

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

Wstęp do kursu

Henryk Jeleń

Analiza złożonych mieszanin

1. Pobieranie próbek
2. **Przygotowanie próbek do analizy**
3. Rozdział
4. Identyfikacja i analiza ilościowa
5. Analiza statystyczna
6. Podejmowanie decyzji

do 80% czasu analizy

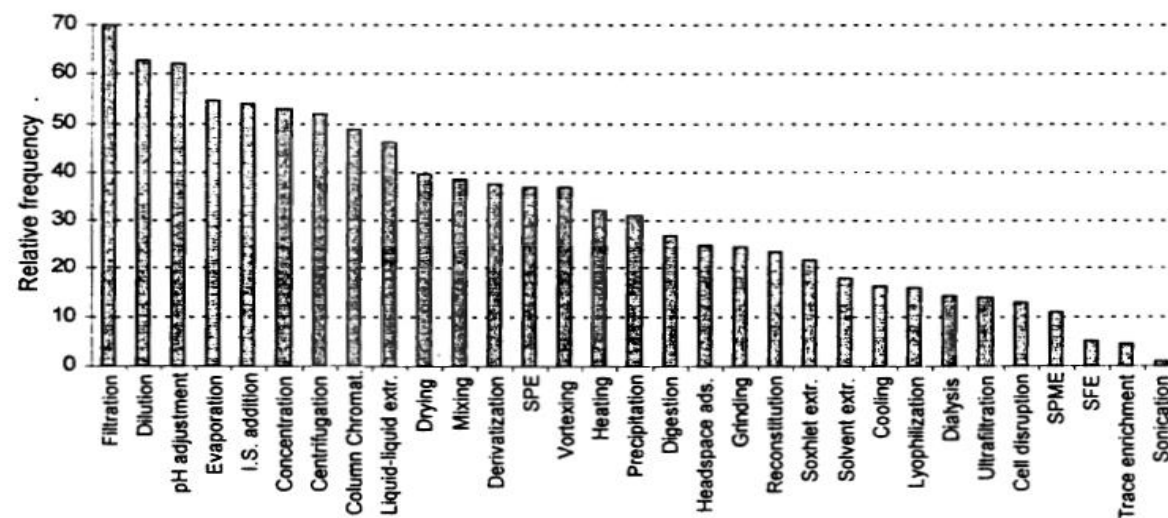
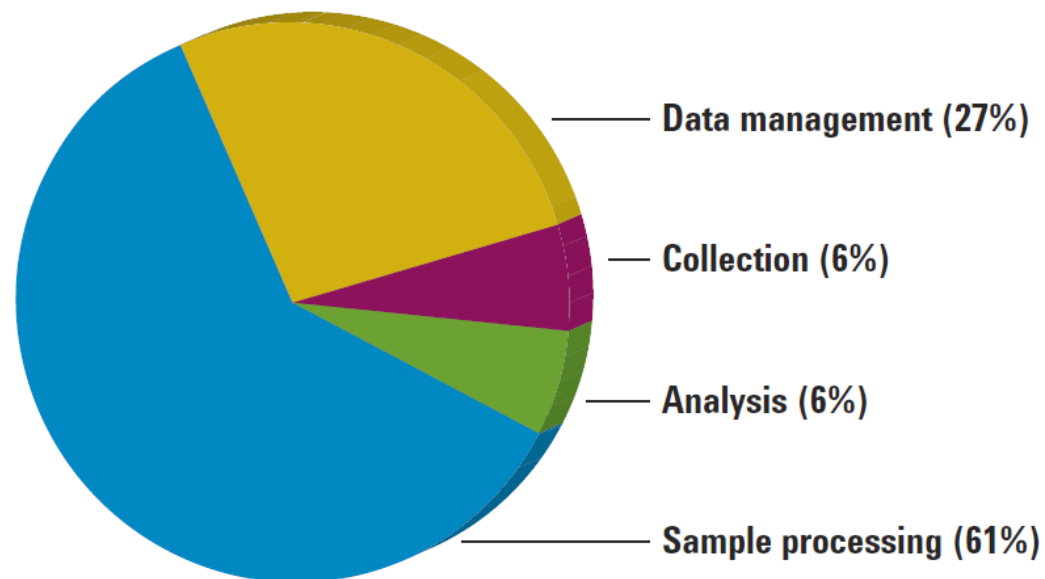


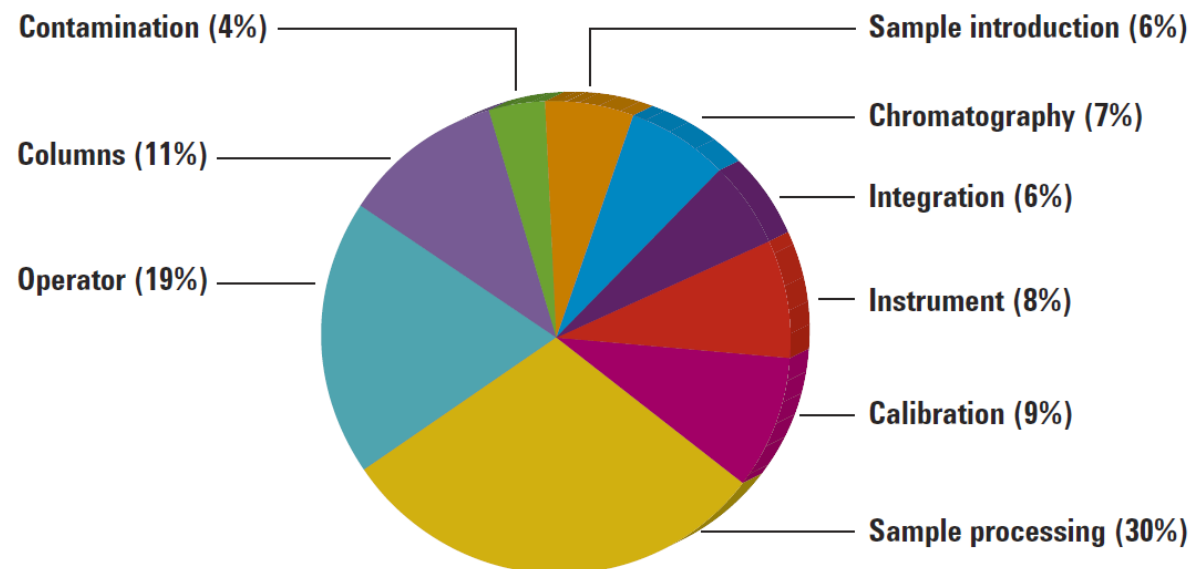
FIGURE 1.2.1. Relative frequency of sample preparation operations obtained as the percentage of respondents that currently use the operation [14]. I.S. = internal standard, SPE = solid phase extraction, SPME = solid phase microextraction, SFE = supercritical fluid extraction.

Time Spent on Typical Chromatographic Analysis



Data taken from Agilent Technologies survey

Sources of Error Generated During Chromatographic Analysis



Data taken from Agilent Technologies survey



Analiza złożonych mieszanin

Różne strategie w przygotowaniu próbek



Idealna metoda przygotowania próbki

- Minimalna liczba etapów
- Selektywna
- Czuła
- Solidna (Robust)
- Zautomatyzowana
- Przyjazna środowisku



W próbce: $1\text{mg/L} = 1\mu\text{g/mL} = 1\text{ng}/\mu\text{l}$

W próbce: $1\mu\text{g/L} = 1\text{ng/mL} = 1\text{pg}/\mu\text{l}$

Proces przygotowania próbek powinien zapewnić by analit:

- Znajdował się w roztworze,
- Był wolny od zanieczyszczeń
- Był w stężeniu umożliwiającym kwantyfikację



Od pobrania próbki do wyników

1. Pobieranie próbek
2. Przygotowanie próbek do analizy
 - a) Oddzielenie od zanieczyszczeń
 - b) Zatężenie analitów
3. Rozdział chromatograficzny
 - a) Oddzielenie od zanieczyszczeń
 - b) Separacja analitów
4. Detekcja analitów
5. Kwantyfikacja
6. Wyniki

Representativity (analyte distribution)

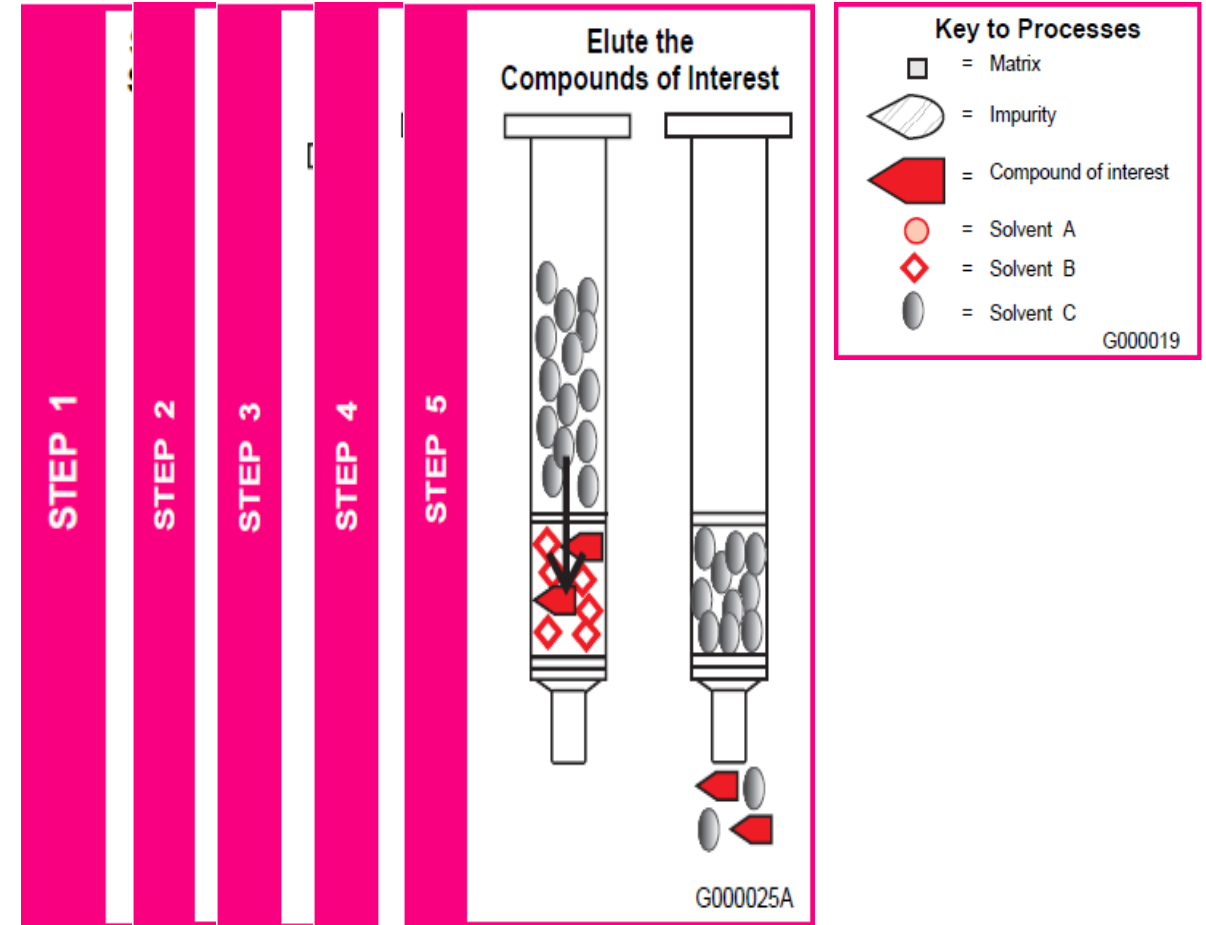
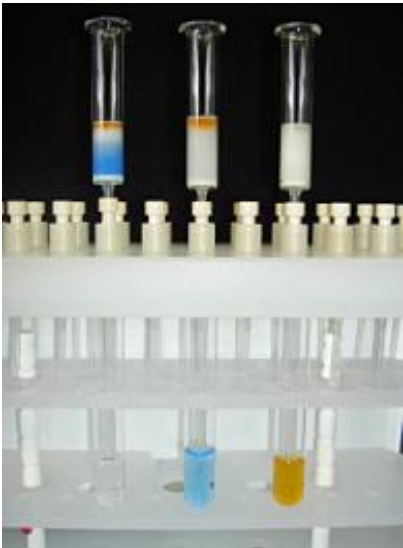
Całkowity transfer analitu/podział między fazy
Selektywność (mechanizm ekstrakcji, derywatyzacja)
Zagęszczanie (po oddzieleniu zanieczyszczeń)

Metody chromatograficzne
Rozpuszczalność/lotność
Selektywność (mechanizm rozdzielania)

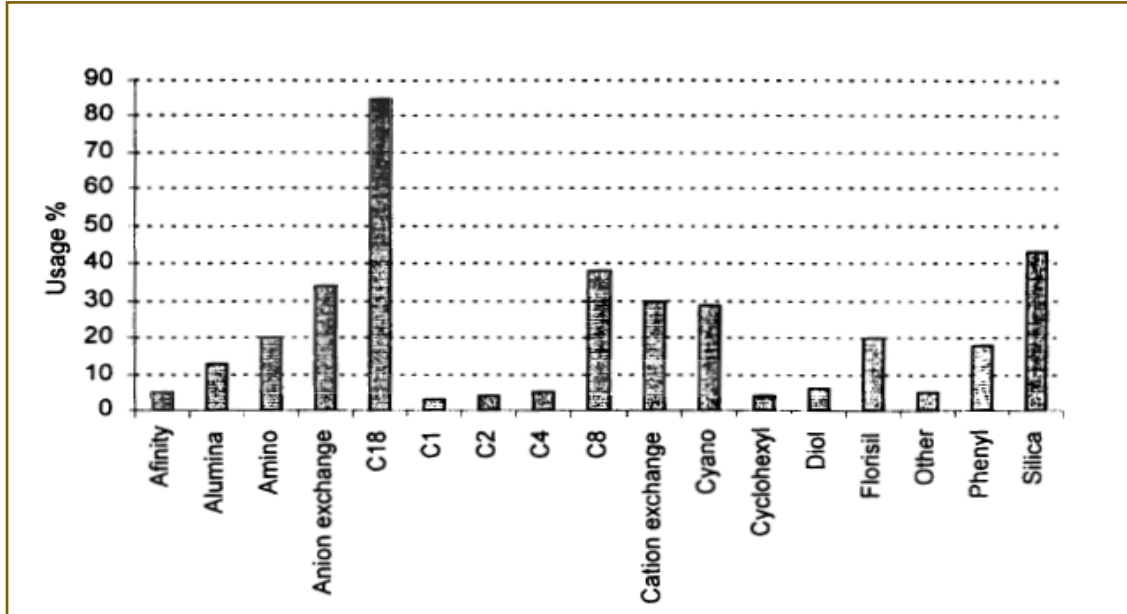
Selektywność (detekcja)

Selektywność ekstrakcji - SPE

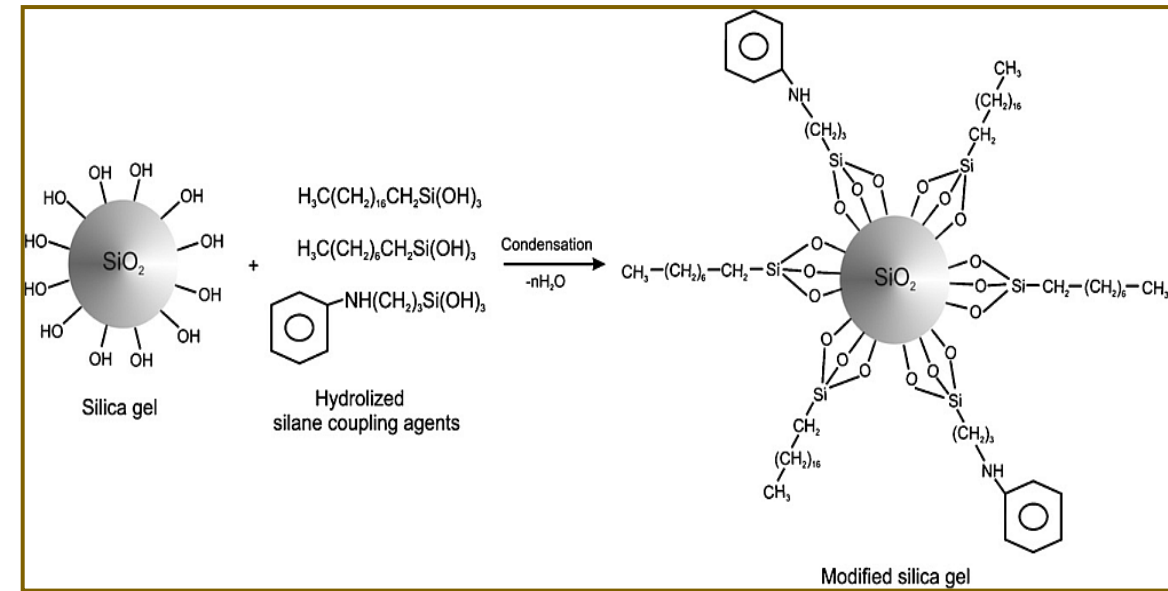
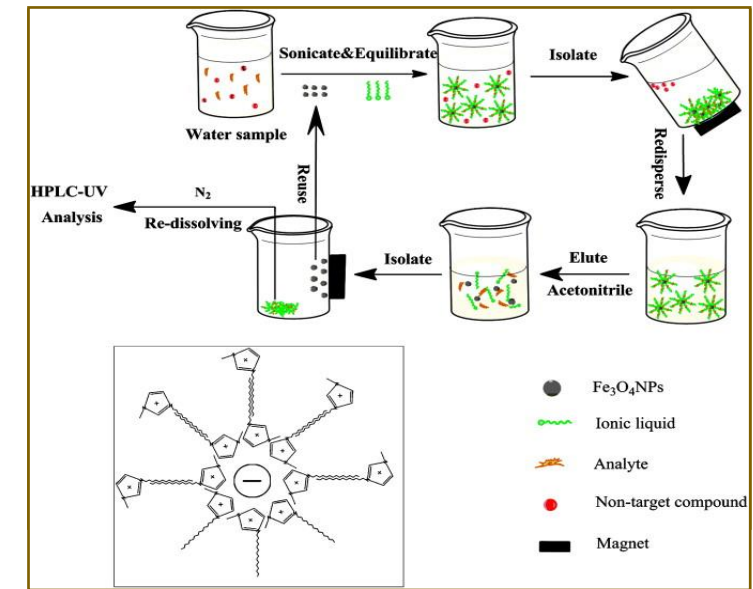
- Podział związków pomiędzy fazę stałą i ciekłą
- Analit musi mieć większe powinowactwo do fazy stałej niż gazowej
- Związki zaadsorbowane na fazie stałej może być wymyty rozpuszczalnikiem o większym powinowactwie do analitu



Selektywność ekstrakcji - SPE



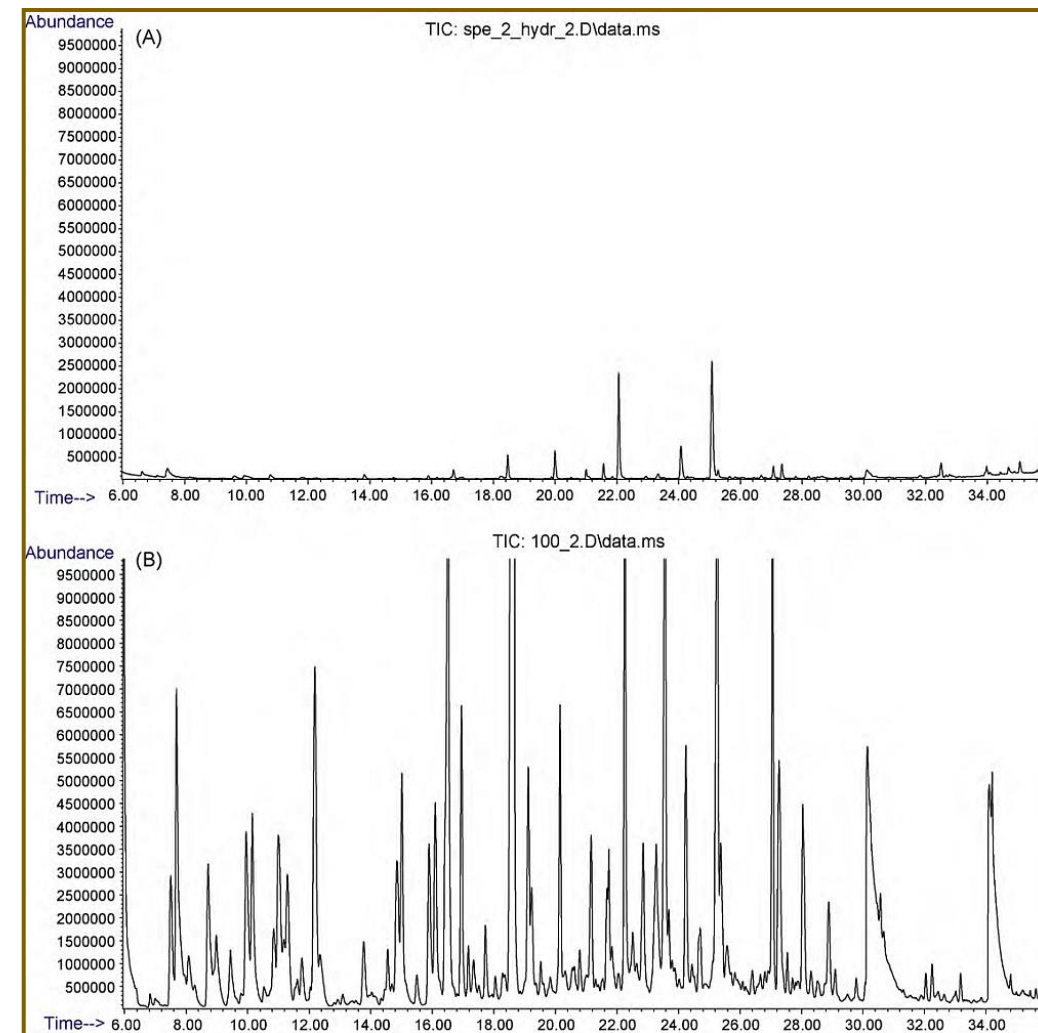
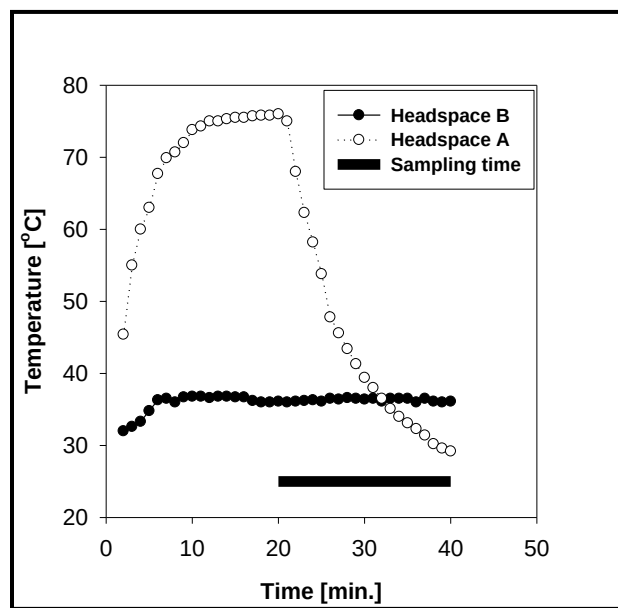
Modyfikacja fazy stałej



Dziadas, M., Nowacka, M., Jesionowski, T., Jeleń, H.H.. *Anal. Chim. Acta* 699 (2011) 66-72

Selektywność SPE + SPME

- Związki zapachowe winogron (wolne i związane) frakcjonowane za pomocą SPE, poddane hydrolizie kwasowej (100°C/1h); hydrolizat ekstrahowany za pomocą SPME w gradiencie temperatury (~100 do 30°C).



Dziadas, M., Jeleń, H.H. *Anal. Chim. Acta* 677 (2010) 43-49

Selektywność SPME

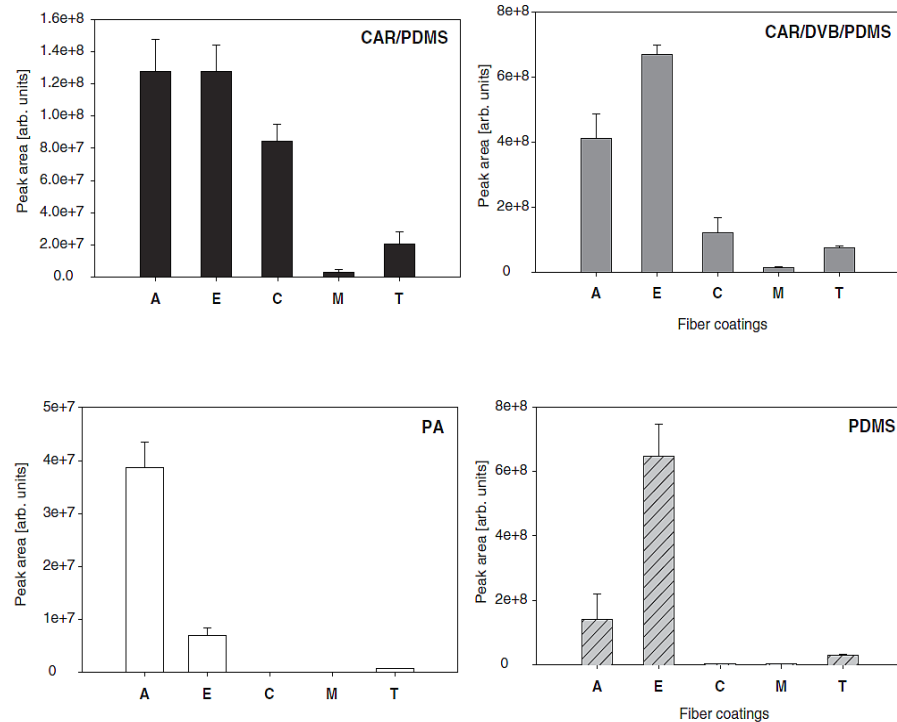


Figure 8 Profiles of volatile compounds obtained for Jutrzenka liquered wine using different SPME fiber coatings: (A) – alcohols; (E) – esters; (C) – carbonyl compounds; (M) – miscellaneous; and (T) – terpenes.

Jelen H., Majcher M., Dziadas M. in Comprehensive Sampling and Sample Preparation. Vol 4. Pawliszyn J., Mondello L., Dugo P. Eds. Elsevier, pp 119-145, 2012,

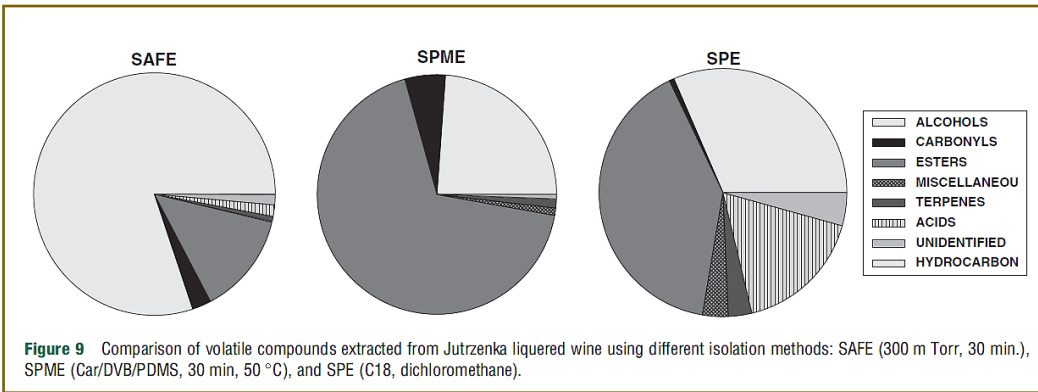
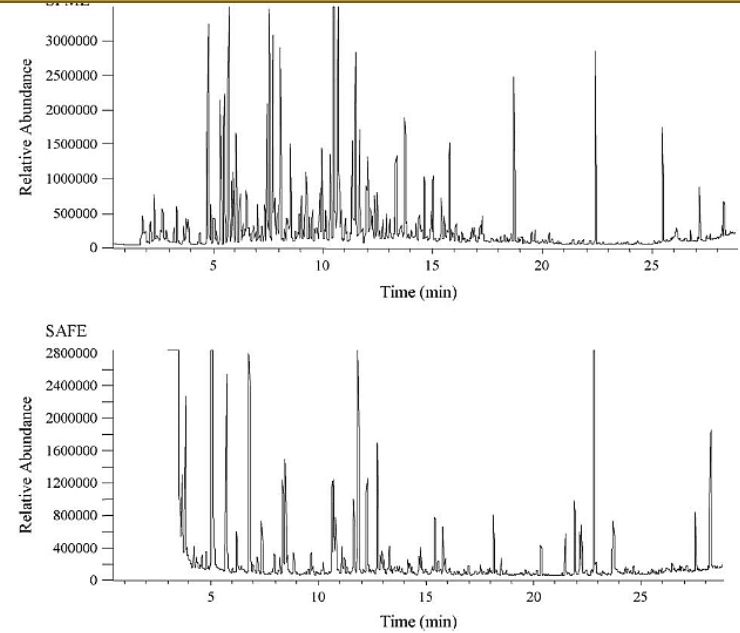
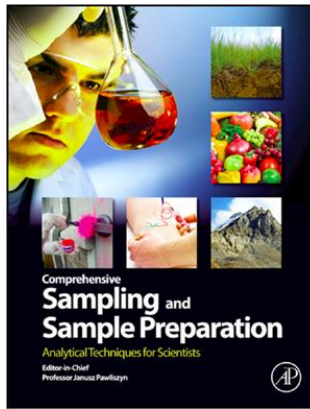


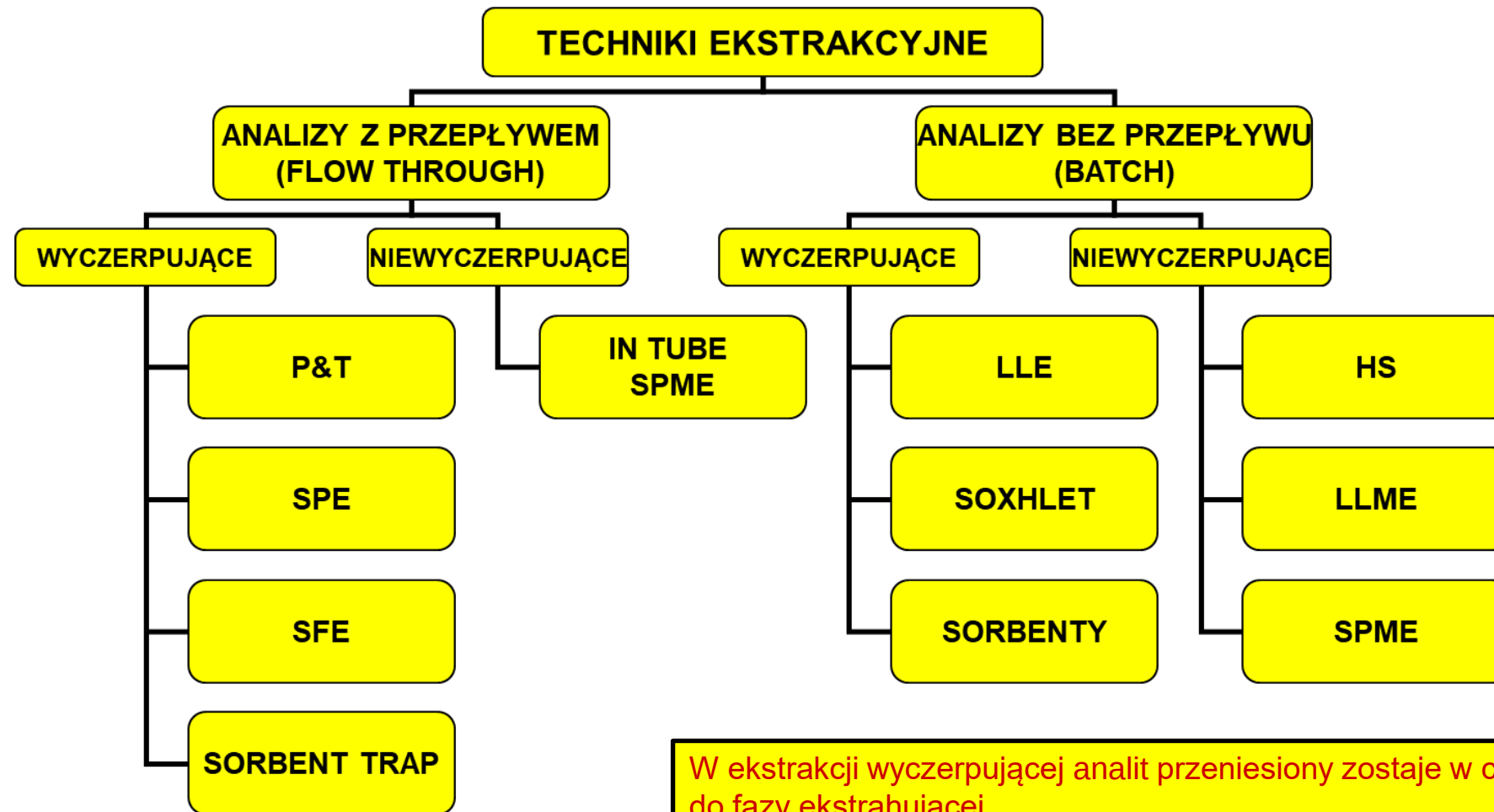
Figure 9 Comparison of volatile compounds extracted from Jutrzenka liquered wine using different isolation methods: SAFE (300 m Torr, 30 min.), SPME (Car/DVB/PDMS, 30 min, 50 °C), and SPE (C18, dichloromethane).



Majcher M., Jelen H.H. J. Food Comp. Anal. 22 (2009) 606-612



Podział technik ekstrakcji



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

