

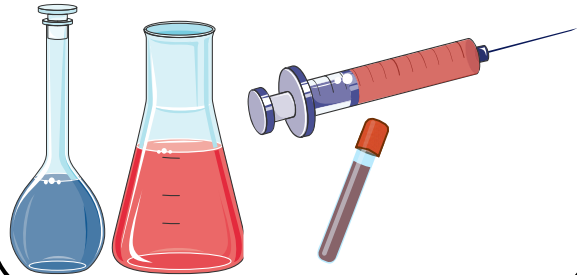
Kurs: Techniki przygotowania próbek w analizie żywności
metodami chromatografii gazowej i spektrometrii mas

Podstawowe metody przygotowywania próbek

Dr Natalia Drabińska

Schemat procedury analitycznej

1) Pobieranie próbek



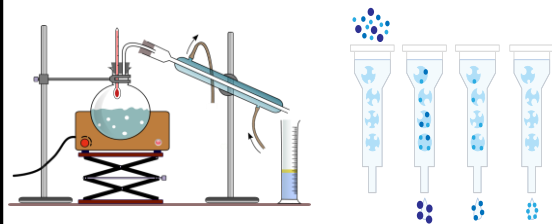
2) Transport



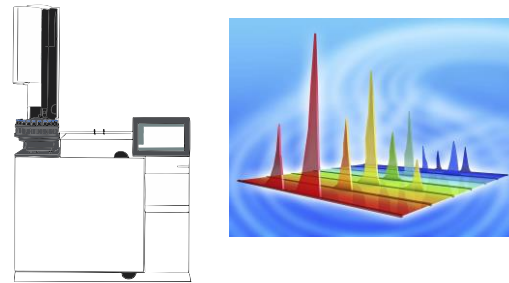
3) Przechowywanie



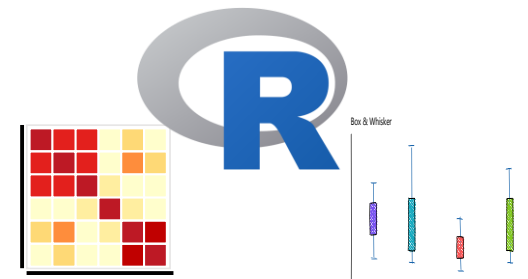
4) Przygotowanie



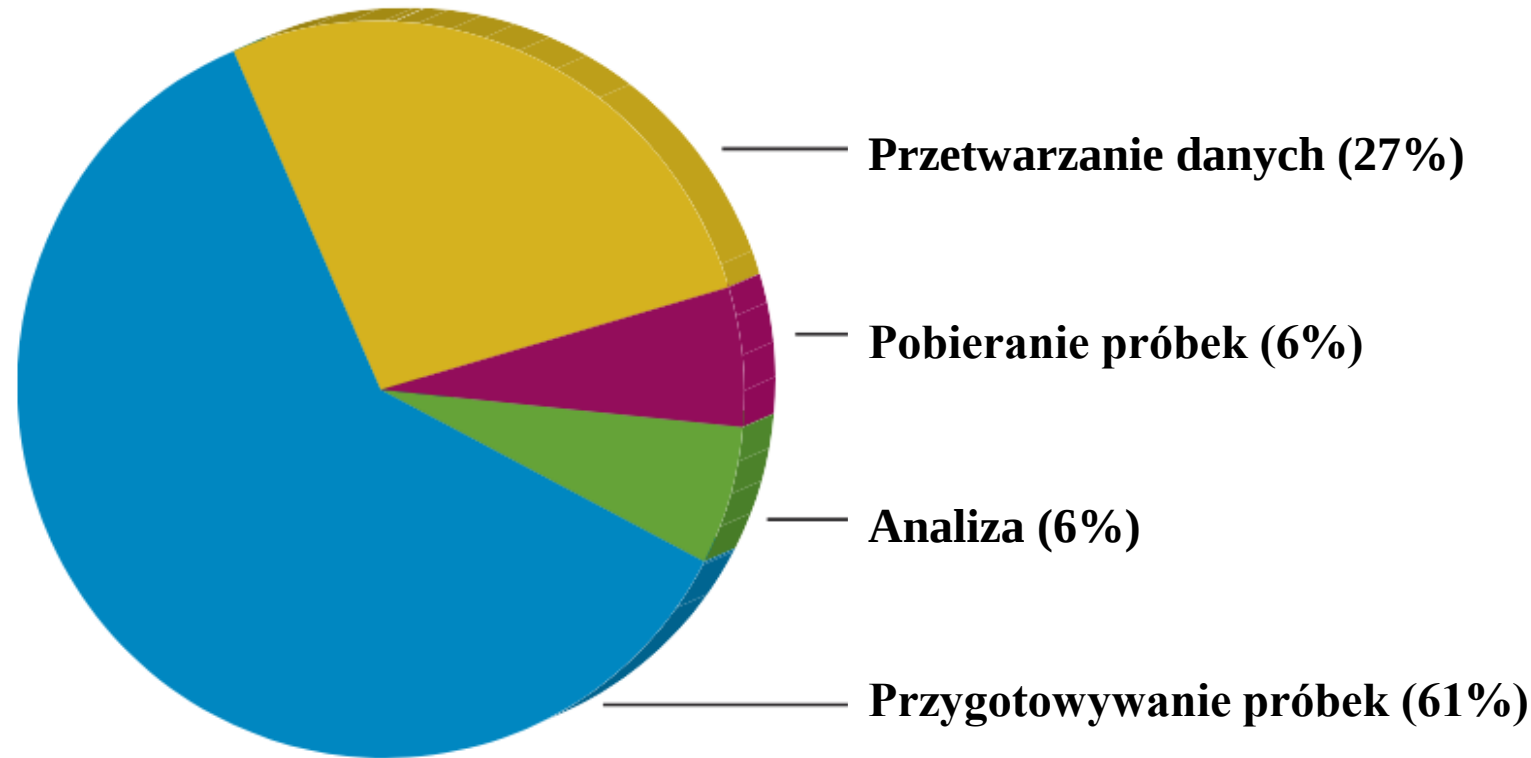
5) Analiza



6) Przetwarzanie danych

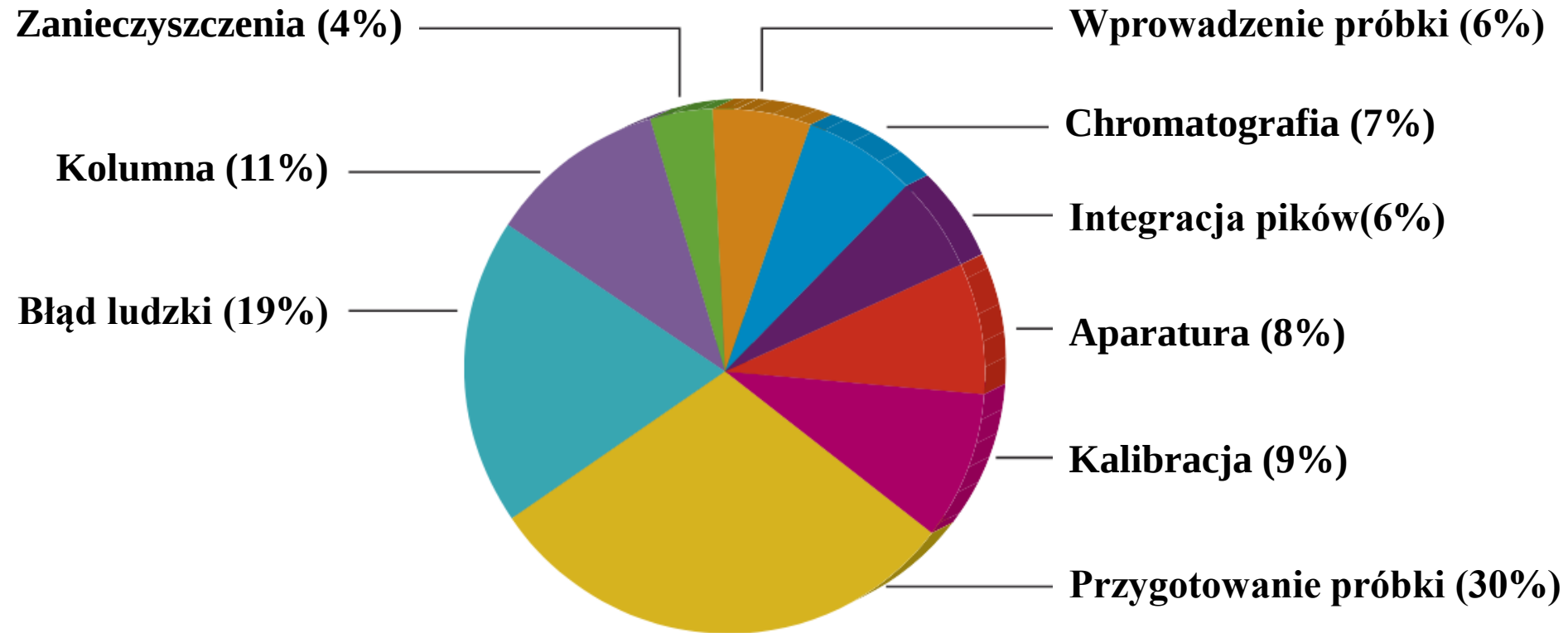


Czas spędzany na analizie chromatograficznej



Na podstawie danych ankietowych firmy Agilent Technologies

Źródła błędów w analizie chromatograficznej



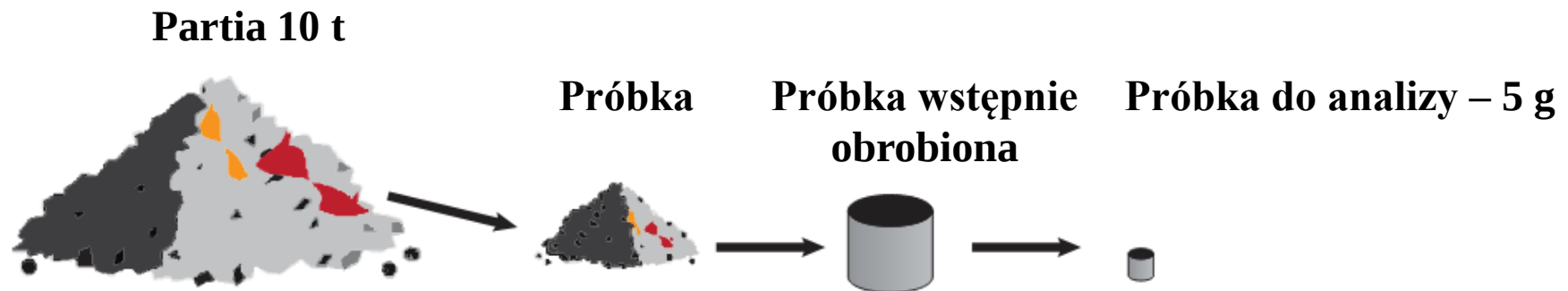
Na podstawie danych ankietowych firmy Agilent Technologies

Cel przygotowania próbki

- Selektywna izolacja analitów;
- Oczyszczanie ekstraktu;
- Frakcjonowanie;
- Wzbogacenie;
- Konwersja chemiczna.

Pobieranie próbek

- Kluczowy etap w analizie chromatograficznej!
- Próbką musi być reprezentatywna
- Ważny jest dobór odpowiedniego, inertnego, szczelnego pojemnika
- Dobór stabilizatorów



Jak wybrać odpowiednią metodę przygotowania próbek?

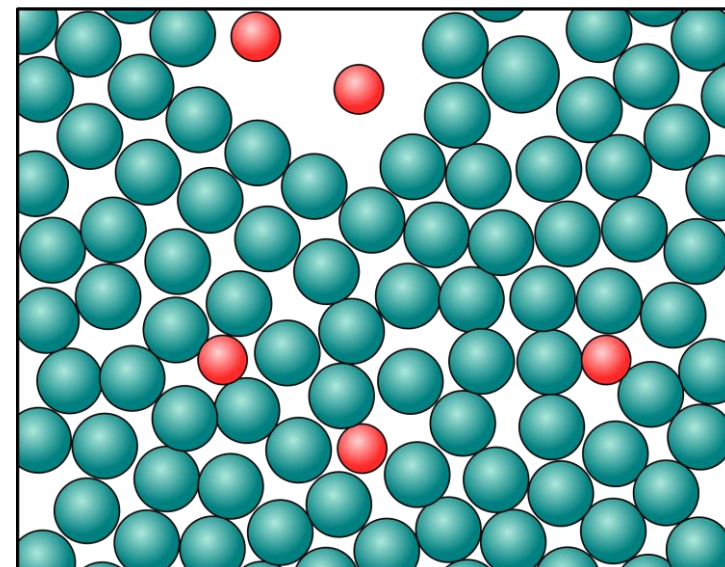
1. Jaka jest metoda analizy?
2. Ile czasu jest potrzebne?
3. Jaki odzysk jest potrzebny?
4. Czy to analiza ilościowa czy jakościowa?
5. Jak planujesz wyznaczyć ilość?
6. Jakiej dokładności i precyzji potrzebujesz?
7. Jaka jest matryca?

Jak wybrać odpowiednią metodę przygotowania próbek?

8. Jaka jest objętość/wielkość próbki?
9. Jak zanieczyszczona jest próbka?
10. Co jest wiadome o danym analicie?
11. Jakie etapy wstępnej obróbki są potrzebne?
12. Czy próbka wymaga zagęszczenia?
13. Jaki rozpuszczalnik jest najlepszy do analizy danego analitu?
14. Czy posiadasz wymaganą aparaturę do analizy danego analitu?

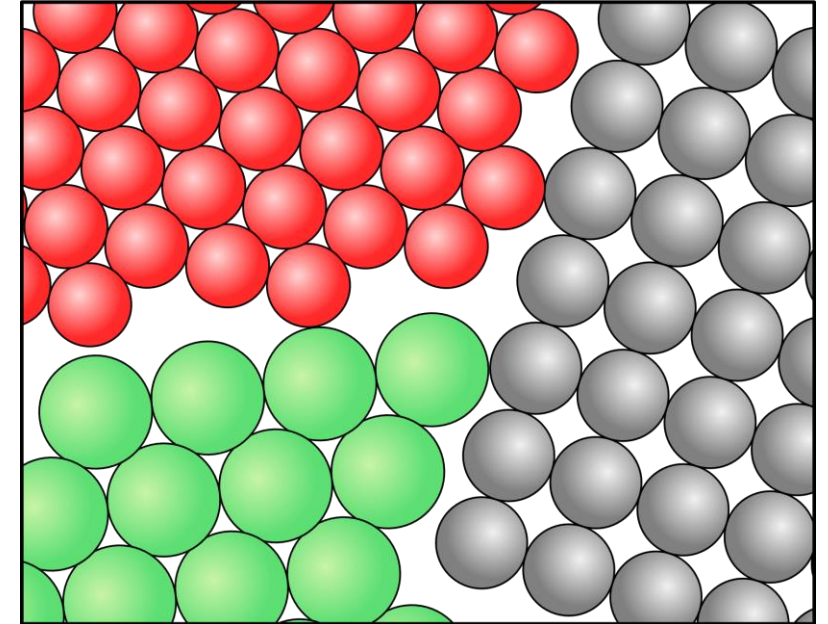
Matryca gazowa

- Pobranie
- Pułapkowanie w fazie stałej
- Pułapkowanie w rozpuszczalniku
- Analiza w fazie nadpowierzchniowej
- Oczyszczanie i pułapkowanie (Purge & Trap)
- Desorpcja termiczna
- Piroliza
- Mikroekstrakcja do fazy stałej (SPME)



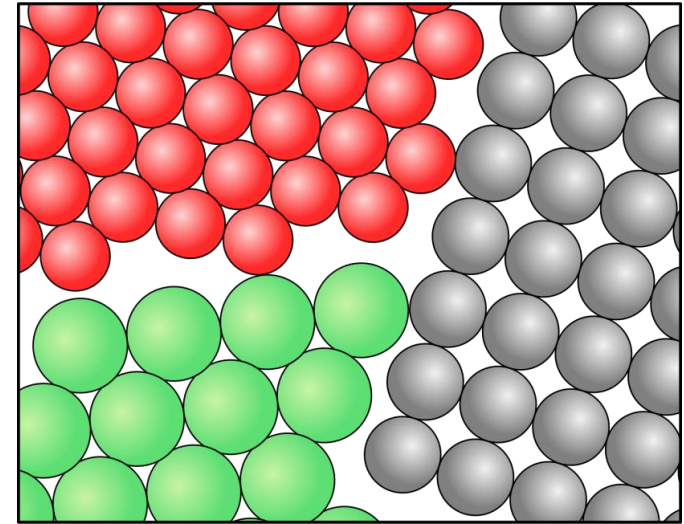
Matryca stała – metody tradycyjne

- Ekstrakcja ciało stałe-ciecz
- Ekstrakcja w aparacie Soxhleta
- Homogenizacja
- Sonikacja
- Rozpuszczanie
- odtłuszczenie



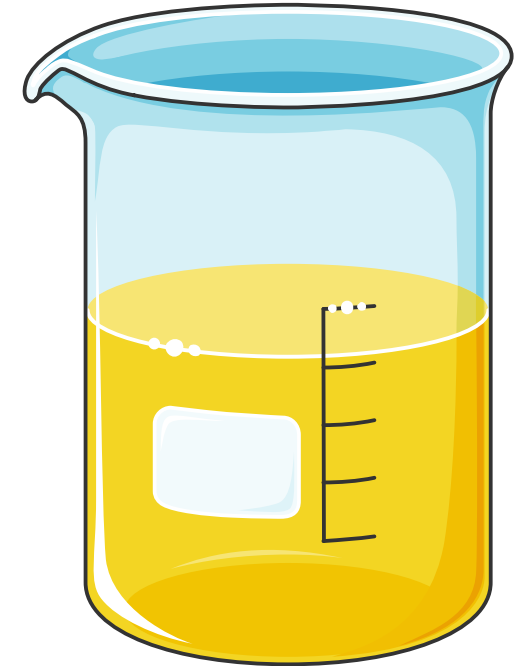
Matryca stała – metody nowoczesne

- Ekstrakcja ciśnieniowa
- Przyspieszona ekstrakcja rozpuszczalnikiem (ASE)
- Automatyczna ekstrakcja w aparacie Soxhleta
- Ekstrakcja w stanie nadkrytycznym (SFE)
- Ekstrakcja za pomocą rozpuszczalnika wspomagana ultradźwiękami
- Ekstrakcja za pomocą rozpuszczalnika z próbki zmieszanej z wypełniaczem (MSPD)



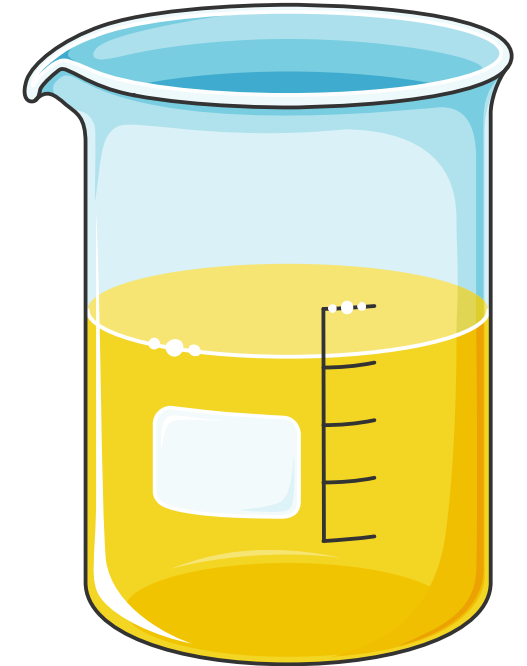
Matryca ciekła

- Ekstrakcja do fazy stałej
- Ekstrakcja ciecz-ciecz
- Rozcieńczanie
- Odparowanie
- Destylacja
- Mikrodializa
- Liofilizacja
- filtracja



Matryca ciekła

- Wirowanie
- Sedymencja
- Mikroekstrakcja do fazy stałej (SPME)
- Ekstrakcja z wykorzystaniem ruchomego elementu sorpcyjnego typu Twister (SBSE)
- Dyspersyjna mikroekstrakcja ciecz-ciecz (DLLME)
- Mikroekstrakcja jednej kropli (SDME)
- Ekstrakcja wtryskowa przepływowa (FIE)
- QuEChERS



Chromatografia kolumnowa Flash

Chromatografia flash to technika szybkiej chromatografii kolumnowej, stosowana głównie do oczyszczania związków chemicznych.

Chromatografia flash polega na rozdzielaniu mieszaniny związków chemicznych na podstawie ich różnej zdolności do przemieszczania się przez fazę stacjonarną (np. krzemionkę) pod wpływem przepływającej fazy ruchomej (rozpuszczalnika).

W odróżnieniu od klasycznej chromatografii kolumnowej, w chromatografii flash:

- Stosuje się nadciśnienie (np. pompę lub sprężone powietrze), aby przyspieszyć przepływ rozpuszczalnika.
- Kolumny są wypełnione drobniejszym ziarnem sorbentu, co zwiększa efektywność rozdziału.
- Proces jest szybszy i bardziej wydajny.

Chromatografia kolumnowa Flash

Zastosowanie:

- Oczyszczanie produktów reakcji chemicznych.
- Rozdzielanie mieszanin związków organicznych.
- Przygotowanie próbek do dalszej analizy (np. spektroskopowej).



Green sample preparation – zrównoważone przygotowanie próbek

To podejście, które ma na celu minimalizację wpływu przygotowania próbek na środowisko, przy jednoczesnym zachowaniu wysokiej jakości analizy. Opiera się na zasadach zielonej chemii, takich jak:

- redukcja zużycia rozpuszczalników,
- ograniczenie ilości odpadów,
- stosowanie bezpieczniejszych reagentów,
- automatyzacja i miniaturyzacja procesów.



Problemy spotykane podczas przygotowywania próbek:

- Długi czas;
- Odzysk;
- Zanieczyszczenia;
- Problemy z powtarzalnością;
- Wysokie koszty;
- Duża ilość rozpuszczalników;
- Automatyzacja.

Typowe błędy w przygotowywaniu próbek

Niewłaściwy dobór metody przygotowania:

- Użycie techniki nieodpowiedniej do rodzaju matrycy (np. LLE do próbki stałej)
- Zastosowanie zbyt agresywnej metody, która degraduje anality
- Pominięcie etapu oczyszczania w przypadku złożonych matryc

Typowe błędy w przygotowywaniu próbek

Zanieczyszczenia krzyżowe (cross-contamination):

- Używanie tych samych narzędzi lub szkła laboratoryjnego bez odpowiedniego mycia
- Przenoszenie śladowych ilości analitów między próbkami
- Zanieczyszczenia z otoczenia (np. z powietrza, rąk, odczynników)

Typowe błędy w przygotowywaniu próbek

Niewłaściwe warunki przechowywania próbki:

- Rozkład analitów w wyniku działania światła, temperatury lub tlenu
- Utrata lotnych związków (np. w analizie GC)
- Zmiany mikrobiologiczne w próbkach biologicznych

Typowe błędy w przygotowywaniu próbek

Błędy objętościowe i wagowe:

- Niedokładne dozowanie rozpuszczalników lub próbki
- Brak kalibracji pipet i wag
- Zbyt mała lub zbyt duża ilość próbki w stosunku do pojemności sorbentu

Typowe błędy w przygotowywaniu próbek

Niepełna ekstrakcja lub odzysk analitu:

- Zbyt krótki czas ekstrakcji
- Niewłaściwy rozpuszczalnik lub jego pH
- Zbyt mała ilość sorbentu lub jego niewłaściwy rodzaj

Typowe błędy w przygotowywaniu próbek

Brak walidacji metody przygotowania próbki:

- Brak oceny odzysku, powtarzalności i selektywności
- Niewystarczające testy na obecność interferencji matrycowych
- Brak kontroli jakości (np. próbki wzorcowe, ślepe próby)

Typowe błędy w przygotowywaniu próbek

Niedostosowanie próbki do techniki chromatograficznej:

- Zbyt wysoka lepkość lub zawartość cząstek stałych (może zatkać kolumnę)
- Niezgodność rozpuszczalnika z fazą ruchomą (np. w HPLC)
- Obecność składników, które mogą uszkodzić detektor

Jak unikać błędów?

1. Stosować kontrole jakości na każdym etapie
2. Pracować zgodnie z walidowanymi protokołami
3. Regularnie szkolić personel
4. Dokumentować każdy etap przygotowania próbki

DZIĘKUJĘ ZA UWAGĘ!

Materiał powstał w ramach projektu „Najlepsi z natury! Podnoszenie kompetencji osób dorosłych przez UPP”, współfinansowanego ze środków Europejskiego Funduszu Społecznego Plus, w ramach programu Fundusze Europejskie dla Rozwoju Społecznego 2021-2027, na podstawie umowy nr FERS.01.05-IP.08-0469/23



Fundusze Europejskie
dla Rozwoju Społecznego



Rzeczpospolita
Polska

Dofinansowane przez
Unię Europejską

