

ROLE SEPARAČNÍCH METOD

Redukce nežádoucích složek - ruší analýzu, poškozují přístroj...

Rozdělení - frakcionace vzorku podle zvolené charakteristiky

Cílená analýza - vysoce selektivní postup

**Necílená analýza - převedení do formy vhodné k analýze
- minimální redukce komponent**

Vzorek – příjem, zpracování

Odebraný vzorek – velikost, reprezentativnost, stabilita,
charakter matrice, homogenita X různorodost

Terénní analýza – přímá vazba na odběr resp. charakterizaci
analyzované části materiálu nebo místa,
lokalizace vzorku

Příjem do laboratoře – popis / kontrola deklarovaného stavu

Uložení vzorku – laboratorní teplota, zchlazení, zmražení,
vakuové (sublimační) sušení neboli lyofilizace,
chemická konzervace

Vzorek – zpracování na analytický vzorek

Odebraný vzorek – nutno zmenšit na část potřebnou k analýze

Homogenita – (re)homogenizace – laboratorní sub-vzorkování

Zachování reprezentativnosti

Dostatečnost – zpracovatelnost

Opakovatelnost – velikost / průměrnost navážky

Techniky zpracování analytického vzorku

Homogenizace: dezintegrace (rozmělnění)

drcení

mletí

stříhání

strouhání

roztírání

Pomocné úpravy z důvodu dosažení změny charakteru matrice

→ *usnadnění izolace analytů:*

zporézňování (konzistence suchého jemného prášku)

sušení (imobilizace volné vody)

přídavek rozpouštědla nebo modifikátoru

úprava pH apod.

Izolace analytů

Rutinní postupy X Nově testované přístupy

Charakteristiky izolačních postupů

Složitost provedení - počet stupňů (kroků)

Selektivita - charakteristika separačních mechanismů
- skupinová X individuální

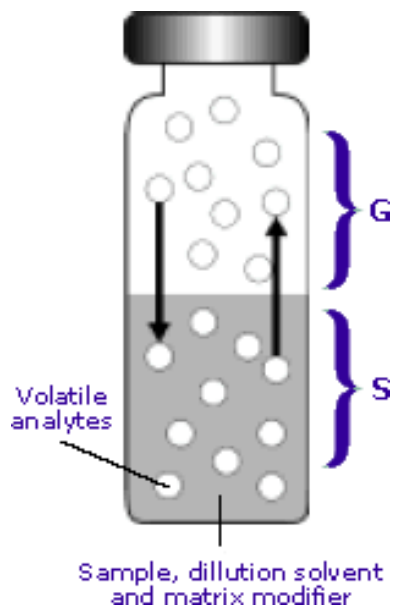
Účinnost - výtěžnost analytů
- testování pomocí zpětné výtěžnosti - recovery

Koncentrace analytů - zředění X zahuštění

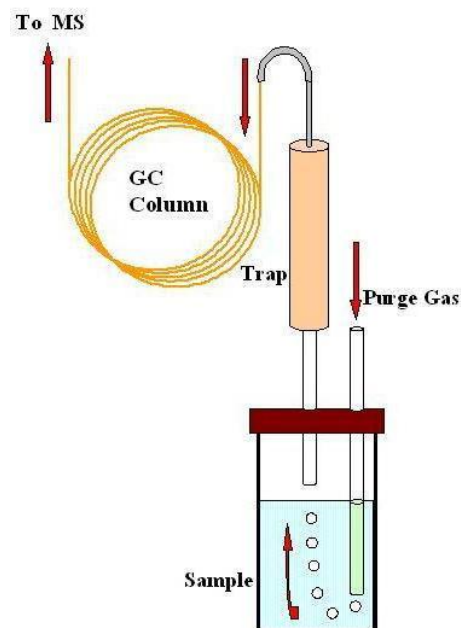
Fáze izolačního média - plynná, kapalná, pevná, nadkritická tekutina

A1) Plynná fáze

Head space (statický, dynamický)
- trap, kryofokusace

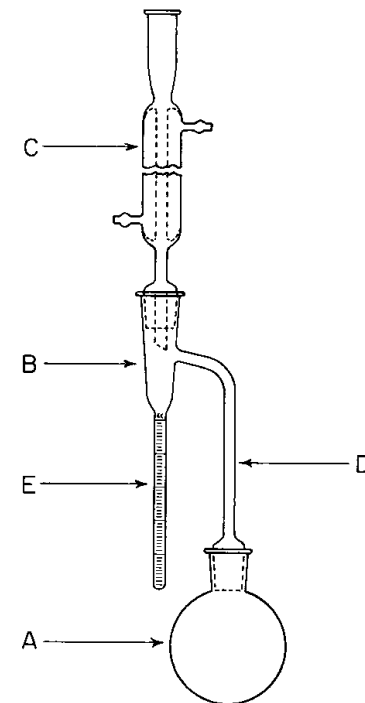
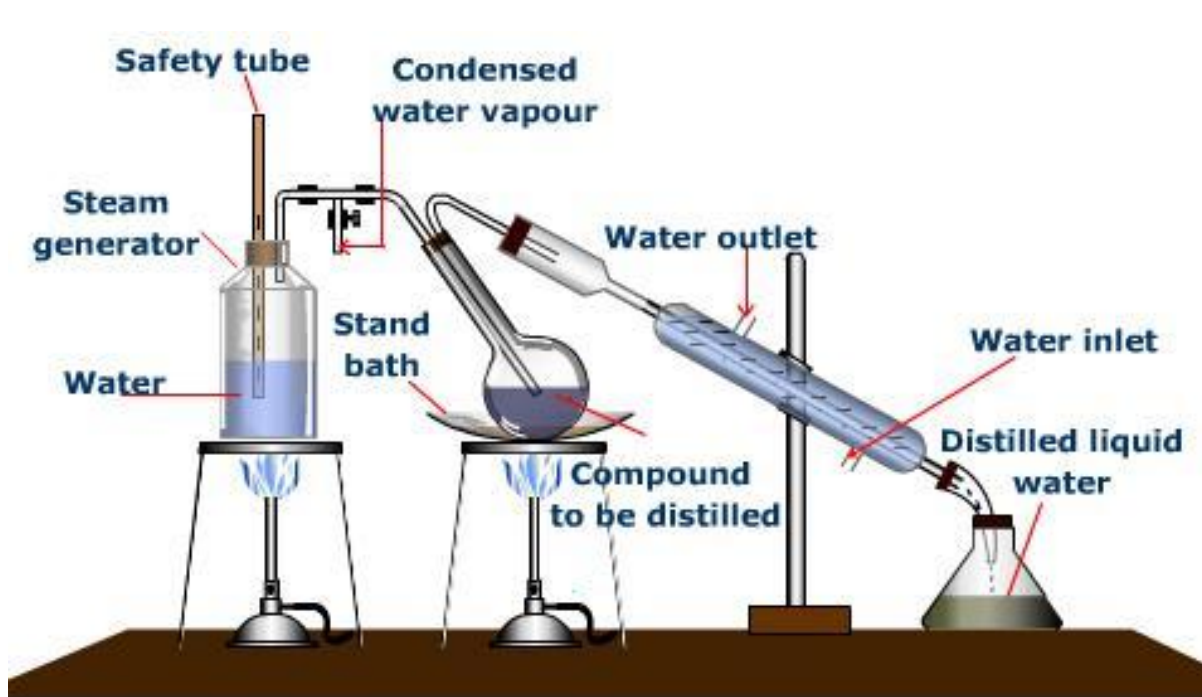


Purge & trap - trap, kryofokusace



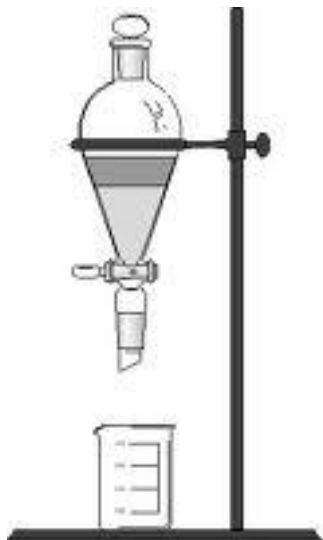
A2) Plynná fáze

Destilace - s vodní párou, s jinými rozpouštědly

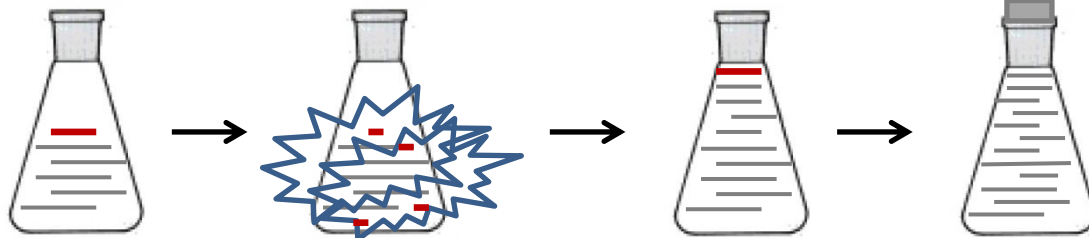


B1) Kapalná fáze a SCF

Liquid Liquid Extraction (LLE)



Micro Extraction (ME) – mikro LLE



B2) Kapalná fáze a SCF

Liquid Solid Extraction (LSE)

Třepání – ruční, mechanické

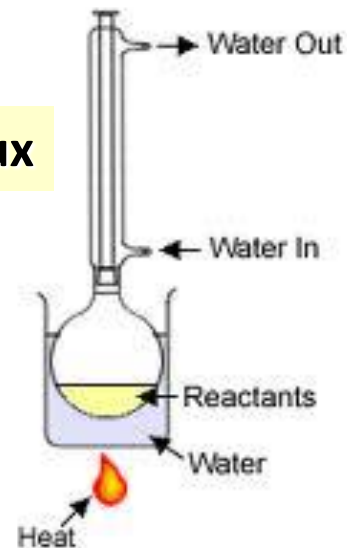


vibrační

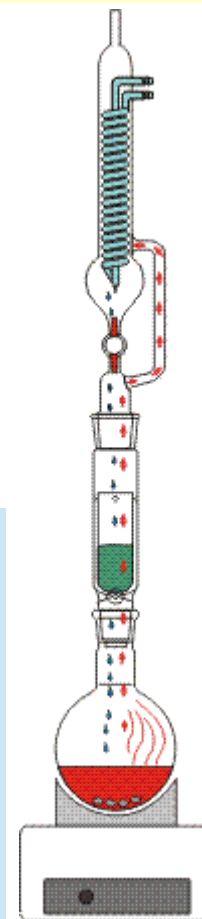
Ultrazvuková lázeň



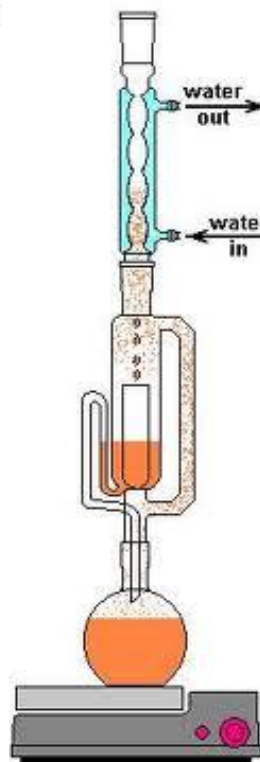
Reflux



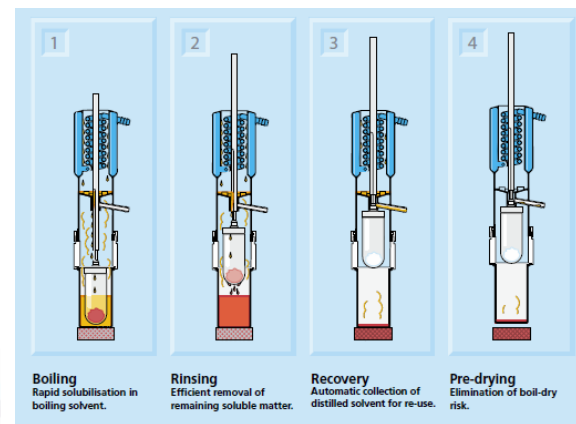
Twisselman



Soxhlett



Soxtec

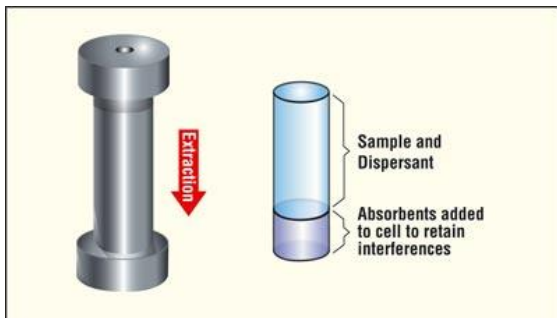


B3) Kapalná fáze a SCF

Microwave Assisted Solvent Extraction (MASE)

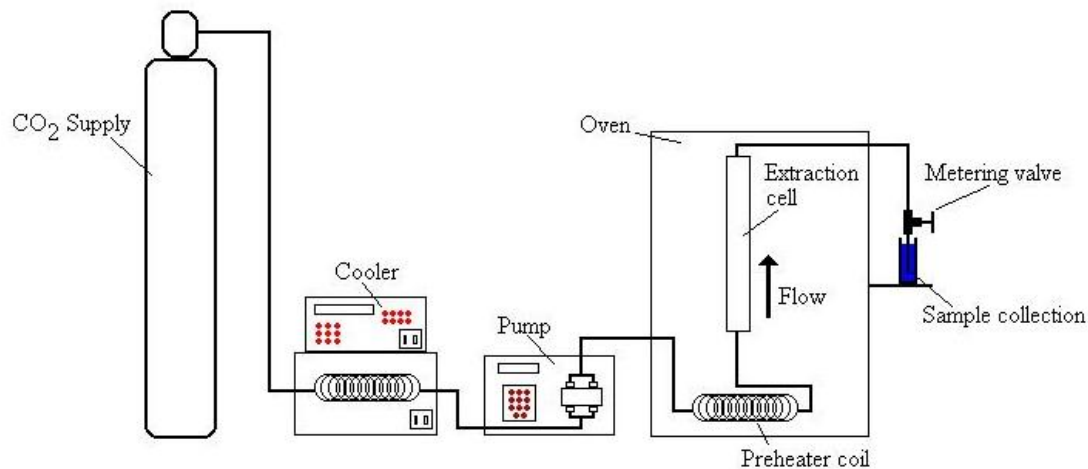
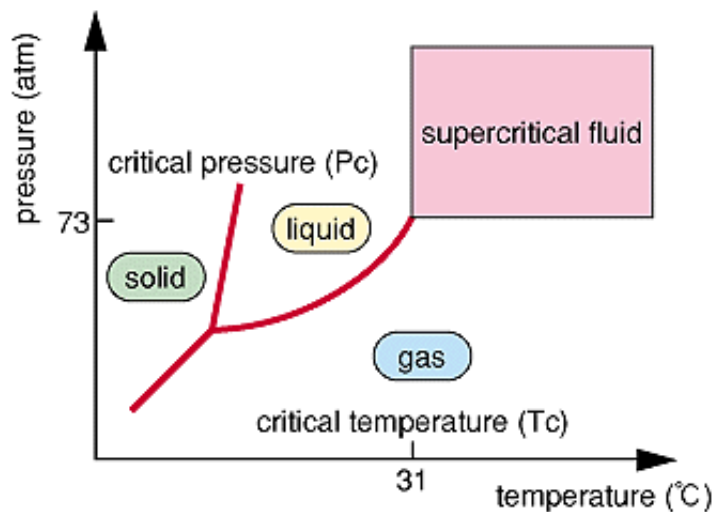


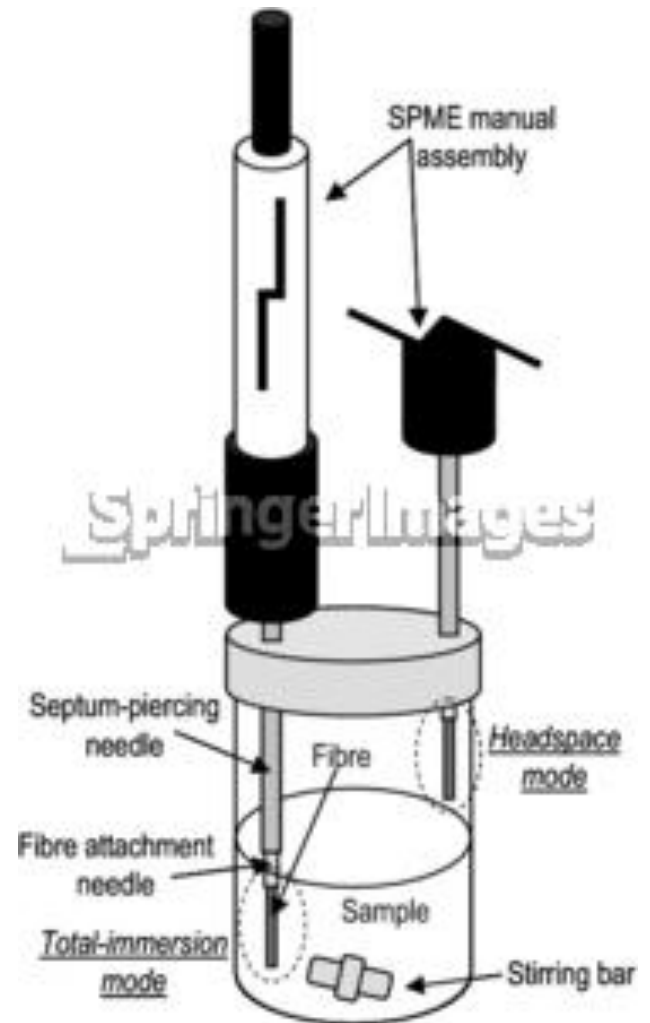
Accelerated Solvent Extraction (ASE) [Pressurized Liquid Extraction (PLE)]



B4) Kapalná fáze a SCF

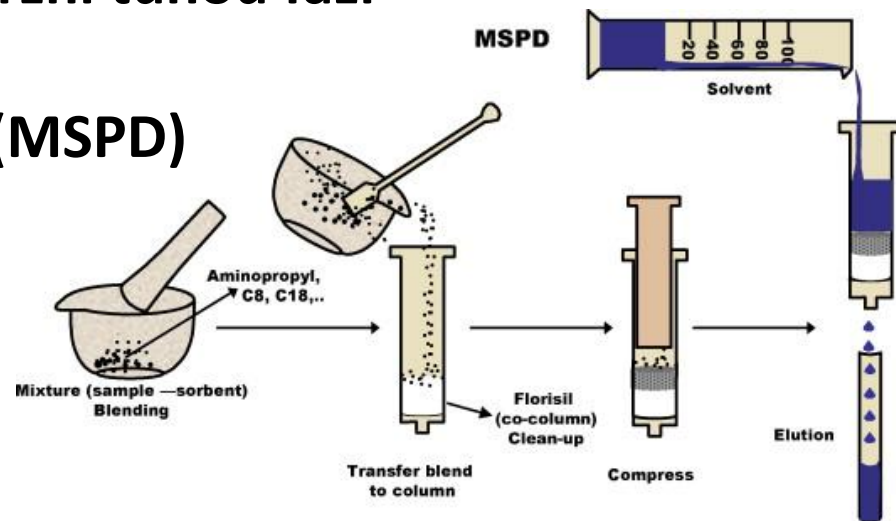
Supercritical Fluid Extraction (SFE)



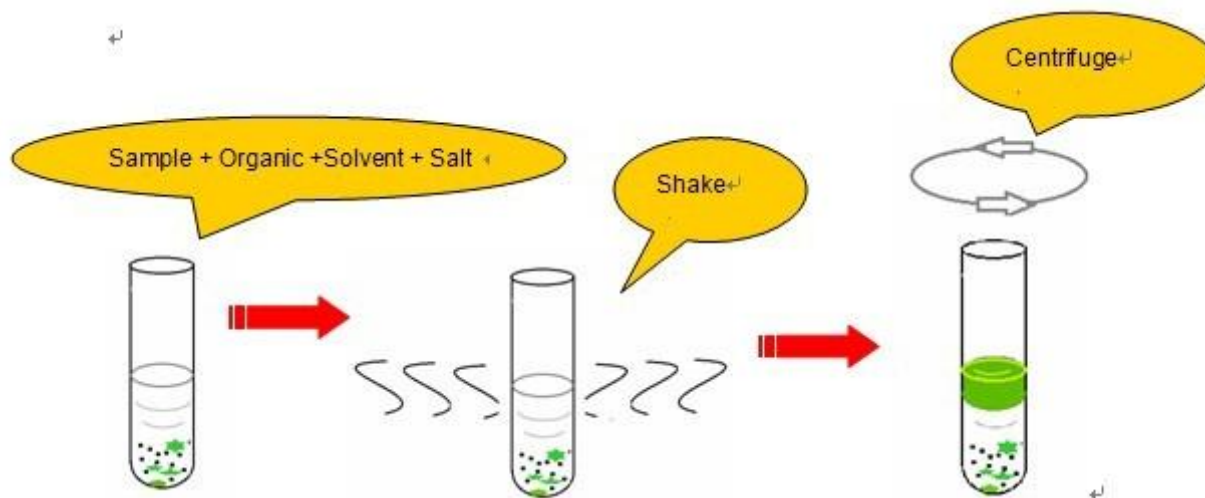
C1) Pevná fáze**Solid Phase Extraction
(kolonky, disky) - SPE****Solid Phase Micro Extraction
(SPME)**

C2) Pevná fáze - Extrakce disperzní tuhou fází

Matrix Solid Phase Dispersion (MSPD)



Quick Easy Cheap Effective Rugged Safe (QuEChERS)



D) Rozklad

Mineralizace:

- laboratorní X vysoká teplota
- pomocná činidla – kyseliny, plyny
- ohřev v peci X mikrovlnami (fokusované)

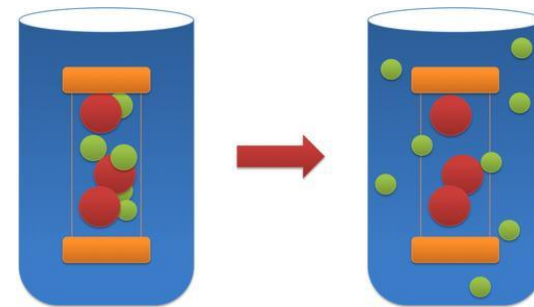
Terénní pyrolytické vzorkování:

- vyhřívaná koncovka hadice - nasávání těkavých látek včetně produktů pyrolýzy

Preparativní techniky

Membránové separace – (mikro)dialýza
statická x dynamická

Srážení (pH, soli, organické rozpouštědlo)



Filtrace
(ultra)



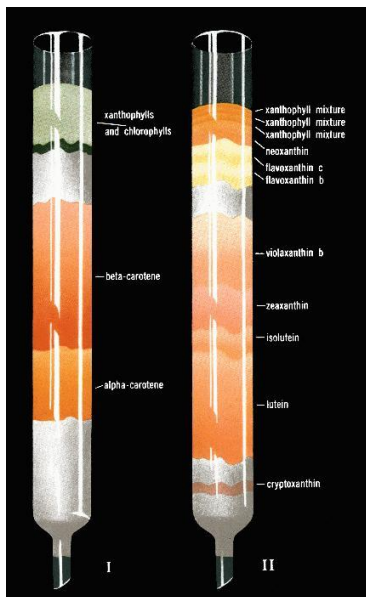
Sušení extraktu, destilace, odfoukání dusíkem,
RVO, Kuderna-Danish, Snyderův nástavec

Gravitační separace

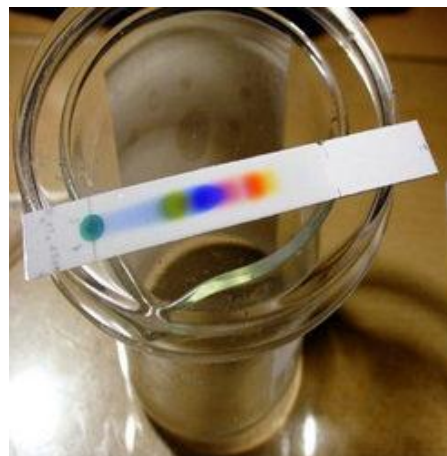


Preparativní separace

LSC - Adsorpční chromatografie (kolonová / sloupcová x column)



TLC (HPTLC)



LC (HPLC) – elučňí, ionexová, chirální apod.

Elektromigrační preparativní separace

Bioafinitní metody (MSPD, SPE, LC – enzymové, imunochemické)

Preparativní separace

GPC (HPGPC)

