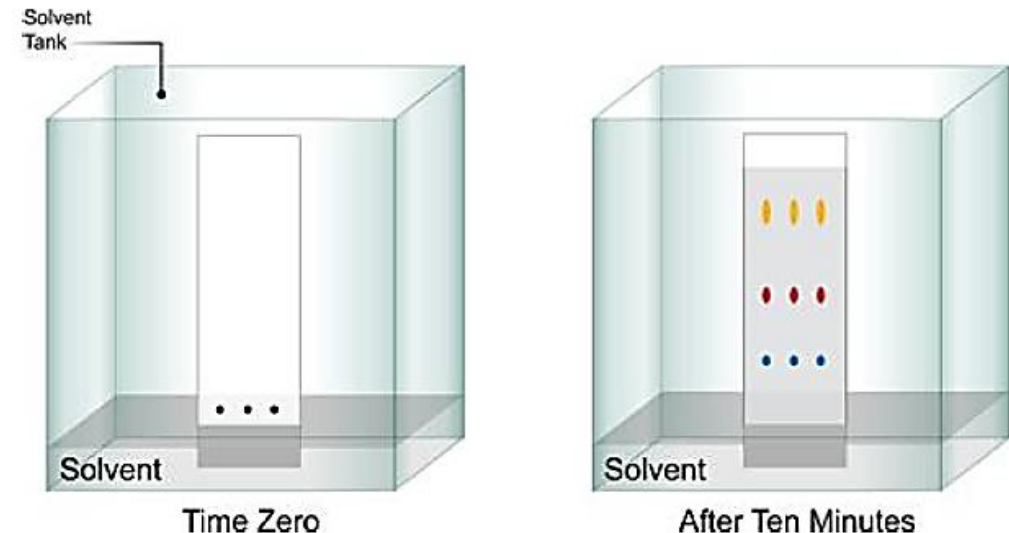


Další separační metody

- planární techniky kapalinové chromatografie
- **stacionární fáze na ploše;**
- **PC** – papírová chromatografie (paper chromatography)
- **TLC** – tenkovrstvá chromatografie (thin layer chromatography)

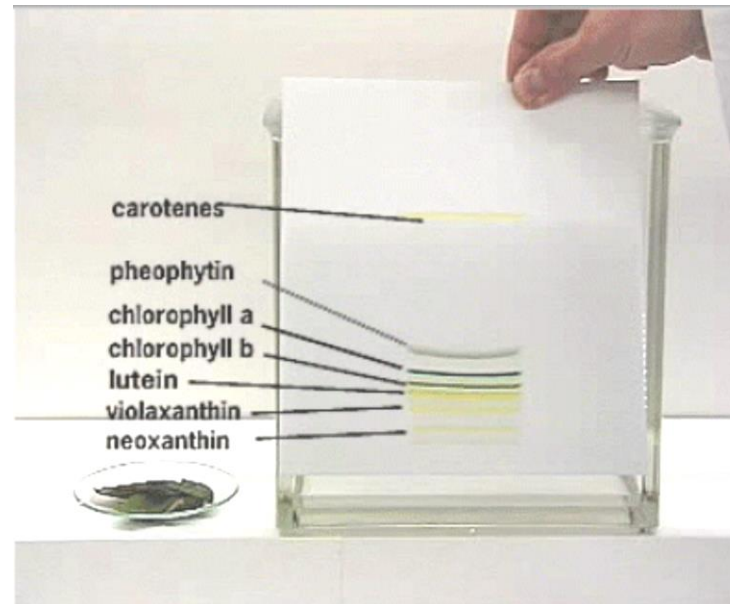
– Postup:

- 1. vzorek nanesen mikropipetou na **start**
- 2. podložka se okrajem ponoří do **mobilní fáze**
- 3. MF **vzlíná** a unáší složky
tím rychleji, čím méně se poutají k SF
- 4. před dosažením konce plochy vyvíjení
ukončeno a označeno **čelo**



Planární chromatografie

Separace rostlinných barviv na tenké vrstvě (Silufol)



stacionární fáze:

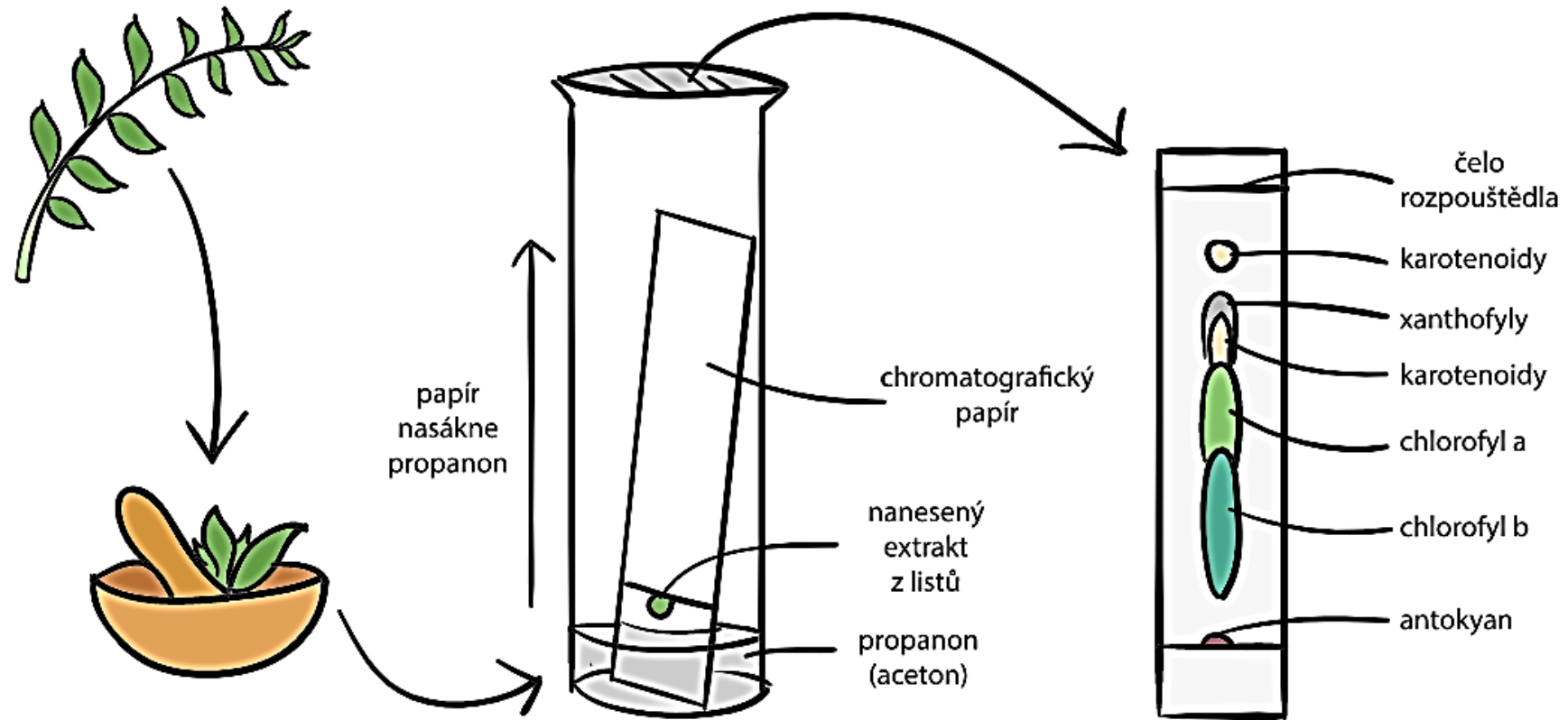
papír (voda poutaná celulosou)

tenké vrstvy zrnitého materiálu
na podložce (Al, sklo) - Al_2O_3 , SiO_2

mobilní fáze:

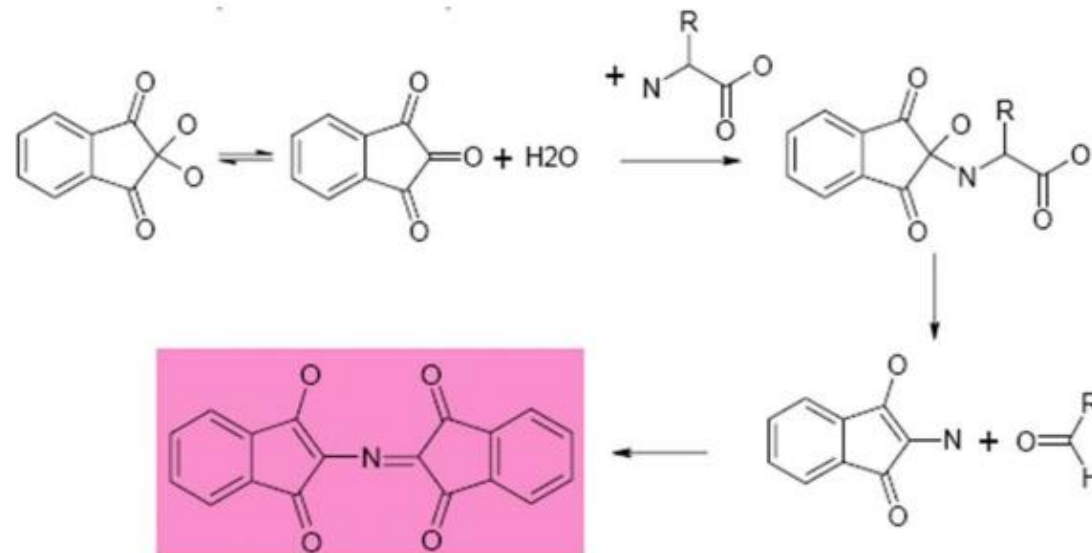
směsi rozpouštědel (voda, alkoholy,
organické kyseliny, ...)

Planární chromatografie



Planární chromatografie

- Vizualizace skvrn (když nevzniká barevný produkt)
- usušený chromatogram lze vizualizovat:
- a) barvotvorným činidlem (postříkem s vhodným chemickým činidlem (ninhydrin, H_2SO_4 , KMnO_4 , I_2)
- b) osvětlením UV světlem (fluorescence)



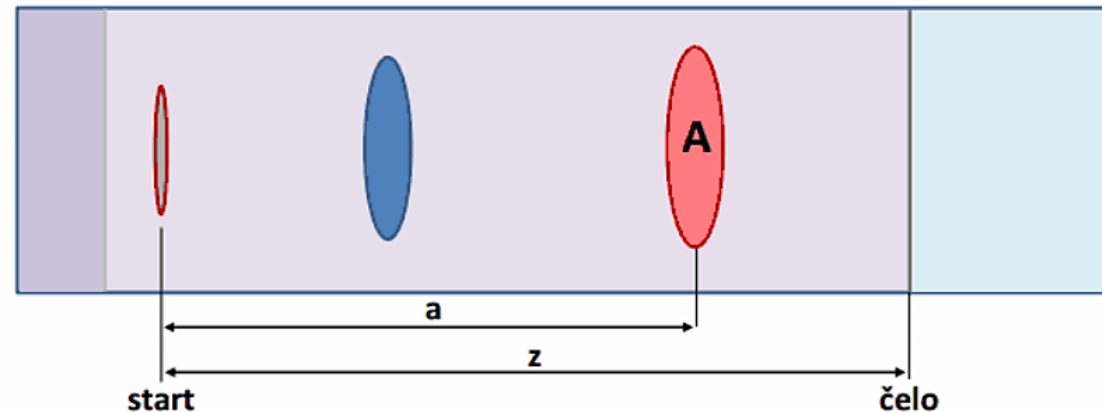
Planární chromatografie

- charakteristikou látky je retenční faktor R_f
- hodnota R_f je pro dané uspořádání experimentu stálá

– R_f pro látku A: $R_f = \frac{A}{z}$ $0 \leq R_f \leq 1$

- A...vzdálenost start – střed skvrny
- Z...vzdálenost start – čelo rozpouštědla

- hodnota R_f odpovídá kvalitě
- „intenzita“ skvrny odpovídá kvantitě

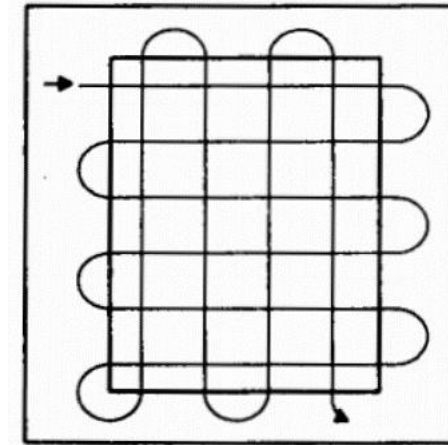


Planární chromatografie

– chemické detekce skvrn

Činidlo	Rozpouštědlo	Detekuje
Anilin, difenylamin	aceton	redukující sacharidy
Bromkrezolová zeleň	ethanol	organické kyseliny a zásady
Oxid molybdenový	kyselina sírová	fosfolipidy
Ninhydrin	ethanol	aminokyseliny, aminy
Rhodamin B	ethanol	kovy (Au, Bi, Cd, Fe, Hg, Mo, Sb, Tl, V, W)

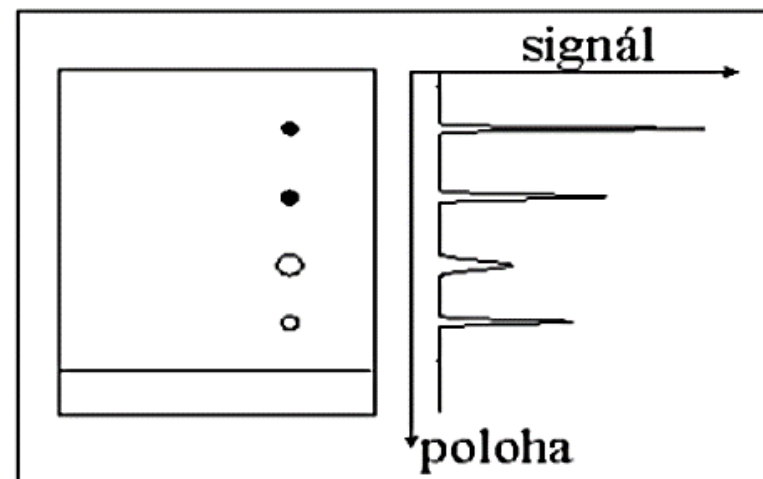
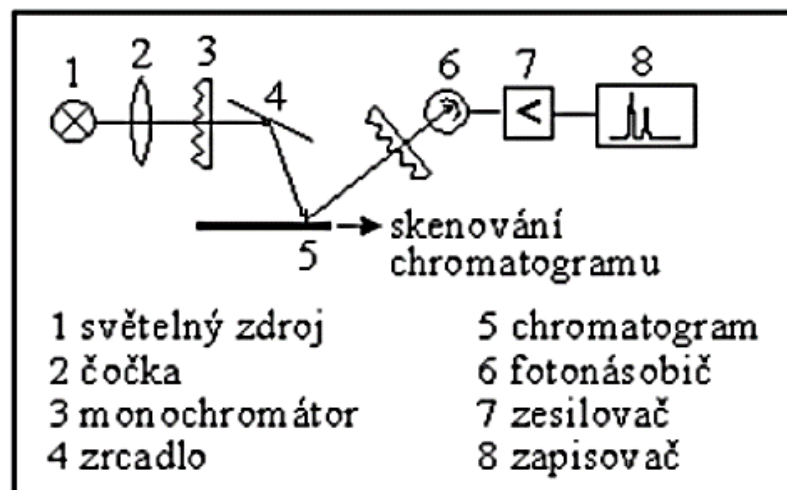
– činidla používaná k chemické detekci skvrn



vedení postřiku činidlem

Planární chromatografie

- kvantitativní analýza
- denzitometricky – zjišťuje se stupeň ztmavnutí v místě skvrny



Další separační metody

- Extrakce
- přechod složky mezi dvěma vzájemně nemísitelnými fázemi (separační metoda)
- extrahované látky (analyty) na základě rozdílné rozpustnosti v použitých fázích přecházejí do fáze rozpouštědla
- rozdělovací koeficienty
- cíl:
- selektivní až specifické oddělení analytu od ostatních složek vzorku
- druhy:
- 1. extrakce z pevné fáze
- 2. extrakce z kapaliny na pevnou fázi
- 3. extrakce z kapaliny do kapaliny

Extrakce z tuhých látek

– Princip:

– **S** > složka > **L**

– z tuhého materiálu se rozpouští selektivně požadovaná složka ve vhodném rozpouštědle (ostatní složky ne).

– macerace

– digesce

– Soxhletův extraktor – kontinuální extrakce (perkolace)

– **Aplikace:**

– extrakce silic, stanovení tuků



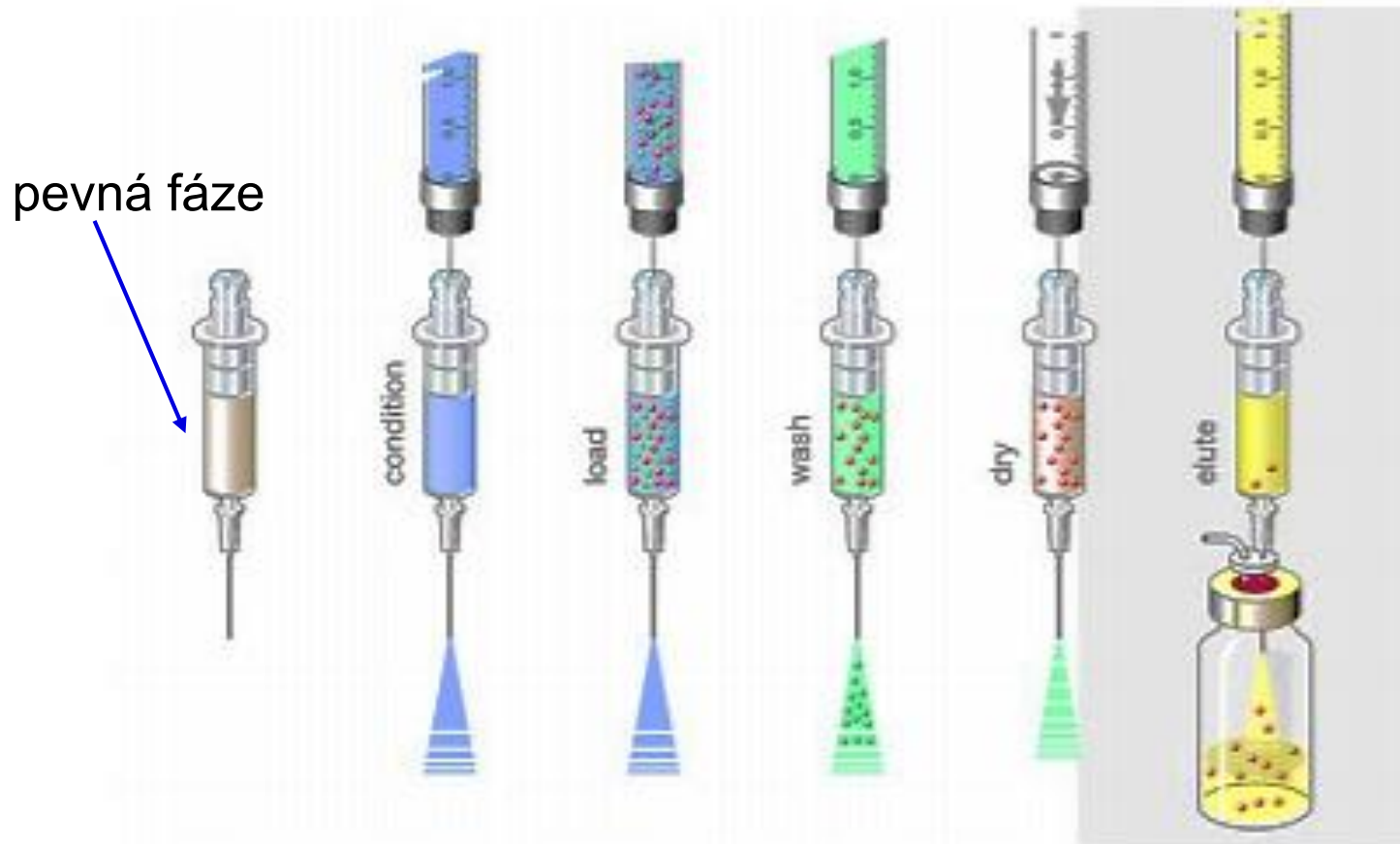
Extrakce z kapaliny na pevnou fázi (SPE)

- Princip:
- **L** > složka > **S**

- SPE (angl. *solid phase extraction*) – extrakce tuhou fází (extrakce na pevné fázi)
- na povrchu pevné fáze se selektivně adsorbuje z roztoku požadovaná složka
- nejpoužívanější technika v analytických laboratořích všech zaměření
- čišťení látek
- zakoncentrování



Extrakce z kapaliny na pevnou fázi (SPE)



sorbenty:

~ 50 μm částice silikagelu
s vázanou fází:

polární (-OH, NH_2 , ...)

nepolární (C8, C18, ...)

aplikace

vitamíny, pesticidy ve vodě,
kyseliny ve víně, ...

Příklad aplikace SPE k přečištění nebo zakoncentrování vzorku

Extrakce rozpouštědlem – kapalně vzorky

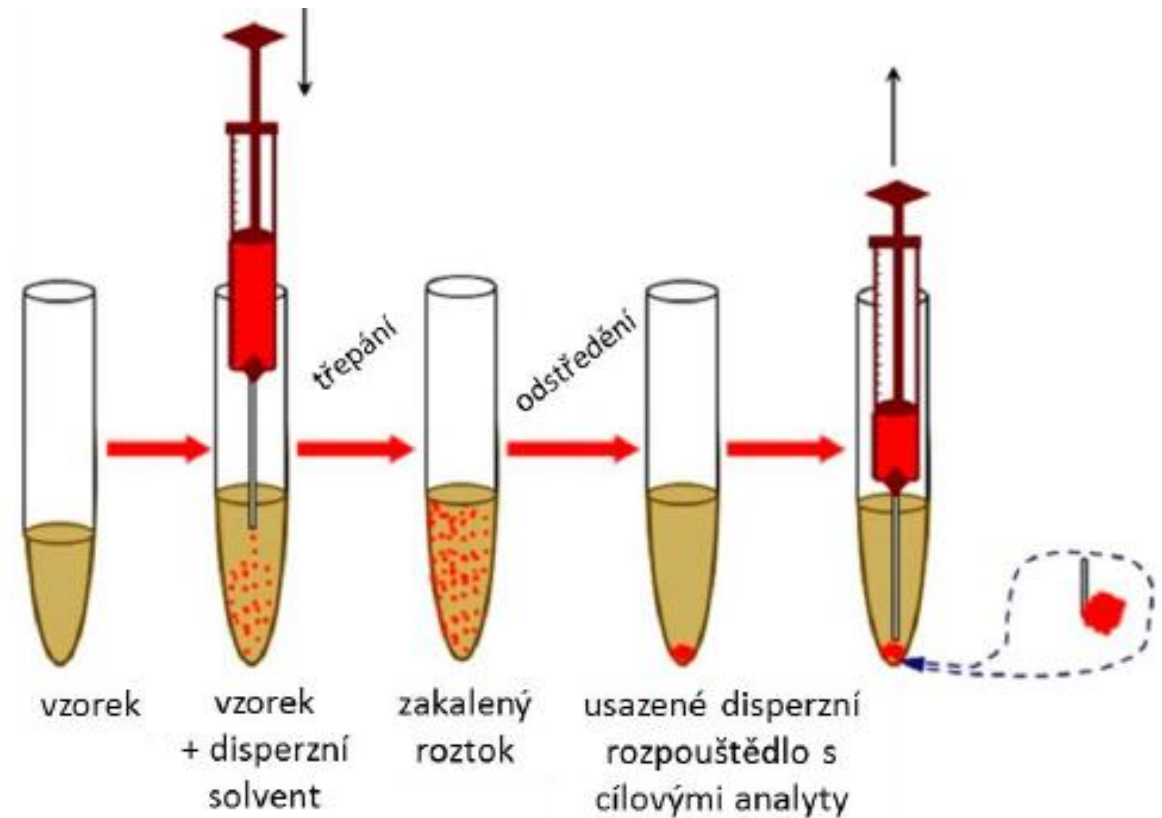
Mikroextrakce (ME, angl. *microextraction*)

miniaturizace

($V = 0,001 - 0,01 \mu\text{l}$)

malý objem rozpouštědla

lehčí než voda



Extrakce z kapaliny do kapaliny (LLE)

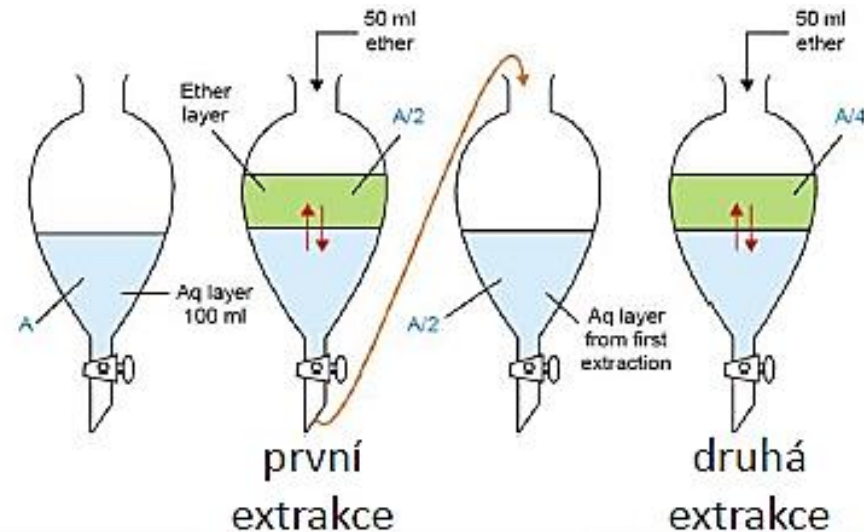


- L > složka > L
- LLE (angl. *liquid liquid extraction*)
- rozdělovací rovnováha požadované složky v soustavě dvou nemísitelných kapalin
- (Složka přechází do kapaliny, ve které je více rozpustná)

– Nernstův rozdělovací zákon
(rozdělovací konstanta k_D)

– Aplikace

- extrakce chlorovaných aromatických látek
- extrakce organických polutantů,



víceková extrakce

Použitá literatura

- Crouch S., Skoog D., Holler F., West M., Fundamentals of Analytical Chemistry. United States, 2013. 1072 s.
- Záruba K. a kolektiv., Analytická chemie (1.díl). VŠCHT Praha, 2016. 224 s.
- Holzbecher, Z. a Churáček J., Analytická chemie. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1987. 663 s.
- Zýka J., Analytická příručka. 4. upr. vyd. Praha: SNTL, Nakladatelství technické literatury, 1988. 831 s.
- Klouda, P., Moderní analytické metody. 2. upr. a dopl. vyd. Ostrava 2003. 132 s.
- Okáč A., Analytická chemie kvalitativní, Academia, Praha 1966.
- Dostál V., Šimek J., Důkaz některých anorganických iontů vybranými analytickými reakcemi, Skripta UP Olomouc, 2. upr. a dopl. vyd. Olomouc 2000. 76 s.
- Jančářová I., Jančář L., Analytická chemie. MZLU Brno, 2003, 195s.