

PLYNOVÁ A KAPALINOVÁ CHROMATOGRRAFIE

klíčové separační a kvantifikační metody v analýze potravin

separace + detekce + kvantifikace analytů

Analyty	Chromatografie	Separací potenciál
Nízkomolekulární Nepolární Těkavé (teplota b.v.) Termostabilní	Plynová (GC – gas chrom.)	Až stovky látek Opakovatelnost Retenční indexy
Celý rozsah M_w Nepolární až polární Termo-stabilní i -labilní Méně těkavé	Kapalinová (LC- liquid chrom.)	Desítky látek Větší robustnost Téměř univerzální



PLYNOVÁ CHROMATOGRRAFIE

praktické aspekty

Především kapilární GLC (capillary gas liquid chromatography)

- SF: polysiloxany – nepolární modifikace (PDMS)
polyglykoly – polární interakce (PEG)

Vysoký separační potenciál: desítky až stovky látek

- lze zvýšit použitím MS (rozlišení pomocí spekter)
→ není nutná chromatografická separace

Rychlá a dobře opakovatelná metoda

- šířka píků v jednotkách s a méně

Matriční efekty (snížení X zvýšení odezvy)

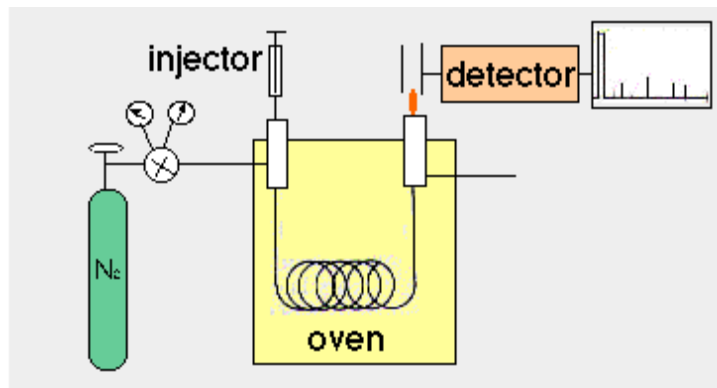
- depozice vzorku – sorpce analytů → snížení odezvy, memory efekt
- aktivní místa – soutěž analytů a matrice → zvýšení odezvy



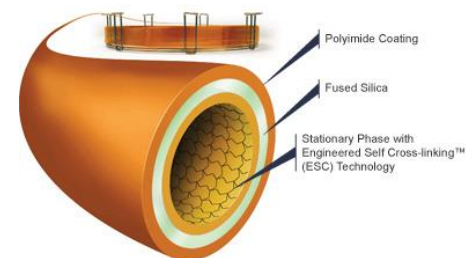
PLYNOVÁ CHROMATOGRRAFIE

praktická realizace

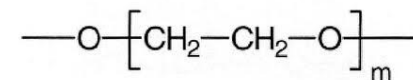
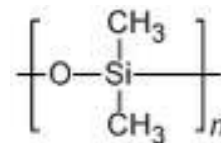
Schéma plynového chromatografu



Kolony: náplňové x kapilární



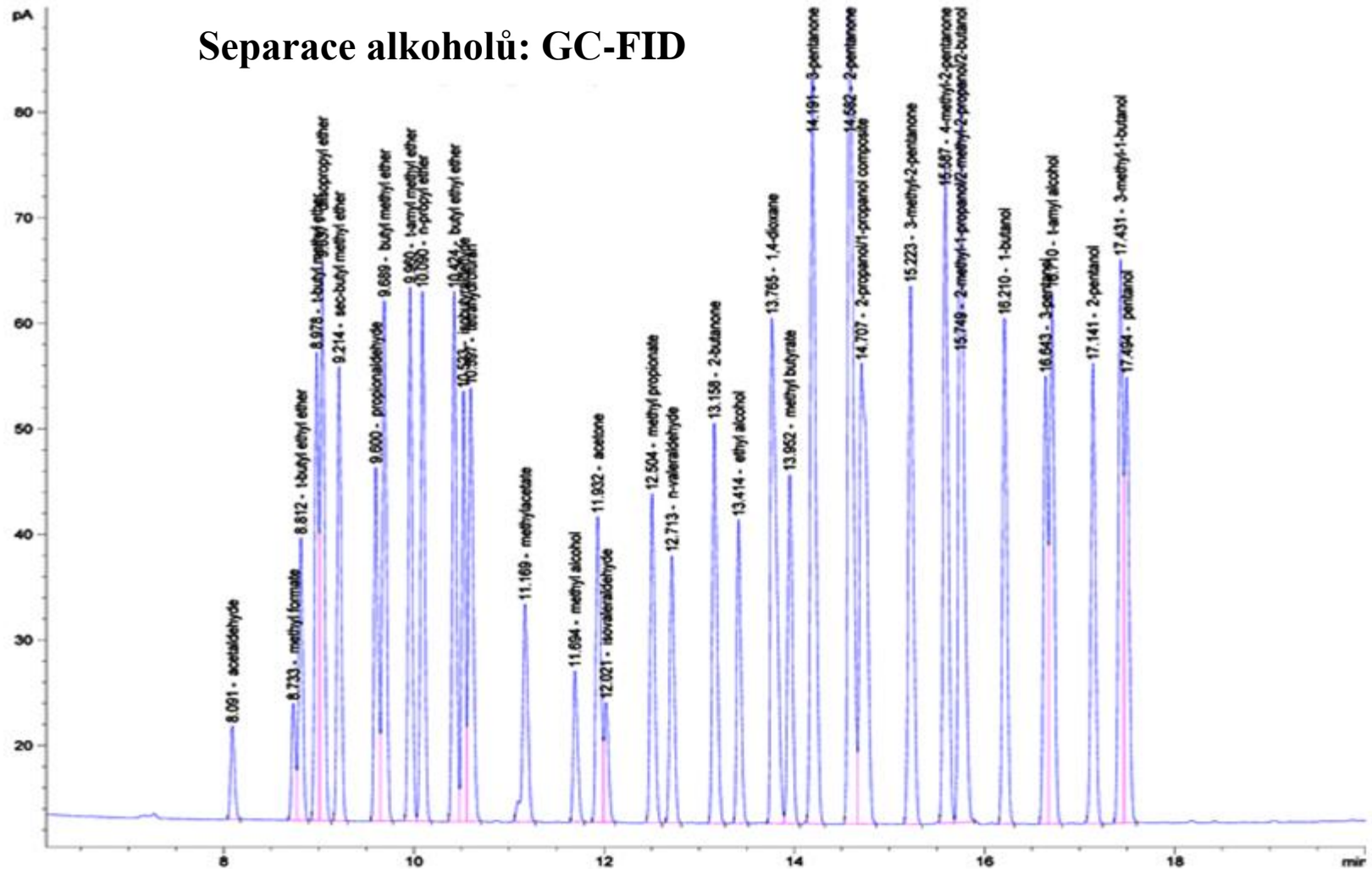
SF: polydimethylsiloxan X polyethylenglykol



PLYNOVÁ CHROMATOGRRAFIE

ukázka separace

Separace alkoholů: GC-FID



Detektory

TCD – tepelně vodivostní – robustní, univerzální

FID – plamenově ionizační – uhlovodíky, nedetekuje H₂O (analýza alkoholů), pozadí

MS (GC-MS) – hmotnostně spektrometrický – univerzálně nastavitelný

ECD - elektronového záchytu

NPD – dusíko-fosforový

KAPALINOVÁ CHROMATOGRRAFIE

praktické aspekty

SF: široký výběr – eluční (NP, RP - silikagel C18), ionexy, chirální, HILIC

Kolony: zrnění, rychlost průtoku a tlak

– LC, HPLC, RRLC, UPLC, UHPLC

Separční potenciál je rozmanitý podle charakteru stacionární fáze

- významně lze zvýšit použitím MS (rozlišení pomocí spekter)

→ není nutná chromatografická separace

Rychlá metoda pro menší skupiny nebo při použití MS

- šířka píků i v desítkách s

Matriční efekty (snížení X zvýšení odezvy)

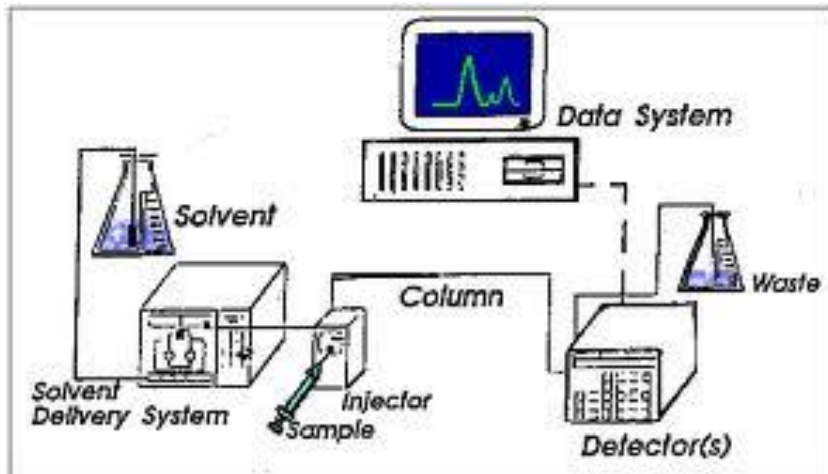
- depozice vzorku – sorpce analytů → snížení odezvy, memory efekt



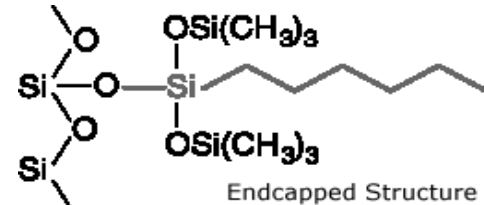
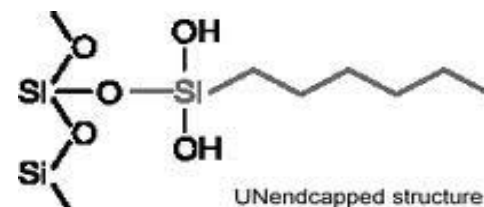
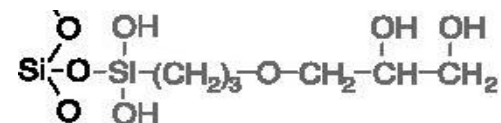
KAPALINOVÁ CHROMATOGRRAFIE

praktická realizace

Schéma kapalinového chromatografu



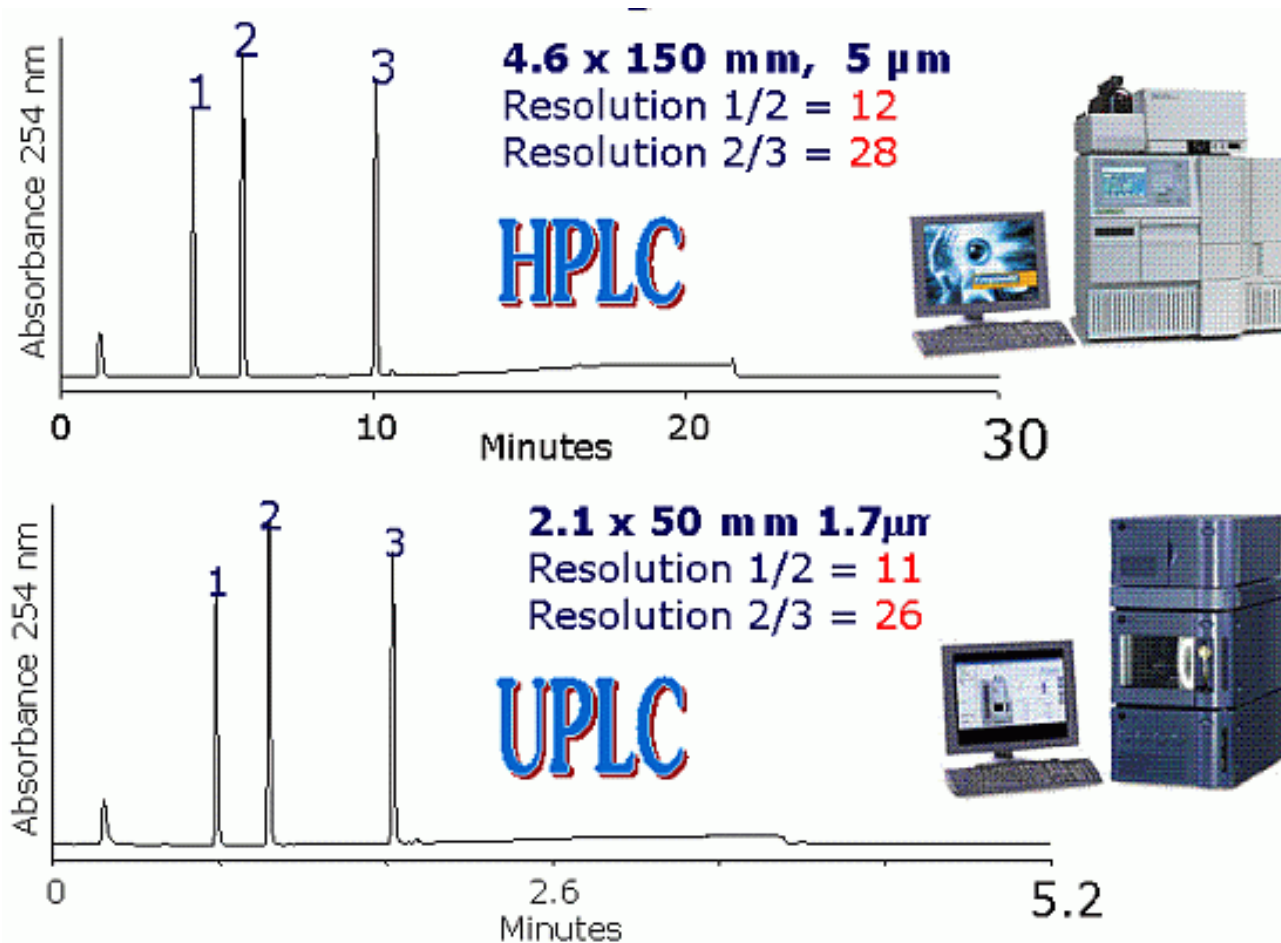
SF a kolony:



KAPALINOVÁ CHROMATOGRAFIE

ukázka separace

HPLC → UPLC



Detektory

RID – refraktometrický (index lomu) – univerzální

ELSD – rozptyl světla – univerzální, $M_w > 100$

ECD - (vodivost, oxidace - redukce) – specifické aplikace

SPFM (UV, VID, IČ [NIR]) – přítomnost chromoforu

FLD – fluorescenční (fluorimetrický) – specifické aplikace

MS (LC-MS) – univerzálně nastavitelný