



PŘÍPRAVA VZORKŮ K ANALÝZE

– EXTRAKČNÍ TECHNIKY



Karel Ventura
Katedra analytické chemie
FChT UPCE

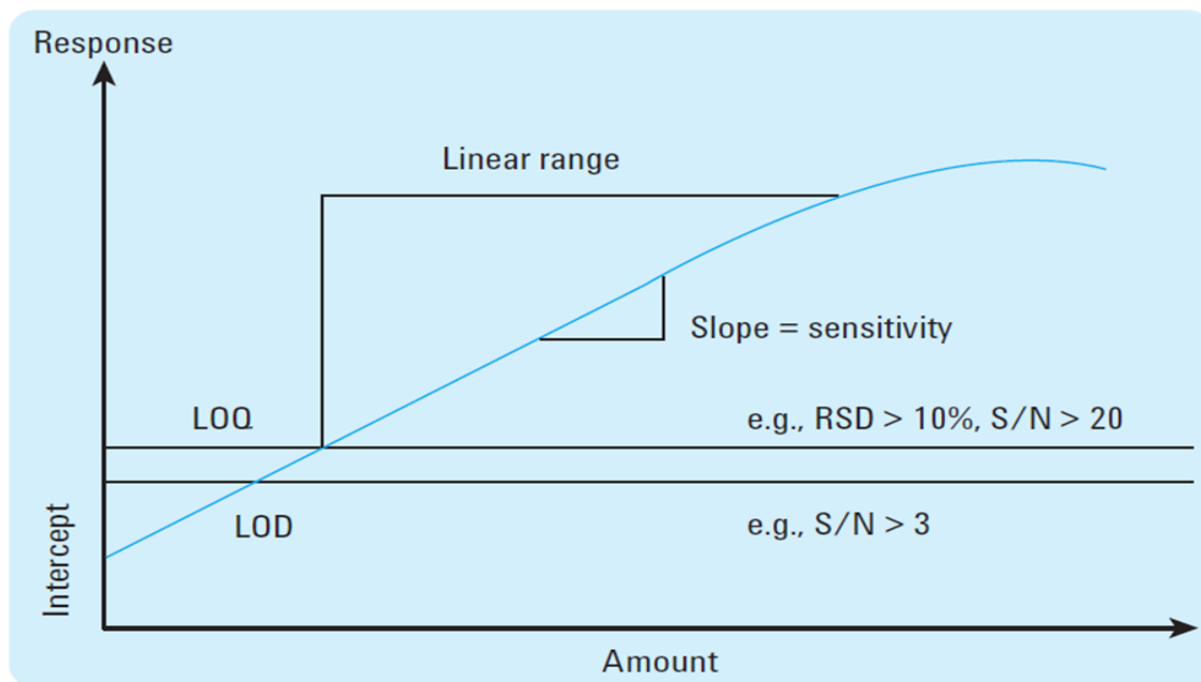


ANALYTICKÝ PROCES

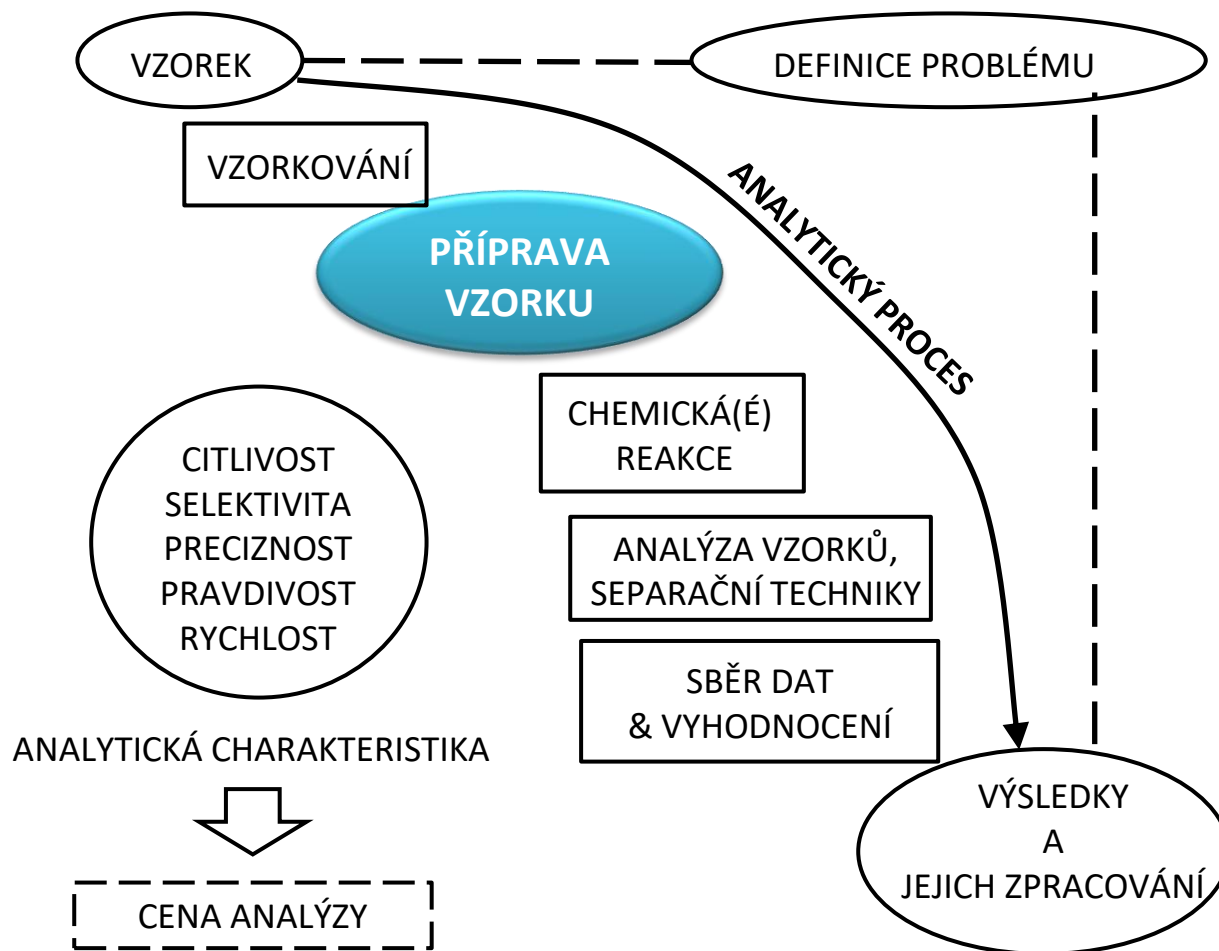
- roste poptávka po analýzách velkého počtu analytů (velmi složité a komplexní matrice) a po komplexních analytických metodách (rychlejší, nákladově efektivnější a šetrnější k životnímu prostředí) = hlavní podnět pro zlepšení klasických postupů používaných pro zpracování vzorků
- používání rychlých a výkonných instrumentálních technik pro konečnou separaci a detekci analytů jsou **v kontrastu** s klasickými, obvykle manuálními postupy používaných pro přípravu vzorku, které jsou časově náročné a zpomalují celkový analytický proces

HLAVNÍ CÍLE PŘÍPRAVY VZORKU

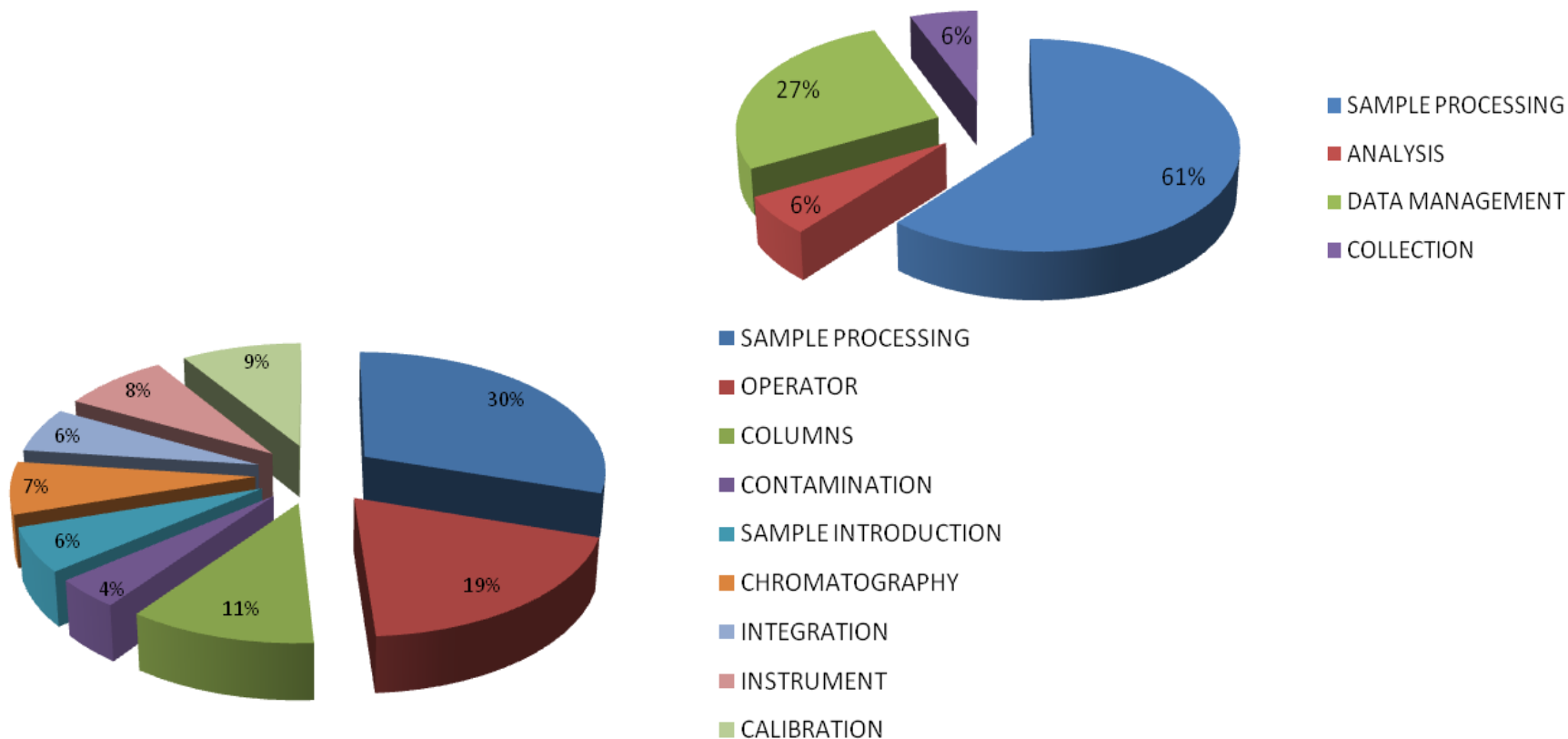
- zakoncentrování analytů na hladinu vyšší než LOD pro danou analytickou metodu
- izolace analytů z původní matrice a/nebo zjednodušení matrice
- odstranění interferujících látek a eliminace složek vzorku nekompatibilních s přístrojovým vybavením



ANALYTICKÝ PROCES



ZDROJE CHYB A ČAS STRÁVENÝ V LABORATOŘI



Převzato a upraveno z:

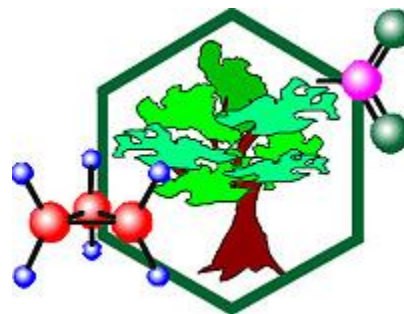
http://my.mt.com/my/en/home/events/seminars/Labtec_Seminar_Central_Sep2013.html

TRADIČNÍ POSTUPY PŘÍPRAVY VZORKU

- vyluhování kyselinami a bázemi
 - rozpouštění
 - srážení
 - filtrace
 - rekrystalizace
 - centrifugace
 - destilace
 - **extrakce**
-

ZELENÁ CHEMIE → ZELENÁ ANALYTICKÁ CHEMIE

- **Zelená chemie** – termín poprvé použit Anastasem v roce 1991 v rámci prezentace programu EPA (Agentura pro ochranu životního prostředí)
- myšlenky formulovány v roce 1998 v publikaci Anastase a Warnera ve 12 principů Zelené chemie
- principy **Zelené analytické chemie** formulovány Namiešnikem



P.T. Anastas, J.C. Warner, Green chemistry: Theory and practice, Oxford University Press, Oxford, 1998.

J. Namiesnik, Environmental Science and Pollution Research 6 (1999) 243.

A. Galuszka, Z. Migaszewski, J. Namiesnik, Trac-Trends in Analytical Chemistry 50 (2013) 78.

12 ZÁSAD ZELENÉ ANALYTICKÉ CHEMIE

1. Používat přímé analytické metody.

2. Minimalizace velikosti vzorku a počtu vzorků.

3. Měla by být prováděna měření in-situ (přímo na místě odběru).

4. Integrace analytických procesů a operací spořících energii a snižovat používání rozpouštědel a reagensů.

5. Automatizace a miniaturizace metod.

6. Nepoužívat derivatizaci.

7. Neprodukovat velké objemy analytických odpadů, pokud je však vytvoříme, tak je řádně spravovat.

8. Preference vícesložkových a víceparametrových metod.

9. Minimalizace spotřeby energie.

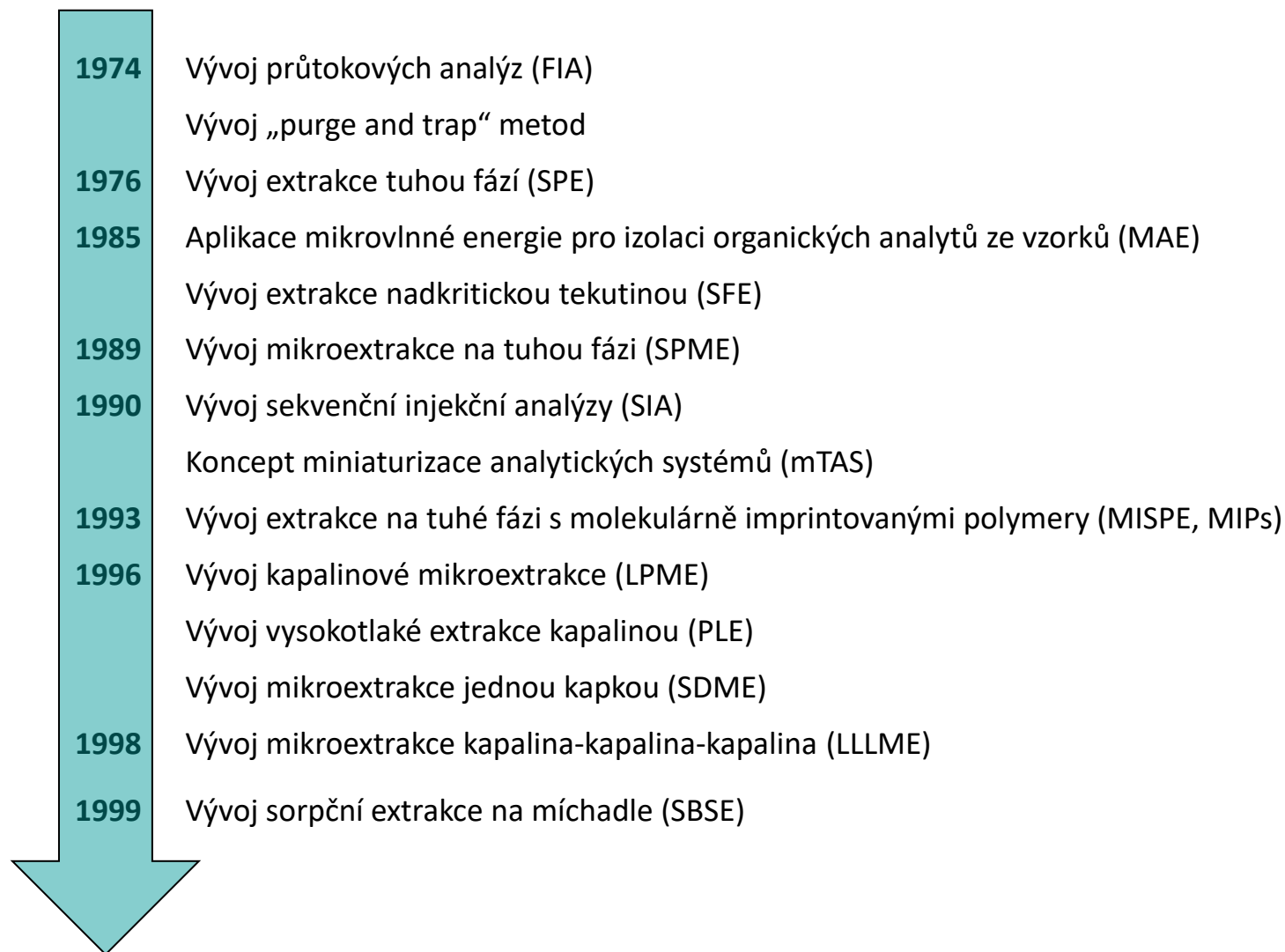
10. Preference používání sloučenin a chemikálií pocházejících z obnovitelných zdrojů.

11. Eliminace a nahrazení toxických sloučenin.

12. Zvýšení bezpečnosti pracovníků.



MILNÍKY ZELENÉ ANALYTICKÉ CHEMIE



Jakým způsobem vědci využívají pokročilé nástroje pro rozvoj zelené a udržitelné chemie?

Vážený pane Venturo,

Naléhavá potřeba vynaložit větší úsilí na využití stávajících zdrojů a současné snížení množství odpadu vyžaduje chytrější využívání chemických postupů, než na jaké jsme byli doposud zvyklí. K tomu jsou zapotřebí vhodné nástroje, které poskytují bohatá analytická data a cenný přehled o kinetice reakcí, fyzikálních transformacích a vlivu proměnných na výkon. V této bílé knize se budeme zabývat následujícími tématy:



- Zelená syntéza a procesy
- Udržitelnost prostřednictvím nepřetržitého zpracování
- Zhodnocování obnovitelných zdrojů
- Sekvestrace oxidu uhličitého

[Stáhnout bílou knihu](#)

Sekvestrace (z latinského sequestrare – oddělit) obecně znamená odloučení, izolaci nebo ukládání určité části od celku. V medicíně označuje oddělení nekrotické tkáně (nejčastěji kosti) od zdravé, zatímco v ekologii se jedná o proces zachycování a trvalého ukládání uhlíku z atmosféry (např. v půdě či lesích)



TRENDY V ANALYTICKÝCH LABORATOŘÍCH

- Vývoj přímých technik
- Bezrozpouštědlové přípravy vzorků
- „Ekologická“ extrakční média (voda, oxid uhličitý, iontové kapaliny)
- Faktory zvyšující efektivitu přípravy vzorku (mikrovlnná a ultrazvuková energie, ...)
- automatizace



VALIDACE METODY

- ❑ Směrnice a hlavní požadavky pro validaci analytických metod byly navrženy různými národními a mezinárodními organizacemi a řídicími orgány (KVALIMETRIE 22. Průvodce kvalitou v analytické chemii, Pomůcka k akreditaci, EURACHEM-ČR).
- ❑ Požadována pro všechny analytické metody využívající analytické techniky.
- ❑ Výsledky analýz musí být věrohodné a nezpochybnitelné.
- ❑ Akreditace podle mezinárodních standardů kvality (ČSN EN ISO/IEC 17025:2018).
- ❑ Kontrolní vzorky (účast v programech zkoušení způsobilosti, proficiency testing –PT).
- ❑ Vnitřní kontrola kvality.



SCHÉMA EXTRAKČNÍCH POSTUPŮ

z jaké matrice se analyt extrahuje čím/ do čeho

| | | | | | | | | |
|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-----------|----------|-----------|
| s | → | s | s | → | l | s | → | sg |
| l | → | s | l | → | l | l | → | sg |
| g | → | s | gg | → | l | gg | → | sg |

sf

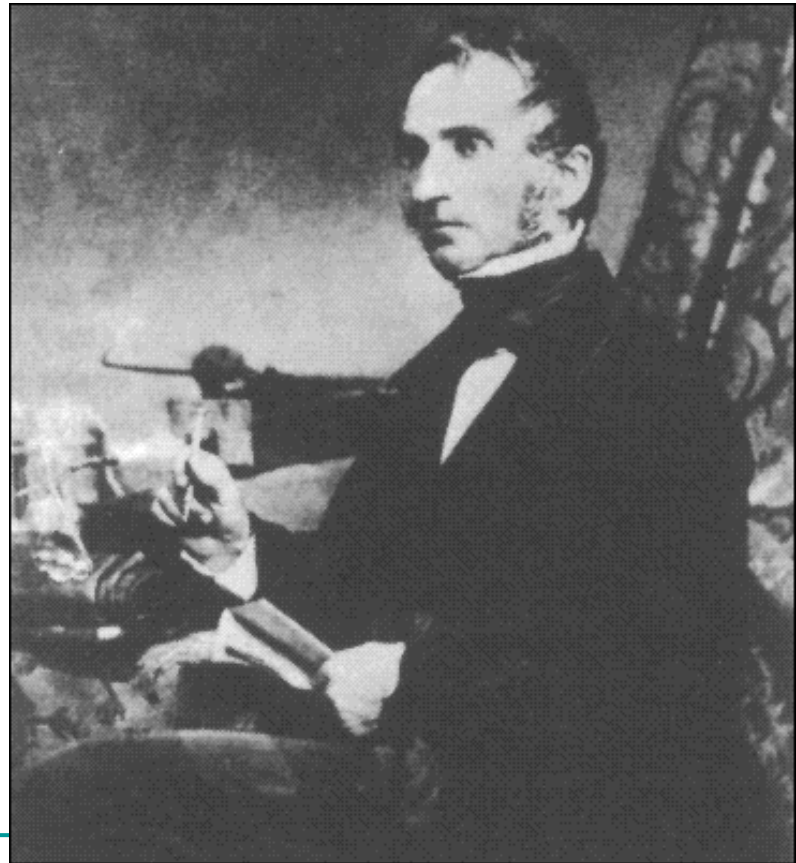
Liebigovo pravidlo (stará poučka alchymistů)

■ „*Similia similibus solvuntur*“

podobné v podobném rozpouštěj "Like Dissolves Like"

■ Justus von Liebig

(1803 - 1873)



EXTRAKCE

- **Extrakce kapalina – kapalina**
- • je možná mezi dvěma nemísitelnými (omezeně mísitelnými) kapalnými fázemi
- • látka rozpuštěná ve fázi (kapalině) **1** přechází při protřepávání obou kapalin částečně do fáze **2**
- • po ustavení rovnováhy je poměr koncentrací rozpuštěné látky (solutu) v obou fázích konstantní
- **Nernstův distribuční zákon** = jakákoliv sloučenina se rozdělí mezi dvě nemísitelná rozpouštědla takovým způsobem, aby poměr koncentrací v obou fázích zůstal konstantní
- **Distribuční konstanta**
- $K_D = [S]_2 / [S]_1$
- $[S]_{1,2}$ jsou rovnovážné koncentrace solutu ve fázích 1 a 2
- při extrakci v systému voda-organická fáze (např. CHCl_3 , amylalkohol, ethylether, hexan, cyklohexan, toluen...) je $K_D = [S]_{\text{org}} / [S]_{\text{aq}}$
- Pro separaci dvou látek je nutné, aby se jejich K_D lišily.

Distribuční (rozdělovací) poměr D

je poměr celkové koncentrace všech forem solutu ve fázi 2 k celkové koncentraci všech forem solutu ve fázi 1 po ustavení rovnováhy.

- $D = c_{s2}/c_{s1}$

pro systém voda-organické rozpouštědlo $D = c_{org}/c_{aq}$

- Musí být zabezpečen dobrý kontakt mezi fázemi (přenos hmoty)
například: TŘEPÁNÍ – dělicí nálevka, třepačka ODSTŘEDĚNÍ,
MIXOVÁNÍ

Někdy může hrozit riziko tvorby emulzí (např. u vzorků s obsahem povrchově aktivních látek a tučnými složkami).

Odstranění emulzí: • přidavek soli • zahřívání a chlazení extrakční nálevky • filtrace přes skelnou vatu či filtrační papír • odstředění
• přidavek malého množství jiného organického rozpouštědla

Extrakce neutrálních chelátů a iontových asociátů.

EXTRAKČNÍ TECHNIKY - rozdělení

Klasické extrakční techniky

Extrakce kapalina-kapalina

Soxhletova extrakce

Miniaturizované extrakční techniky

Extrakce tuhou fází

Mikroextrakční techniky

Mikroextrakce tuhou fází

Sorpční extrakce na míchadle a sorpční extrakce v headspace prostoru

Mikroextrakce tuhou fází s využitím stříkačky

Mikroextrakce jednou kapkou

Disperzní extrakce kapalina-kapalina

Mikroextrakce na dutém vlákně

EXTRAKČNÍ TECHNIKY - rozdělení

Extrakce plynem

Statická „headspace“ extrakce (vzorkuje se tzv. hlavový prostor (z angl. headspace), tj. plynná fáze nad hladinou kapaliny nebo nad povrchem tuhého materiálu/heterogenní směsí)

Dynamická „headspace“ extrakce a „purge and trap“ analýza

Extrakce založené na použití alternativních rozpouštědel

Iontové kapaliny

Extrakce nadkritickou tekutinou

Vysokotlaká extrakce horkou vodou

Asistované extrakce

Extrakce mikrovlnným zářením

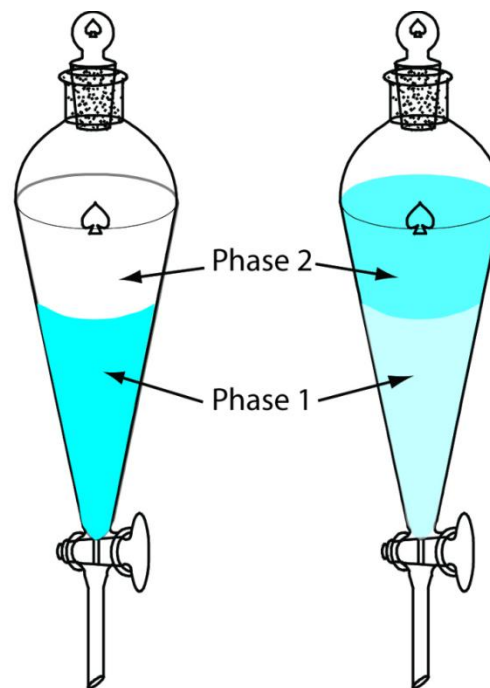
Ultrazvukové extrakce

Vysokotlaká extrakce rozpouštědlem

EXTRAKCE KAPALINA-KAPALINA (LLE)

- dle způsobu provedení

- jednostupňová extrakce – pouze 1 extrakt
- vícestupňové extrakce – po extrakci smícháno více extraktů
- kontinuální extrakce – obvykle protiproudé uspořádání



Převzato z:

[https://chem.libretexts.org/Textbook_Maps/Analytical_Chemistry_Textbook_Maps/Map%3A_Analytical_Chemistry_2.0_\(Harvey\)/07%3A_Collecting_and_Preparing_Samples/7.6%3A_Classifying_Separation_Techniques](https://chem.libretexts.org/Textbook_Maps/Analytical_Chemistry_Textbook_Maps/Map%3A_Analytical_Chemistry_2.0_(Harvey)/07%3A_Collecting_and_Preparing_Samples/7.6%3A_Classifying_Separation_Techniques)

EXTRAKCE KAPALINA-KAPALINA

– volba rozpouštědel

- extrakce založena na selektivním přechodu složek analyzované soustavy mezi dvěma vzájemně nemísitelnými fázemi, vyplývajícím z jejich nestejné rozpustnosti v těchto fázích
 - nízká vzájemná mísitelnost rozpouštědel
 - extrahovaná látka je méně rozpustná v původním rozpouštědle než v rozpouštědle do něhož je extrahována
 - nejčastější extrakce jsou z vodného roztoku do organického rozpouštědla
-

EXTRAKCE KAPALINA-KAPALINA

– 3 „kroky“

- vytvoření formy sledované látky, ve které jsou vhodné k extrakci
 - extrakce
 - zakoncentrování
-

EXTRAKCE KAPALINA-KAPALINA

– nevýhody

- časově náročné
 - nákladné
 - vyžaduje práci s velkými objemy rozpouštědel
 - před analýzou je třeba vzorek zakoncentrovat
 - tvorba emulzí
 - nízký a často nereprodukovatelný výtěžek
 - nedostatečně odstraněné interferující látky
-

Převedení analytů z tuhého vzorku do roztoku

ÚPRAVA VZORKU:

- čím větší celkový povrch částic (resp. čím menší jsou částice, vzorek je namlet najemno) na jednotku hmoty, tím lépe extrakce probíhá = je účinnější (malé částice = usnadnění extrakce)
- tuhé vzorky: krájení, drcení, mletí, roztírání s pískem, a jiné typy homogenizace ...
- mazlavé vzorky: roztírání, mletí či homogenizace se suchým ledem či kapalným dusíkem (vymrazující mlýnky) a jiné typy homogenizace ...
- „nový“ trend: kryogenní mletí = pro tuhé i kapalně vzorky, mletí v přítomnosti suchého ledu (tuhý CO₂) nebo kapalným dusíkem, speciální zařízení, rozemele vzorek na jemný prášek a zabraňuje tepelné degradaci stanovovaných látek
- stanovení vlhkosti, event. odstranění vody

Hydromatrix od společnosti Agilent Technologies

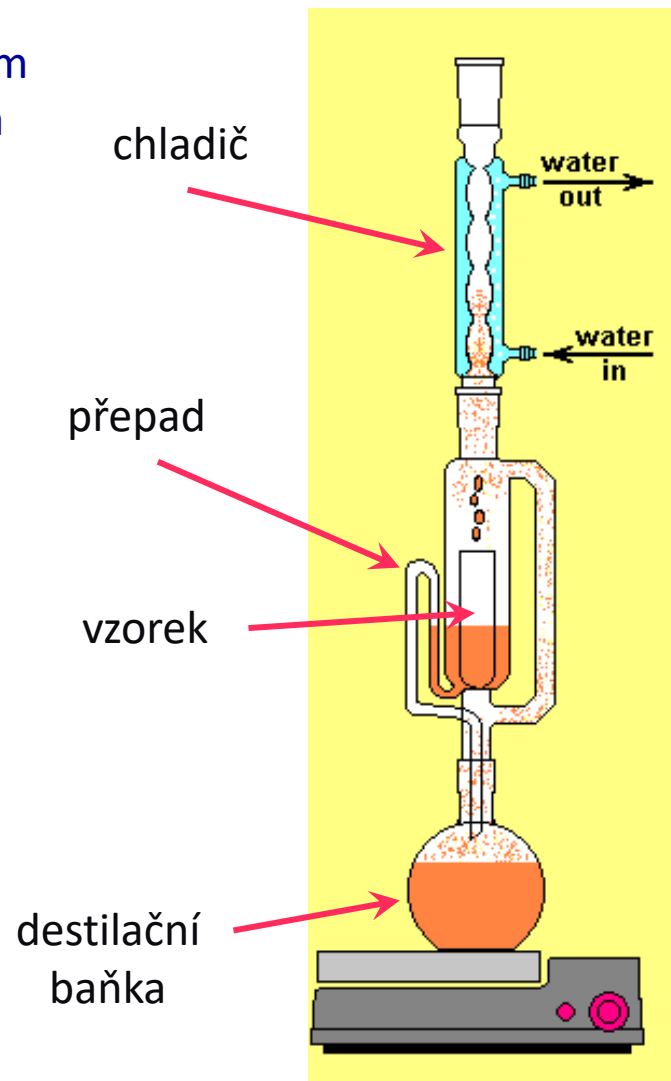
Výrobce: [Agilent Technologies](#)

Buďte první, kdo napíše recenzi na tento produkt

Hydromatrix je vysoce čistý, inertní sorbent křemeliny dostupný jako sypký materiál, který nabízí flexibilitu koncového uživatele a vynikající rozmanitost aplikací.

EXTRAKCE V SOXHLETOVĚ EXTRAKTORU

Franz rytíř von Soxhlet byl zemědělský chemik. Je znám jako vynálezce extraktoru, který po něm nese jméno a propagátor sterilizace mléka. narozen: 1848, Brno



VÝHODY SOXHLETOVY EXTRAKCE

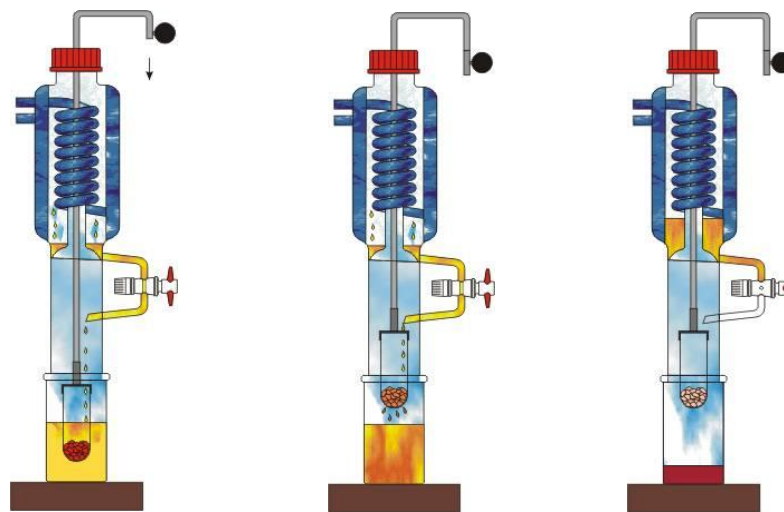
- vzorek je neustále extrahován čistým rozpouštědlem až do dosažení rovnováhy,
 - nízká pořizovací cena extraktoru, extrakce za atmosférického tlaku, robustnost,
 - velká řada standardizovaných metod pro různé matrice a analyty,
 - referenční metoda pro nově vyvíjené techniky,
 - minimální nároky na obsluhu extraktoru
-

NEVÝHODY SOXHLETOVY EXTRAKCE

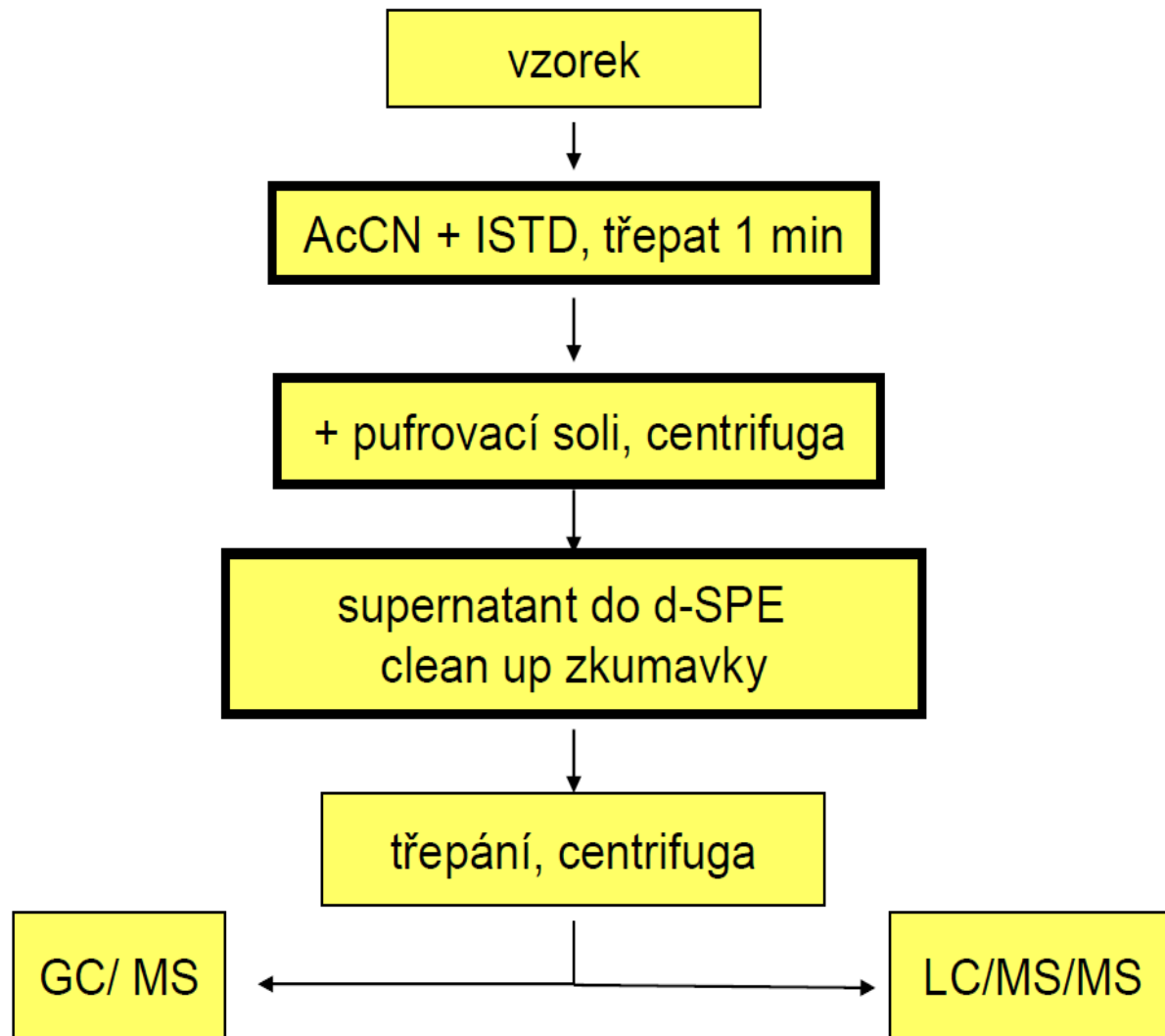
- nemožnost použití směsných rozpouštědel,
 - velká spotřeba organických rozpouštědel 250-500 ml,
 - dlouhá doba extrakce 6-48 hodin,
 - nízká koncentrace analytů po extrakci vyžadující následné zpracování vzorku.
-

AUTOMATIZOVANÁ SOXHLETOVA EXTRAKCE – tzv. SOXTEC

- **první fáze** – patrona obsahující vzorek je ponořena do vroucího rozpouštědla na cca 60 minut,
- **druhá fáze** – vzorek s patronou je zvednut nad hladinu horkého rozpouštědla a je promýván čistým rozpouštědlem - cca 60 minut,
- **třetí fáze** – koncentrační krok cca 10 – 20 minut – rozpouštědlo je odpařováno na objem cca 1-2 ml



Extrakční metody - QuEChERS



supernatant - tekutina nad sedimentem

QuEChERS

Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe



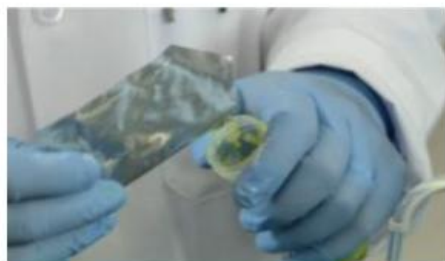
1. příprava vzorku



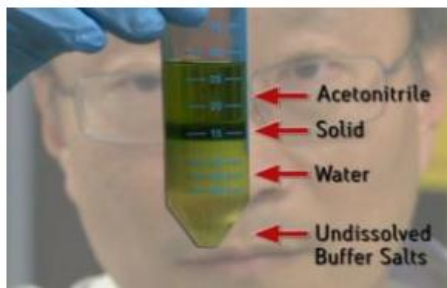
2. homogenizace a transfer



3. přidavek rozpouštědla a protřepání



4. přidavek pufru a centrifugace

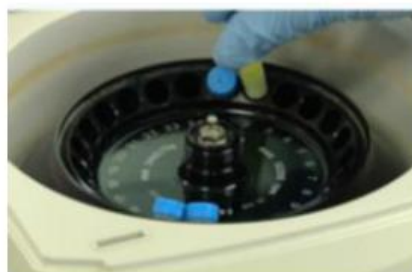


5. transfer supernatantu do zkumavky pro disperzní SPE

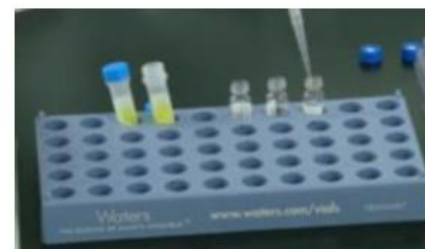
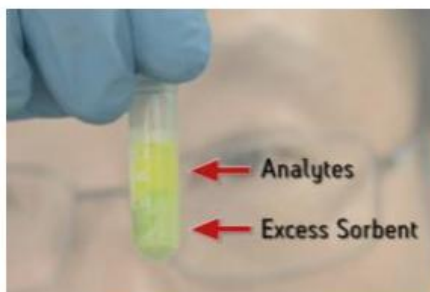
www.waters.com

QuEChERS

Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe



6. centrifugace



7. odebrání extraktu a analýza



EXTRAKCE TUHOU FÁZÍ (SPE)

SPE slouží jako předseparační krok a je nejčastěji používána pro:

- izolaci analytu od nežádoucích interferujících látek
 - zakoncentrování analytu - zvýšení citlivosti
 - změnu matrice vzorku - kompatibilita s chromatografickým systémem
 - Požadavky na SPE kolonky, disky
- reprodukovatelnost analýz při práci s kolonkami z jedné i více výrobních šarží
- na jednotlivých kolonkách stejná průtoková rychlost
-

VÝHODY SPE

- rychlá, selektivní, reprodukovatelná
- relativně jednoduchá
- možnost zpracovávat různé objemy vzorků
- malá spotřeba rozpouštědel
- zlepšuje kvalitativní a kvantitativní analýzy
- umožňuje jednoduchou změnu matrice vzorku
- možnost současného zpracování 12, 24 a 96 vzorků
- snižuje nároky na analytický systém
- univerzálně použitelná



POSTUP PŘI OPTIMALIZACI SPE

Zjistit fakta o vzorku



Uvážit vlastnosti matrice



Uvážit vlastnosti analytu



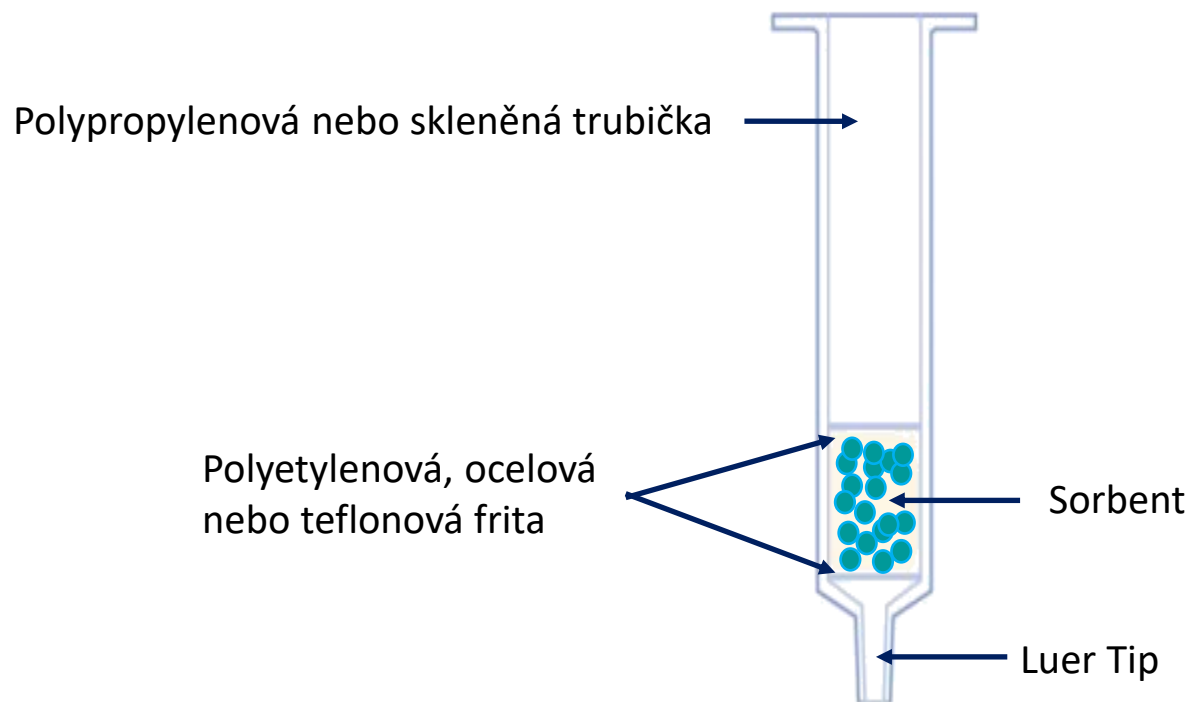
Zvolit typ fáze a velikost kolonky

POŽADAVKY

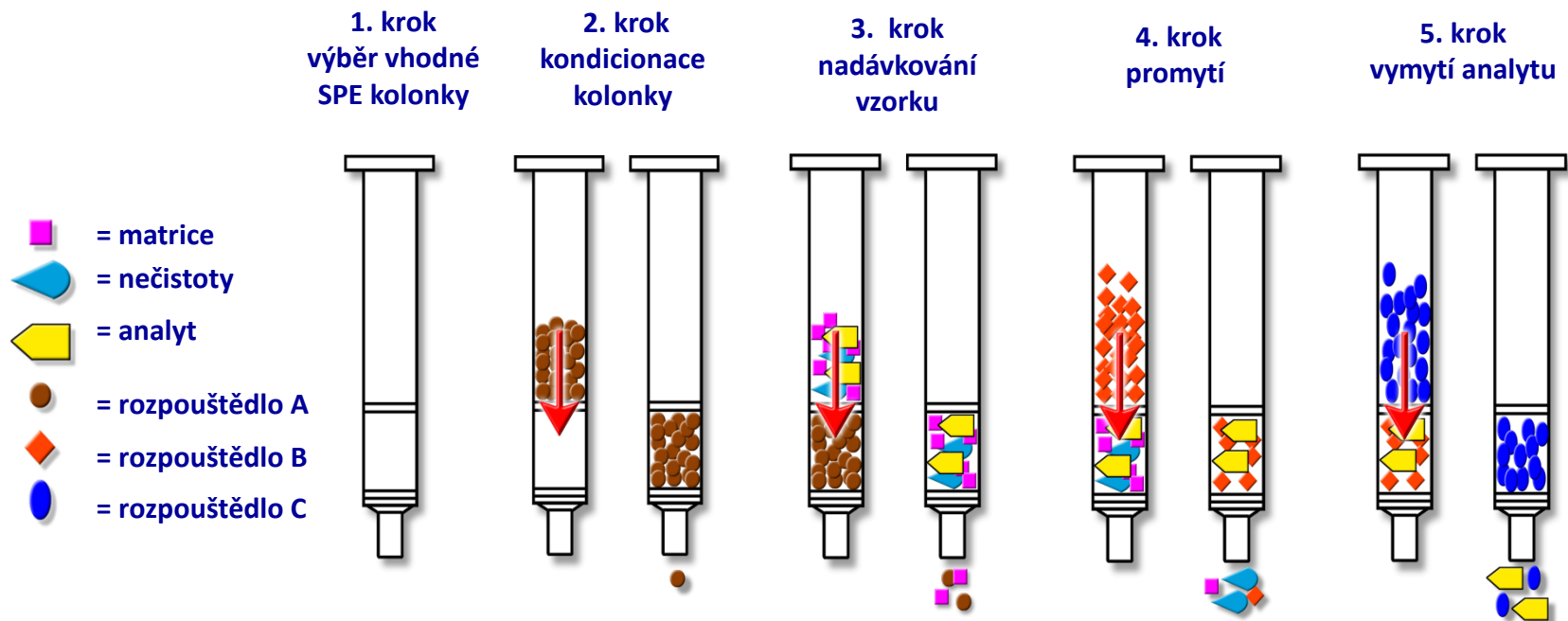
- analyt se musí sorbovat na zvolený SPE sorbent
 - je třeba stanovit čas nutný pro interakci analyt-sorbent
 - sorbent musí být schopen selektivně odstranit nežádoucí interferující látky od analytu
 - analyt musí být bez problémů desorbovatelný z SPE sorbentu

 - hmotnost analytu, který má být sorbován by měla být maximálně 5 % hmotnosti sorbentu
-

SPE KOLONKA

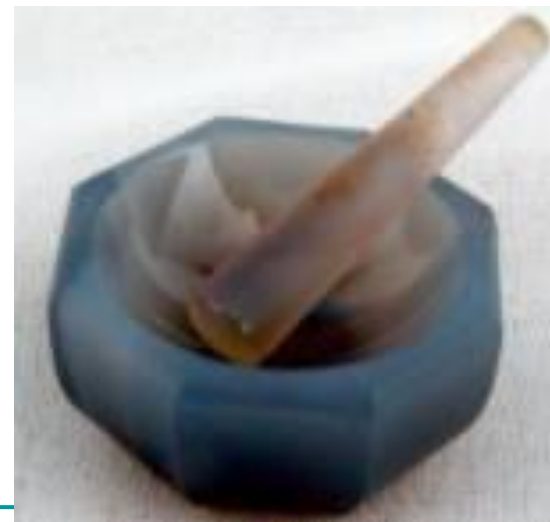


5 KROKŮ SPE POSTUPU



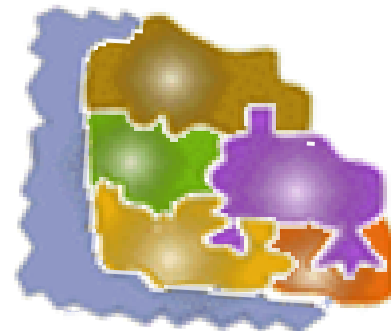
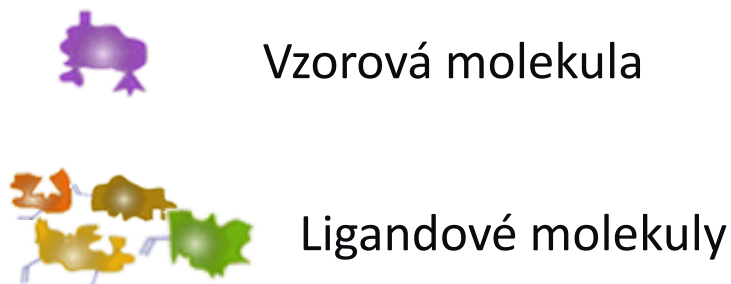
DISPERZE MATRICE NA TUHÉ FÁZI

- **M**atrix **S**olid **P**hase **D**ispersion - **MSPD**
- homogenizace, dispergace a extrakce v jednom kroku
- rozetření vzorku s vhodně zvoleným sorbentem
- vzorek je rovnoměrně rozprostřen po povrchu sorbentu do formy obdobné **membránové dvojvrstvy**
- transport směsi do eluční kolonky
- promytí kolonky, popř. eluce analytů – **obdoba SPE**
- sorbent volen pro záchyt analytů nebo interferentů



MOLEKULÁRNĚ IMPRINTOVANÉ POLYMERY (MIPs)

- SPE kolony naplněné MIPs
- selektivní extrakce jedné sloučeniny nebo skupiny strukturně podobných sloučenin ze složitých matic
- nízké detekční limity
- velká škála aplikací



MOLEKULÁRNĚ IMPRINTOVANÉ POLYMERY

- PAHs
- NITROIMIDAZOLY V MLÉKU, VAJÍČKÁCH A DALŠÍCH
- AMFETAMINY A PODOBNÉ SLOUČENINY V MOČI
- CLENBUTEROL V MOČI
- TRIAZINY VE VODĚ
- RIBOFLAVIN V MLÉKU

clenbuterol - sympatomimetický amin používaný pacienty trpícími poruchami dýchání

MIKROEXTRAKCE TUHOU FÁZÍ (SPME)



- **prof. Janusz Pawliszyn a kolektiv, 1989**
- sorpčně desorpční technika zakoncentrování analytu
- široká škála komerčně dostupných vláken (tloušťka, polarita) - komerčně dodáváno od roku 1993
- možnost použití v kombinaci s GC i HPLC
- 2 režimy – DI-SPME, HS-SPME
- většina aplikací je limitována vlastnostmi komerčně dodávaných vláken → snaha o modifikaci této metody extrakce použitím nových sorbentů jako např. iontové kapaliny, molekulárně imprintované polymery, sol-gely, hybridní sorbenty

MIKROEXTRAKCE TUHOU FÁZÍ



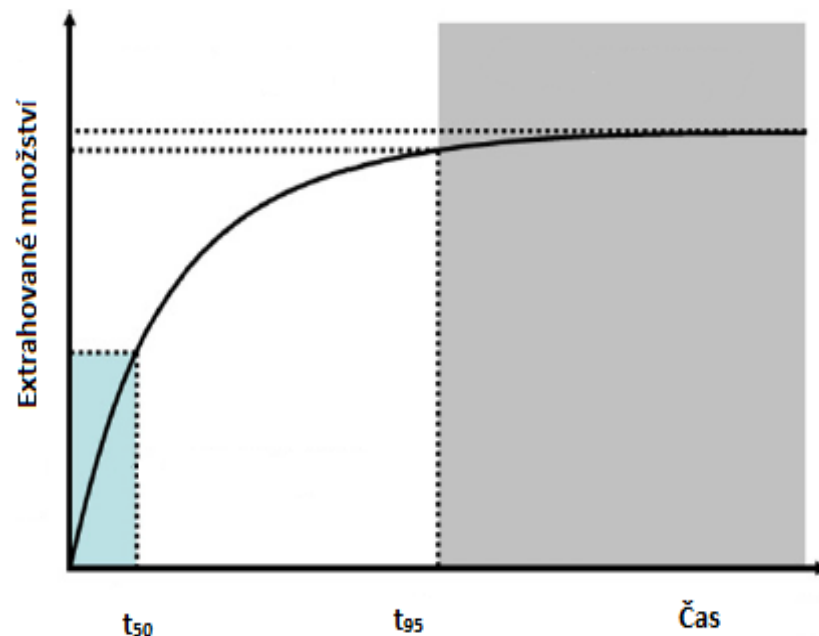
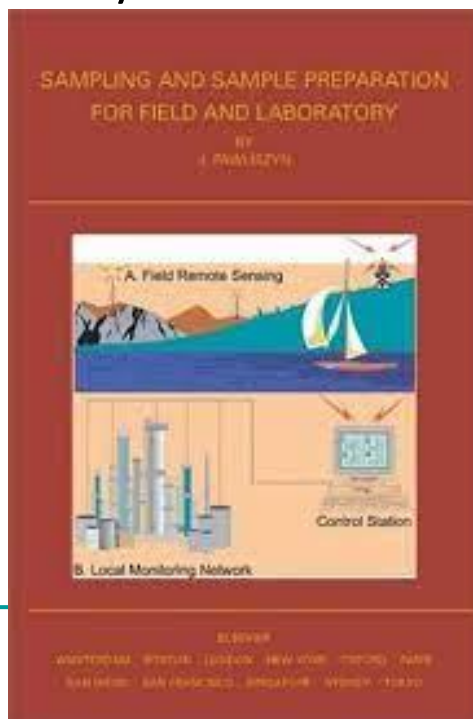
- křemenné vlákno s chemicky modifikovaným povrchem (stacionární fáze)
- délka vlákna: cca 1 cm
- vnitřní průměr: 0,05 – 1 mm



PODMÍNKY SORPCE

jedná se metodu rovnovážnou - extrakce probíhá maximálně do doby dosažení rovnováhy

- sorbent SPME vlákna
- extrakční mód
- množství vzorku
- úprava vzorku
- vliv pH a iontové síly
- teplota
- doba sorpce



EXTRAKČNÍ MÓD

vzorkování ponořením vlákna do vzorku (PŘÍMÁ, DI-SPME)

Výhody: možnost extrakce netěkavých látek
rychlejší ustavení rovnováhy

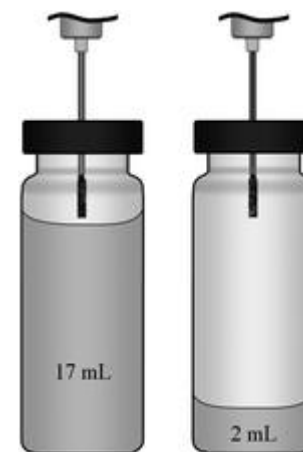
Nevýhody: vlákno může být zničeno použitými rozpouštědly



vzorkování z prostoru parní fáze (HEAD-SPACE, HS-SPME)

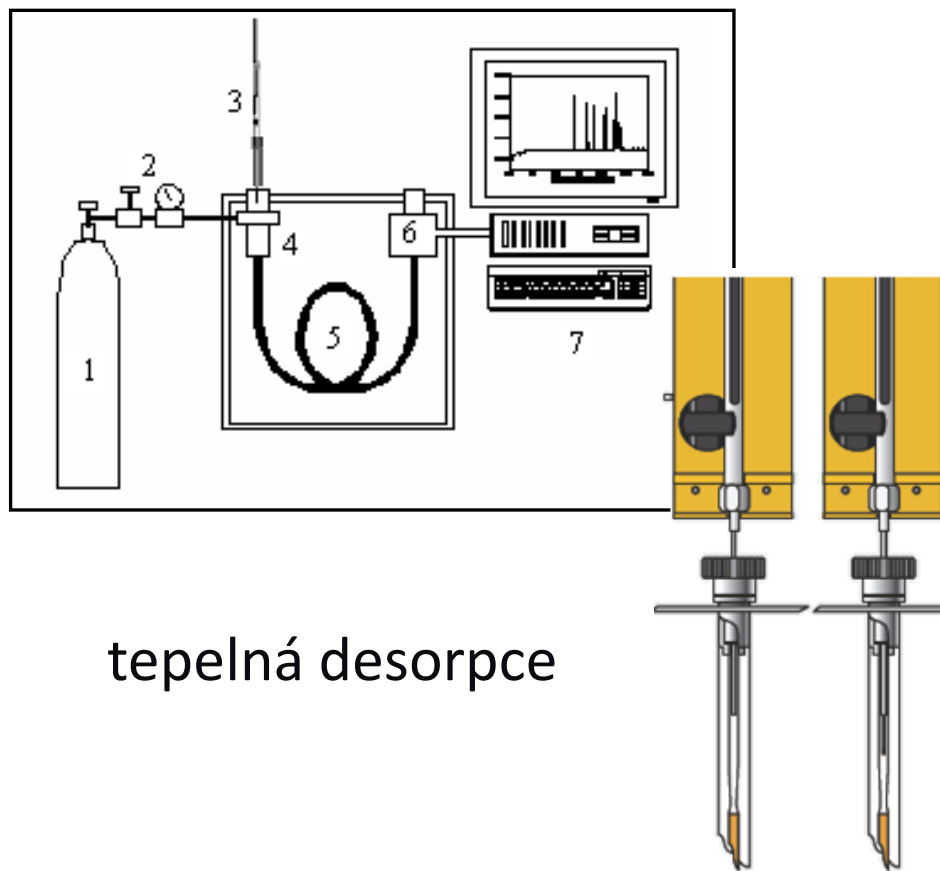
Výhody: vlákno není v kontaktu s rozpouštědly

Nevýhody: delší ustavování rovnováh
větší vliv teploty

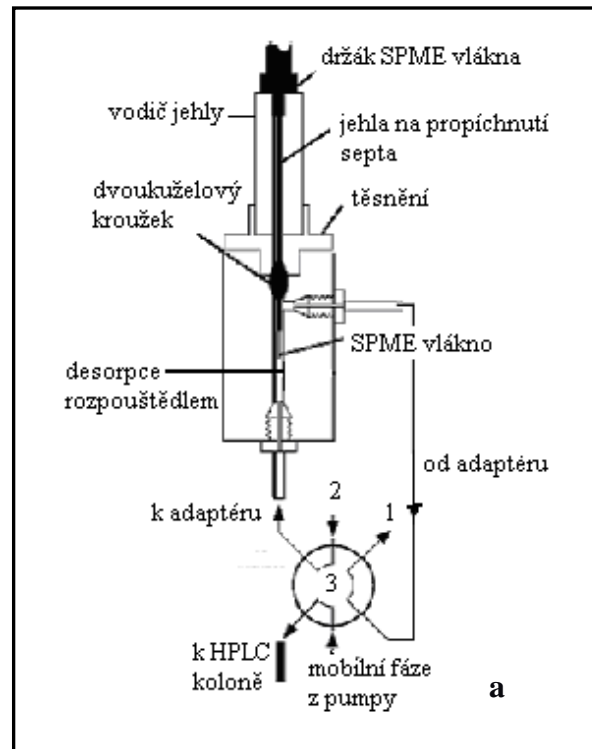


ZPŮSOBY DESORPCE PŘI SPME

SPME-GC



SPME-HPLC



desorpce rozpouštědlem

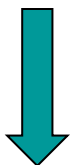
ÚPRAVA MATRICE – PŘÍDAVEK SOLI

Poškození vlákna 65 μm CWX/DVB - 30 % NaCl ve vodě

A...nové

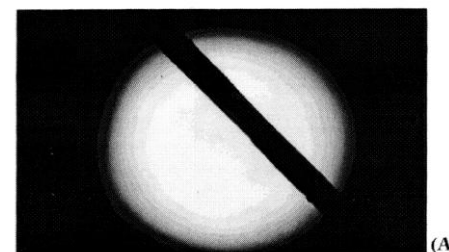
B...6 extrakcí

C...15 extrakcí

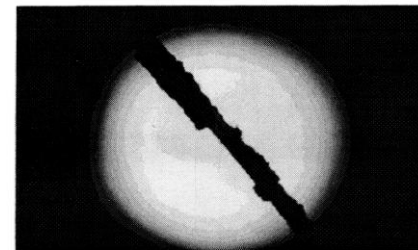


limit 10 % NaCl

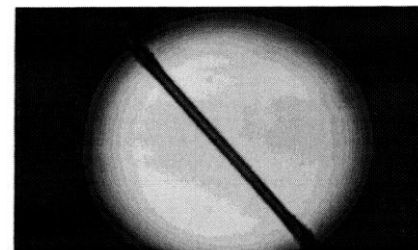
(100 extrakcí)



(A)



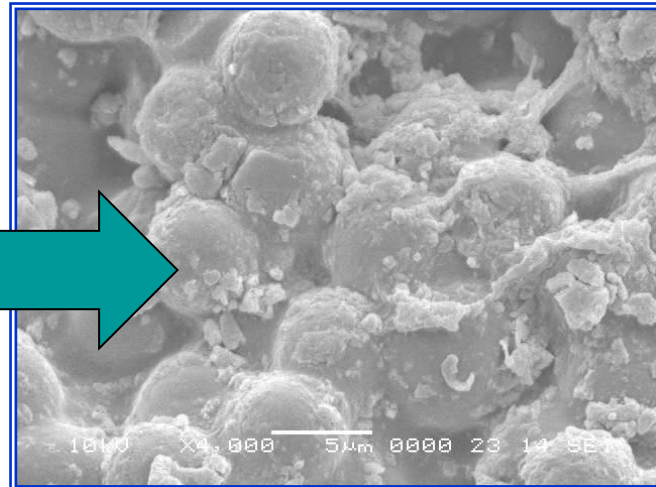
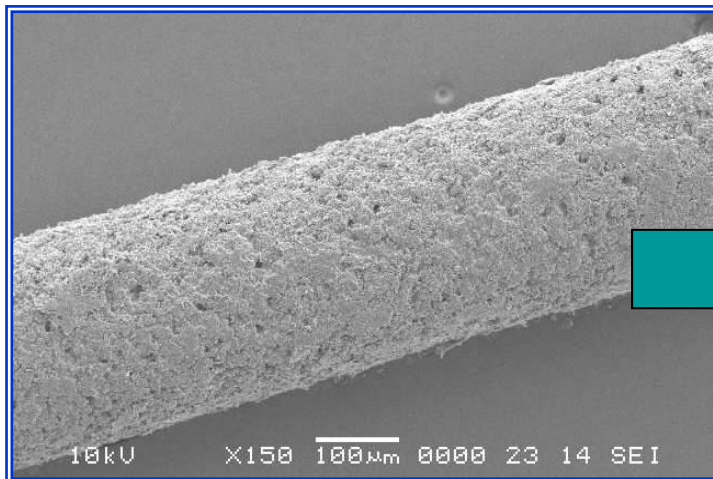
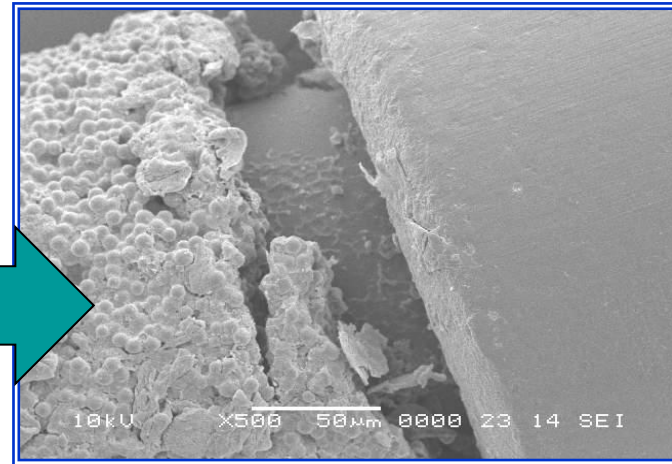
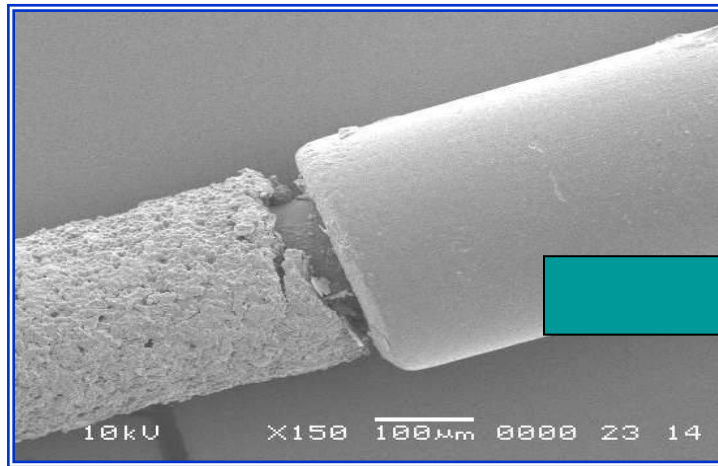
(B)



(C)



SPME VLÁKNO



* TU v Liberci (Ph.D. 2017) , Nanovláknenné sorbenty pro analytické extrakce, např. polyetherimid apod.

SORPČNÍ EXTRAKCE NA MÍCHADLE (SBSE)

SORPČNÍ EXTRAKCE V HEADSPACE PROSTORU (HSSE)

- hlavním cílem bylo eliminovat některé nedostatky SPME
- principy totožné s SPME
- míchadlo pokryté vrstvou sorbentu (např. polydimethylsiloxan)
- dosažení rovnovážného stavu závisí na objemu vzorku a rychlosti míchání (obvykle se pohybuje do 60 min)
- desorpce tepelná při GC nebo rozpouštědlem při HPLC analýze
- velké hodnoty obohacovacího faktoru sledovaných sloučenin
- vyšší sorpční kapacita ve srovnání s SPME (50-250 krát větší než při použití SPME)



MIKROEXTRAKCE TUHOU FÁZÍ S VYUŽITÍM STŘÍKAČKY (MEPS)

- miniaturizovaná extrakce tuhou fází
- extrakční proces je shodný s SPE
- malé množství sorbentu (cca 1-2 mg) vloženo přímo do stříkačky (100–250 μ l) nebo mezi stříkačku a jehlu
- vzorek následně nasát do stříkačky
- ke kontaktu vzorku se sorbentem dochází dvakrát
- zachycené sloučeniny jsou vymyty vhodným rozpouštědlem
- eluce možná přímo do HPLC nebo GC



MIKROEXTRAKCE TUHOU FÁZÍ S VYUŽITÍM STŘÍKAČKY

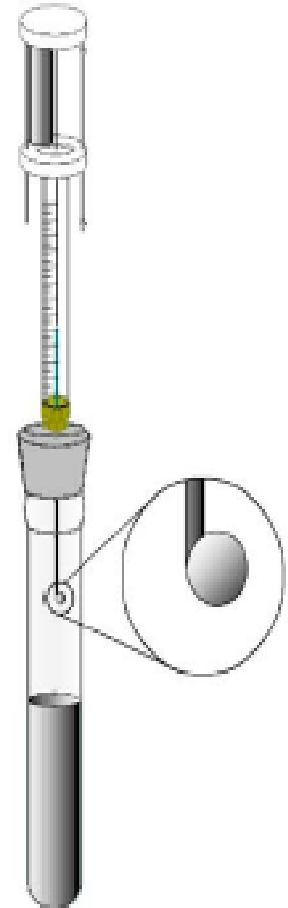
Výhody:

- možnost zpracování vzorků od malých objemů (10 μl) až po velké (1000 μl),
- malá spotřeba organických rozpouštědel,
- krátká doba extrakce (řádově minuty),
- možnost automatizace při spojení s LC a GC (extrakce a dávkování vzorku je zajištěno jednou stříkačkou).



MIKROEXTRAKCE JEDNOU KAPKOU (SDME)

- pouze sorpční proces bez potřeby desorpce
- extrakt přímo vpraven do nástřikové části
- rovnovážná extrakce
- vždy potřebná čerstvá extrakční fáze
- téměř bezrozpouštědlová extrakce (spotřeba v μl)
- pouze rozpouštědla nemísitelná se vzorkem
- nutné počítat se ztrátou extrakční fáze
- přítomnost píku rozpouštědla
- horší reprodukovatelnost
- možnost automatizace



MIKROEXTRAKCE JEDNOU KAPKOU – EXTRAKČNÍ ROZPOUŠTĚDLA

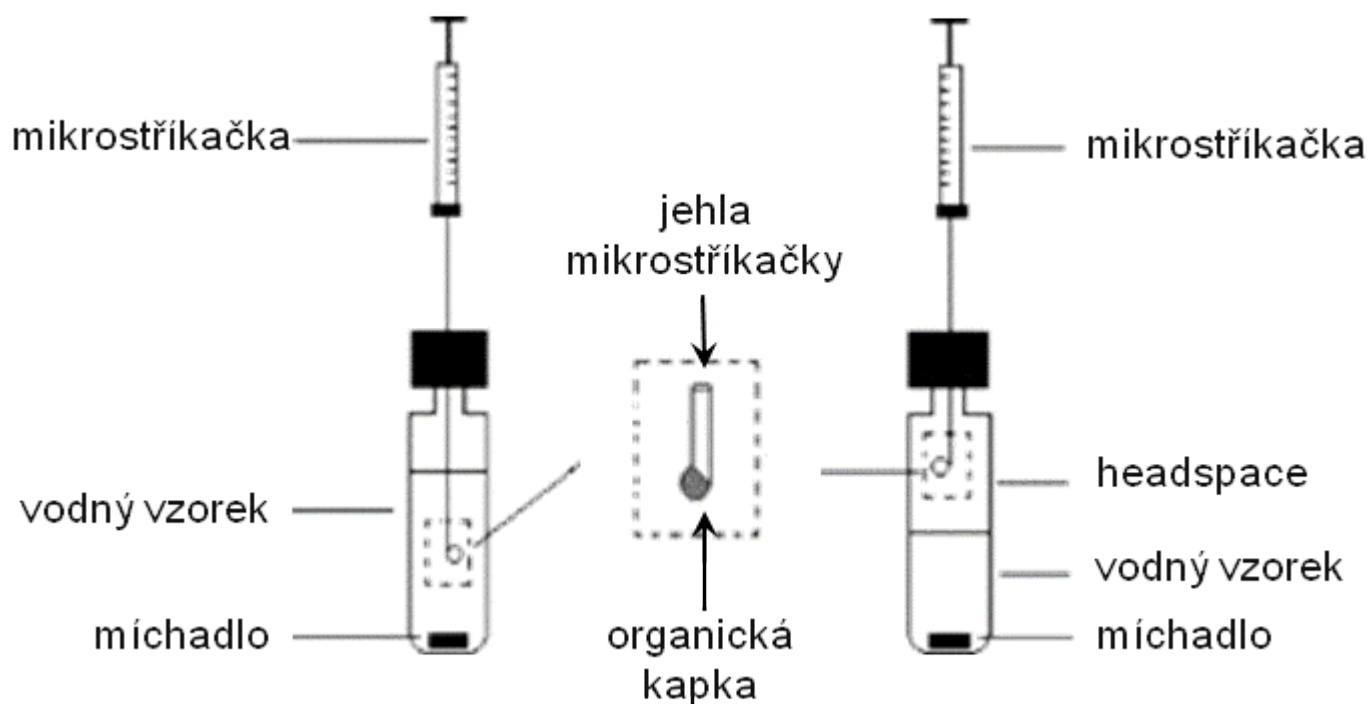
| DI-SDME | HS-SDME |
|---------------------|-----------------|
| <i>n</i> -hexan | <i>n</i> -oktan |
| <i>n</i> -oktan | <i>n</i> -dekan |
| <i>iso</i> -oktan | tetradekan |
| cyklohexan | ethylenglykol |
| <i>n</i> -hexadekan | toluen |
| ethylacetát | <i>o</i> -xylen |
| Diisopropylether | 1-oktanol |



1-8 μ l

MIKROEXTRAKCE JEDNOU KAPKOU

- Obdobné vzorkování jako u SPME

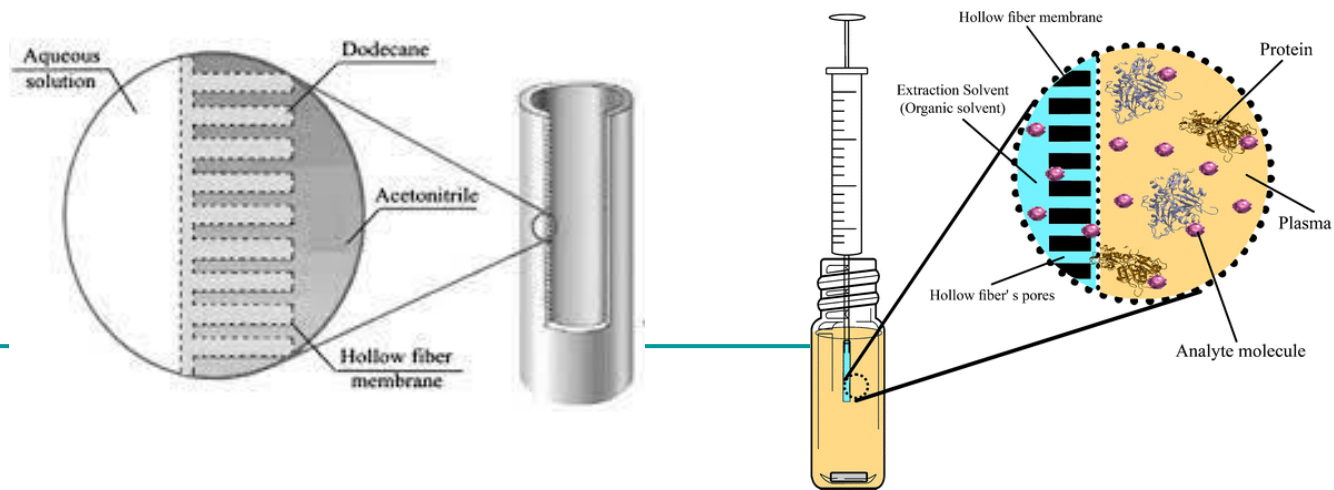


MIKROEXTRAKCE V KAPALNÉ FÁZI POMOCÍ DUTÉHO VLÁKNA (HOLLOW-FIBRE LIQUID PHASE MICROEXTRACTION - HF-LPME)

- účinná alternativa ke klasickým technikám (cca od 1999) pro přípravu vzorku a prekoncentraci. Cílové analyty jsou extrahovány ze vzorku do extrakční fáze, která je imobilizovaná jako tenká kapalná membrána (SLM) v pórech polymerního dutého vlákna. Poréznost nosiče zvyšuje SLM mezifázovou oblast mezi rozpouštědlem a vodným vzorkem, čímž se zvyšuje účinnost extrakce.

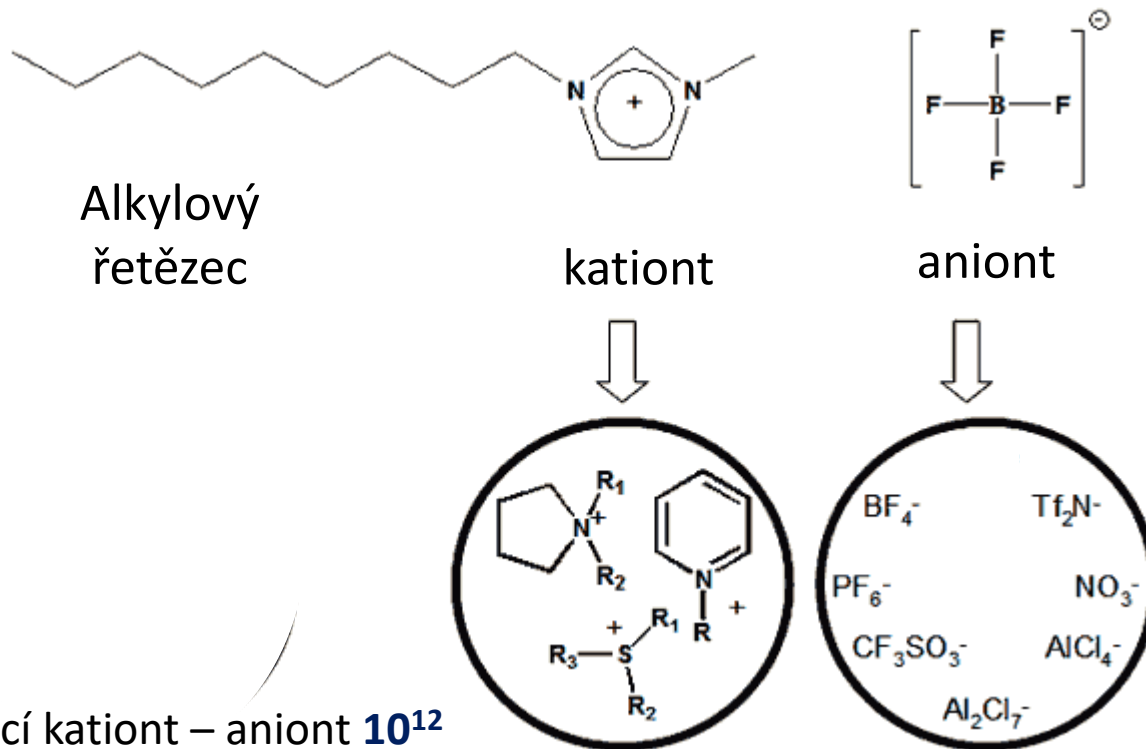
SLM je snadno vytvořena ponořením dutého vlákna na několik sekund do organického rozpouštědla, rozpouštědlo proniká póry vlákna a je vázáno kapilárními silami na polymerní síť tvořící stěnu vlákna. Vysoká poréznost umožňuje imobilizaci rozpouštědla ve formě tenkého filmu. Organická fáze je v kontaktu s oběma roztoky, ale nedochází k jejímu uvolňování z nosiče do vodné fáze. Výsledkem toho je, že roztok vzorku může být intenzivně míchán bez ztráty extrakční fáze. Po extrakci se roztok akceptoru odebere mikrostříkačkou a nadávkuje do analytického přístroje. Duté vlákno je na jedno použití.

(doc. Čabala)



IONTOVÉ KAPALINY (ILs, RTILs)

- NOVÁ EXTRAČNÍ ROZPOUŠTĚDLA?
- ROZPOUŠTĚDLA 21. STOLETÍ?



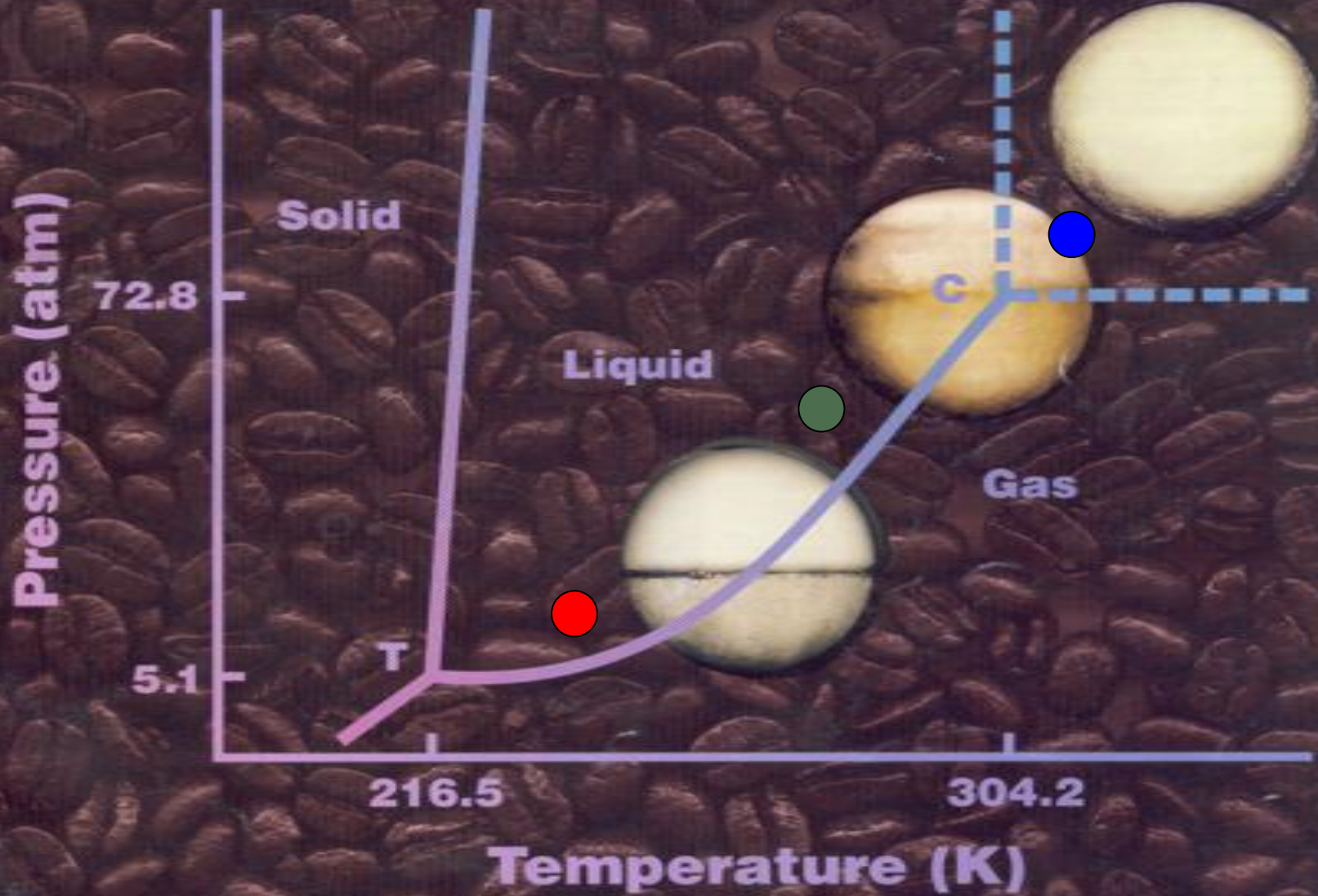
IONTOVÉ KAPALINY (ILs, RTILs)

Výhody:

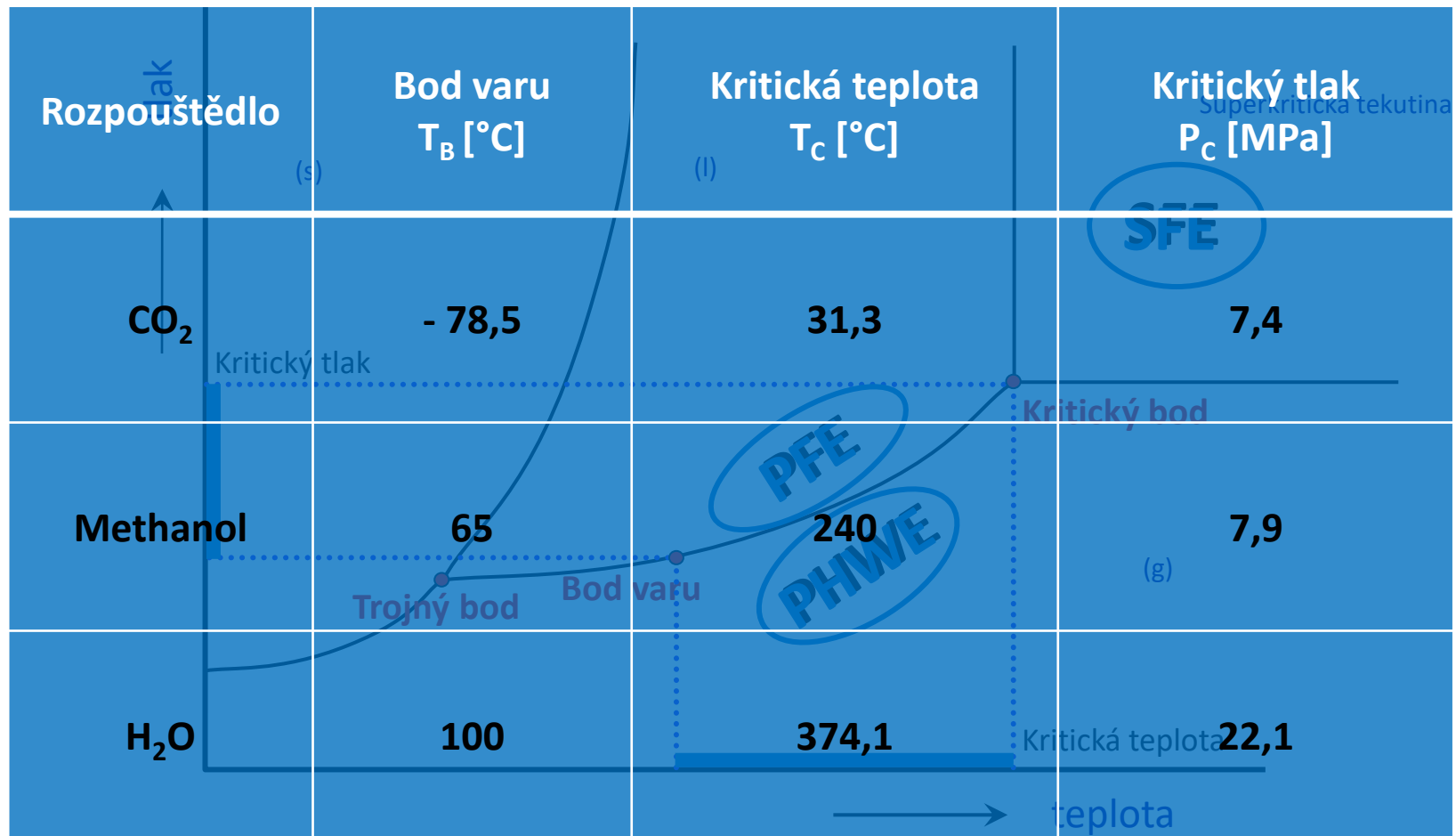
- teploty – (velmi široké teplotní rozmezí) **ILs** (ionic liquids), **RTILs** - iontová kapalina s teplotou tání nižší než 25°C (room temperature ionic liquid)
- nulová tenze par
- vysoká termostabilita
- nízká toxicita
- nehořlavost
- jsou využitelné jako kapalně prostředí pro provádění chemických reakcí a jako náhrada těkavých organických rozpouštědel, u nichž je nevýhodou právě jejich těkavost

Iontová kapalina je sůl v kapalném skupenství, někdy se tento termín používá pouze pro soli, jejichž teplota tání je pod určitou stanovenou hodnotou, například pod 100 °C. Běžné kapaliny, jako jsou voda, jsou tvořeny převážně elektricky neutrálními molekulami, iontové kapaliny obsahují ionty a iontové páry.

Supercritical CO₂



KRITICKÉ PODMÍNKY ROZPOUŠTĚDEL



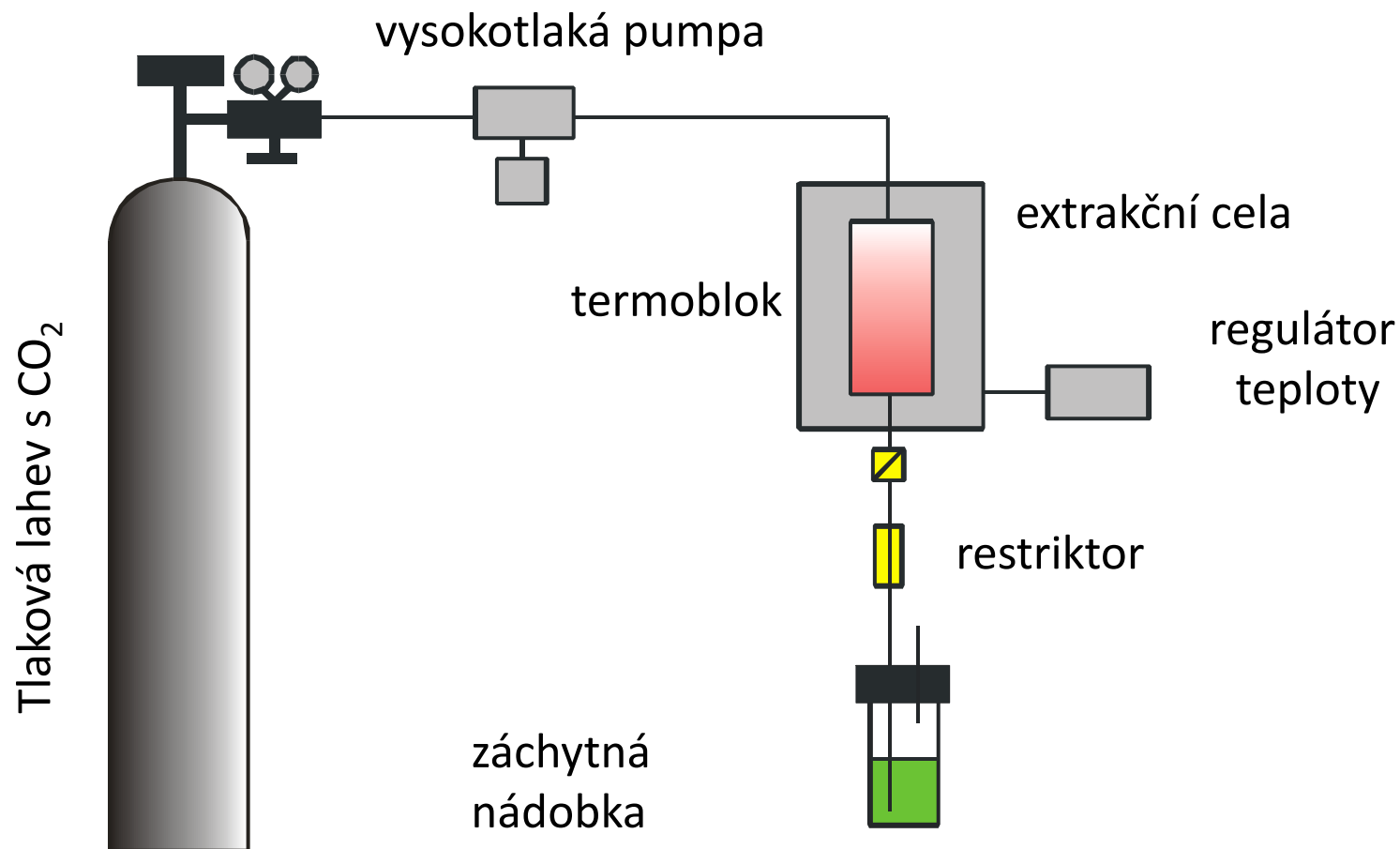
EXTRAKCE NADKRITICKÝMI TEKUTINAMI

extrakční médium nejčastěji CO_2

- použití SFE prakticky pouze pro nepolární analyty
- možnost modifikace CO_2 polárními rozpouštědly
- minimalizace spotřeby organických rozpouštědel
- rozpouštědla pouze pro záchyt, popř. modifikaci CO_2
- statické či dynamické provedení extrakce
- po skončení extrakce oxid uhličitý vytěká do atmosféry
- poměrně velká závislost na druhu tuhé matrice
- záchyt do kapaliny, na sorbent, na inertní materiál ...
- možnost on-line spojení se SFC



EXTRAKCE NADKRITICKOU TEKUTINOU (SFE) - INSTRUMENTACE



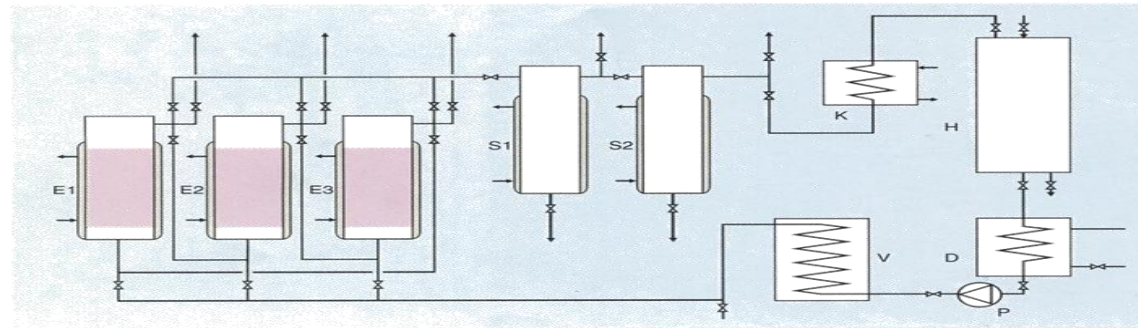
EXTRAKCE NADKRITICKÝMI TEKUTINAMI

Vlastnosti nadkritických tekutin

| Tekutina | Hustota [g·cm ⁻³] | Viskozita [g·cm ⁻¹ ·s ⁻¹] | Difuzivita [cm ² ·s ⁻¹] |
|----------------------|----------------------------------|---|---|
| plyn | (0,6-2,0)10 ⁻³ | (0,5-3,5)10 ⁻⁴ | 0,01-0,1 |
| nadkritická tekutina | 0,2-1,0 | (2,0-9,9)10 ⁻⁴ | (0,5-3,3)10 ⁻⁴ |
| kapalina | 0,8-1,0 | (0,3-2,4)10 ⁻² | (0,5-2,0) 10 ⁻⁵ |

EXTRAKCE NADKRITICKÝMI TEKUTINAMI

| Tekutina | T_k [°C] | p_k [MPa] | ρ_k [g·cm ⁻³] | b.v. [°C] |
|-----------------------|------------|--------------|--------------------------------|--------------|
| CO₂ | 31 | 7,38 | 0,47 | -78,5 |
| ethan | 32 | 4,88 | 0,20 | -88,6 |
| N₂O | 37 | 7,28 | 0,45 | -88,5 |
| propan | 97 | 4,25 | 0,22 | -47,1 |
| NH₃ | 132 | 11,30 | 0,23 | -33,4 |
| n-butan | 152 | 3,79 | 0,23 | -0,5 |
| diethylether | 194 | 3,64 | 0,27 | 34,5 |
| n-pentan | 196 | 3,37 | 0,23 | 36,2 |
| n-hexan | 234 | 2,89 | 0,23 | 69,0 |
| methanol | 239 | 7,89 | 0,27 | 69,7 |
| H₂O | 374 | 22,14 | 0,32 | 100,0 |



E1-3 EXTRAKTORY
 S1-2 SEPARÁTORY
 K KONDENZÁTOR
 D DOCHLAZOVAČ
 V VÝPARNÍK
 P ČERPADLO

Popis procesu

Oxid uhličitý se čerpadlem stlačí na pracovní tlak (10 - 30 MPa) a ve výměníku se ohřeje na pracovní teplotu (40 - 90 °C). Do extraktoru naplněného extrahovaným materiálem vstupuje v superkritickém stavu. Při průchodu extraktorem se oxid uhličitý nasýtí extraktem a přes expanzní ventil vstoupí do separátoru. Poklesem tlaku za expanzním ventilem se mnohonásobně sníží rozpouštěcí schopnost oxidu uhličitého, extrakt vypadne a zachytí se v separátoru. Ze separátoru odchází čistý oxid uhličitý, který zkapalní v kondenzátoru a vstupuje opět do čerpadla. Pracovní cyklus je tím uzavřen a veškerý oxid uhličitý se recykluje.

Rozpouštěcí vlastnosti oxidu uhličitého

Oxid uhličitý je nepolární rozpouštědlo. Jeho rozpouštěcí vlastnosti jsou podobné běžným organickým rozpouštědlům (estery a chlorované uhlovodíky). Jednotlivé kategorie rozpustnosti lze shrnout do tří základních skupin.

Dobře rozpustné:

většina nepolárních látek, uhlovodíky, alkoholy, estery, ethery, ketony, alkany, terpeny.

Rozpustné:

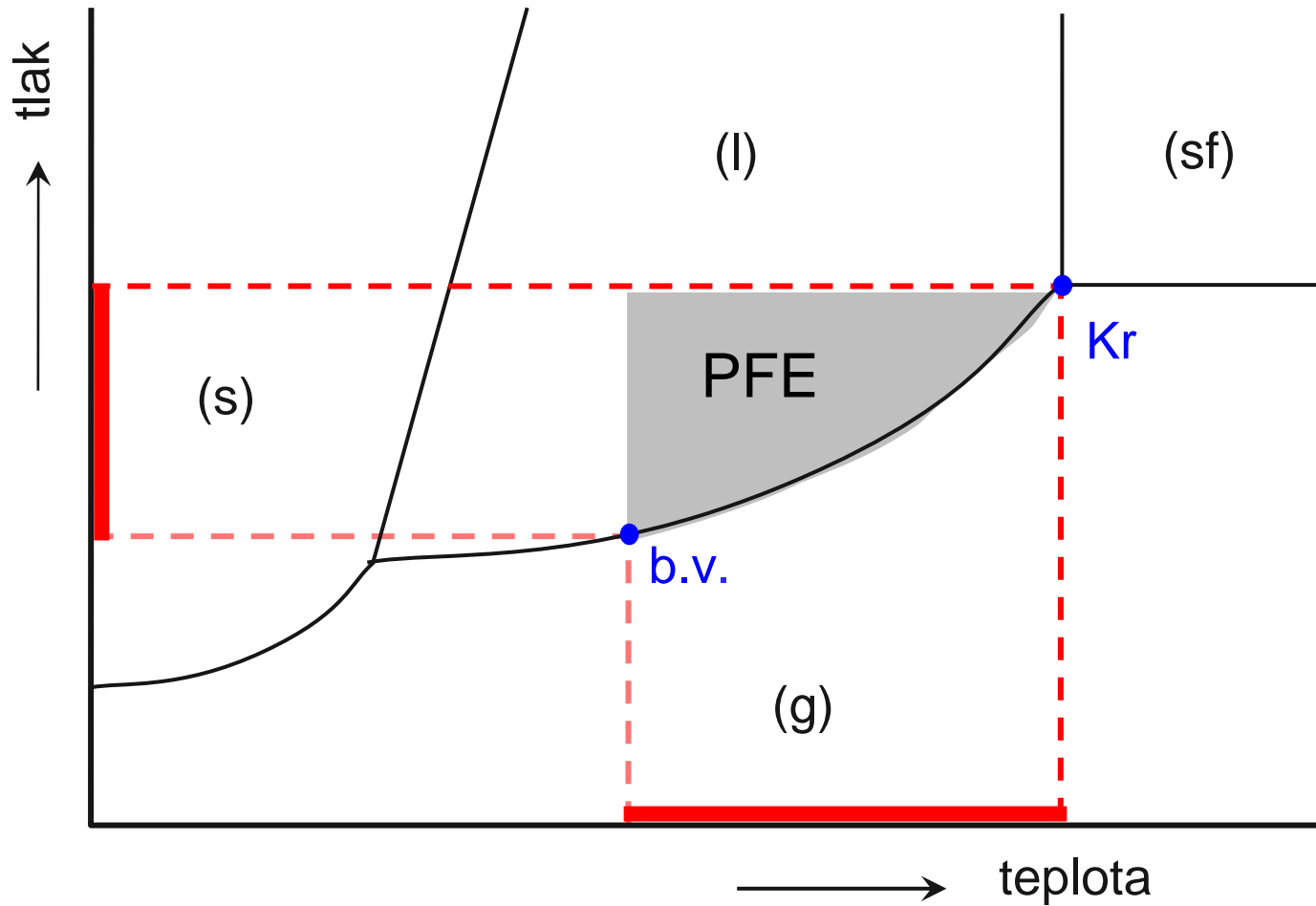
v závislosti na polaritě a molekulové váze organické sloučeniny obsahující různé hydroxylové a karboxylové skupiny, které zvyšují polaritu **steroidy, vitamíny, alkaloidy, estery mastných kyselin, oligomery, pryskyřice.**

Ner rozpustné:

polární sloučeniny, většina anorganických kyselin a solí, cukry, aminokyseliny, glykosidy, taniny, ovocné kyseliny, fosfolipidy, flavonoidy, proteiny, polysacharidy, polyterpeny.



VYSOKOTLAKÁ EXTRAKCE ROZPOUŠTĚDLEM



VYSOKOTLAKÁ EXTRAKCE ROZPOUŠTĚDLEM

Pressurised Fluid Extraction – PFE

Pressurised Solvent Extraction – PSE

Pressurised Liquid Extraction – PLE

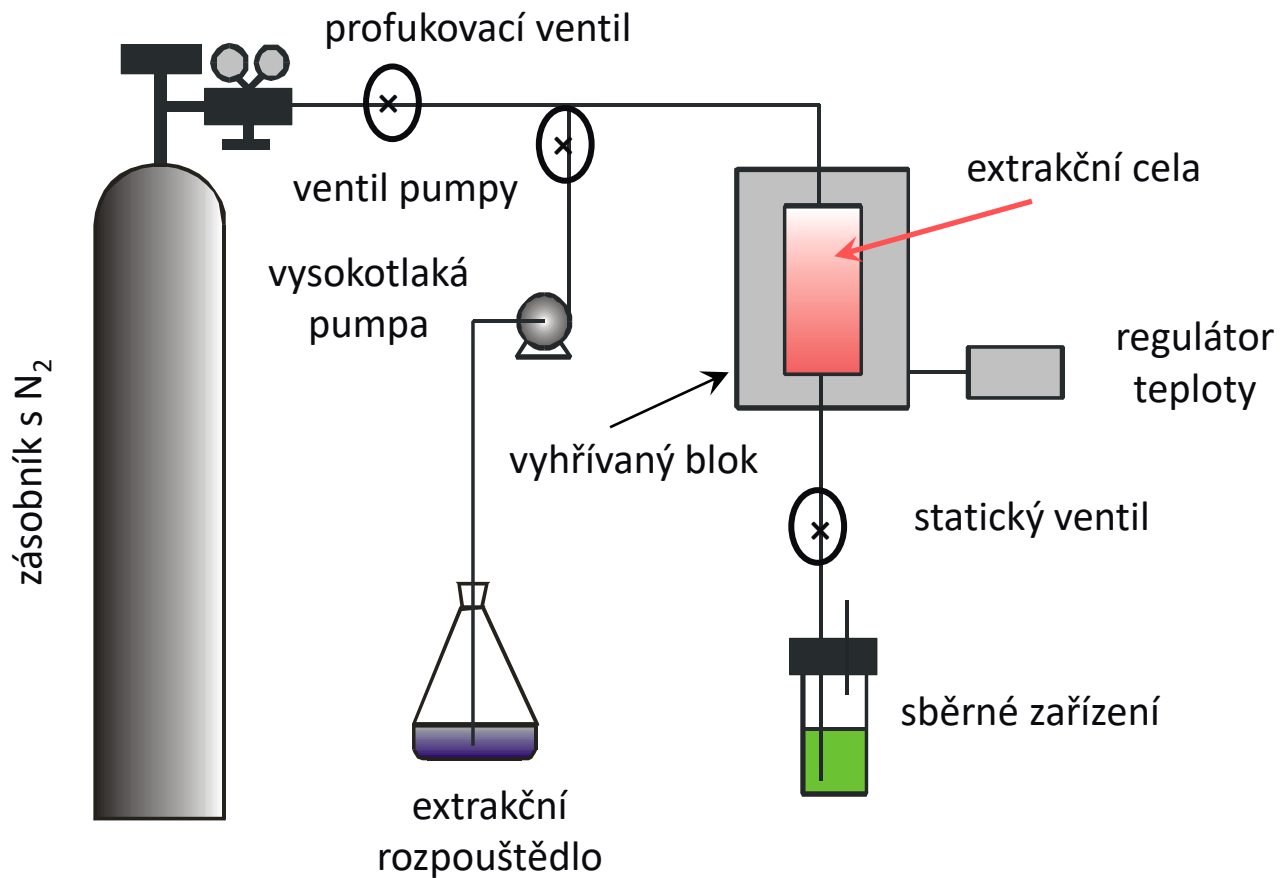
Accelerated Solvent Extraction – ASE (Dionex)

High-Pressure Solvent Extraction – HPSE

VYSOKOTLAKÁ EXTRAKCE ROZPOUŠTĚDLEM

- redukce spotřeby organických rozpouštědel
- výrazné zkrácení doby extrakce
- snížení provozních nákladů
- při podmínkách nad atmosférickým b.v. rozpouštědla
- použití vyšších tlaků pro uchování kapalného stavu
- extrakční médium mohou být směsi
- omezená selektivita extrakce
- velmi široký rozsah využití

VYSOKOTLAKÁ EXTRAKCE ROZPOUŠTĚDLEM



EXTRAKCE HORKOU (SUBKRITICKOU) VODOU

- PRESSURIZED HOT WATER EXTRACTION (PHWE)
 - SUB-CRITICAL WATER EXTRACTION (SCWE)
 - SUPERHEATED WATER EXTRACTION
 - EXTRACTION WITH WATER AT ELEVATE TEMPERATURES AND PRESSURES
 - HIGH-TEMPERATURE WATER EXTRACTION
 - EXTRACTION USING HOT COMPRESSED WATER
-

EXTRAKCE HORKOU (SUBKRITICKOU) VODOU - instrumentace

- podobnost s SFE a PFE (ASE)
 - žádný komerčně dostupný přístroj
 - teplotní limit vysokotlakých extraktorů 150-200 °C
 - „home-made“ extraktory
-

Přehled od AI ¶

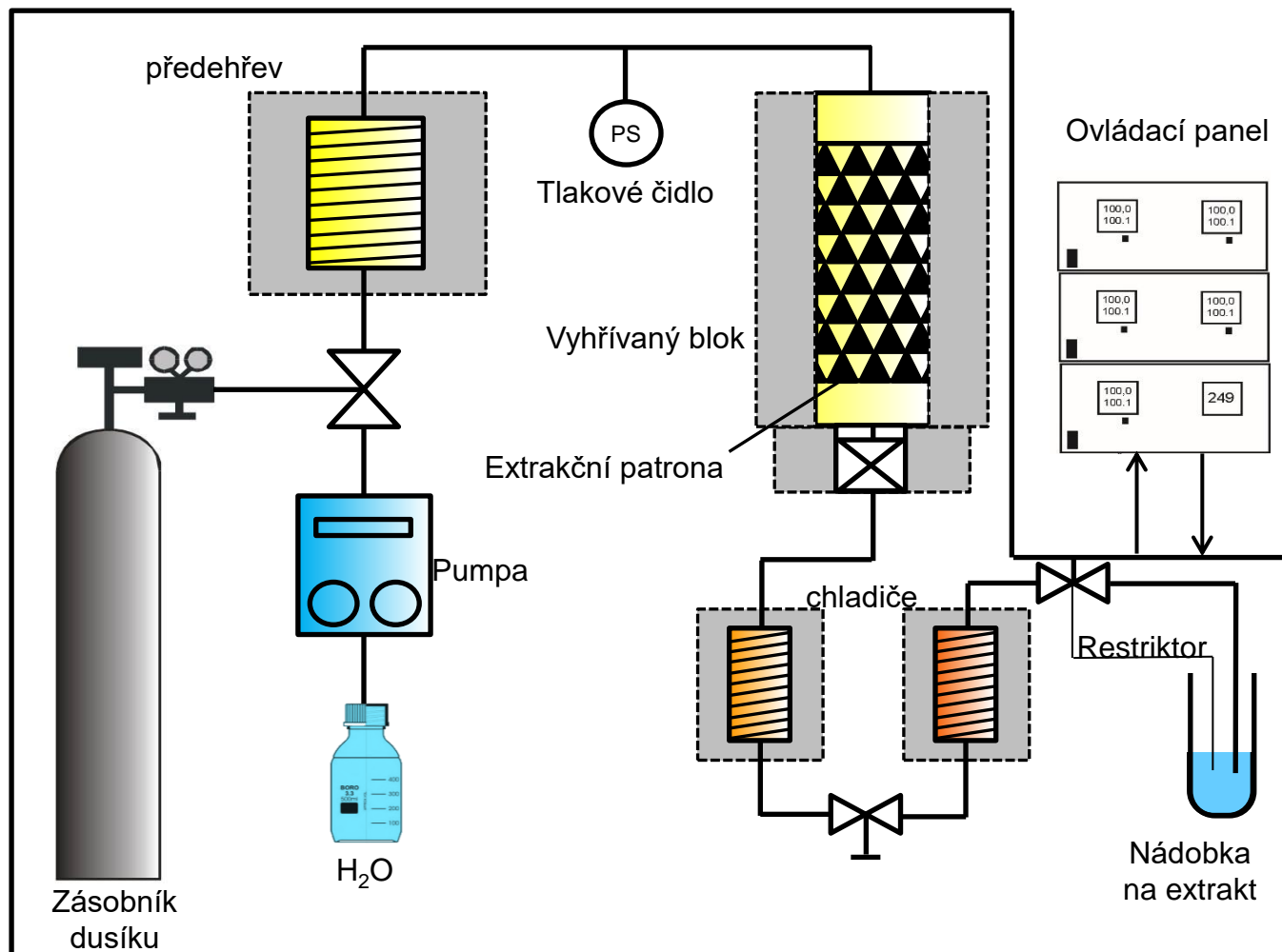
Extrakce přehřátou (nebo také subkritickou) vodou je ¶

ekologicky šetrná metoda separace látek, při které se voda používá jako rozpouštědlo za teplot vyšších než 100°C (obvykle $100\text{--}374^{\circ}\text{C}$) a pod dostatečným tlakem, aby zůstala v kapalném stavu. ¶

Zde jsou klíčové aspekty této metody: ¶

- **Princip:** Při vyšších teplotách se snižuje dielektrická konstanta vody, což z ní činí rozpouštědlo schopné lépe rozpouštět méně polární, organické látky, podobně jako organická rozpouštědla (např. methanol nebo ethanol). ¶
- **Využití:** Tato metoda se často používá pro získávání účinných látek z rostlinného materiálu, extrakci aromatických látek, nebo v environmentální chemii pro odstraňování znečišťujících látek z pevných vzorků (např. půdy). ¶
- **Výhody:** Hlavní výhodou je, že voda je bezpečná, levná a netoxická, což eliminuje potřebu používat nebezpečná organická rozpouštědla. ¶
- **Příklad z praxe:** Princip extrakce horkou vodou pod tlakem se využívá například při přípravě espressa, kde se voda o teplotě cca $90\text{--}95^{\circ}\text{C}$ a tlaku cca 9 barů protlačuje kávou, aby se extrahovaly aromatické a chuťové látky. ¶

EXTRAKCE HORKOU (SUBKRITICKOU) VODOU



INSTRUMENTACE



EXTRAKČNÍ ROZPOUŠTĚDLA - porovnání

| parametr | nadkritický CO ₂ | přehřátá H ₂ O |
|---|-----------------------------|--|
| rozpustnost analytů může být změněna | 10-100x | 50-1000000x |
| snadno extrahovatelné analyty | nepolární | polární |
| zakoncentrování analytů (po extrakci) | obvykle snadné | Závislé na následném analytickém přístroji |
| selektivita extrakce analytů s různou polaritou | průměrná | dobrá |

PARAMETRY OVLIVŇUJÍCÍ EXTRAKCI

- TEPLOTA
 - EXTRAČNÍ ČAS
 - MODIFIKÁTORY A ADITIVA
 - TLAK
 - PRŮTOK (STATICKÁ VS. DYNAMICKÁ EXTRAKCE)
 - VZOREK A ANALYT
-

Optimalizace extrakce

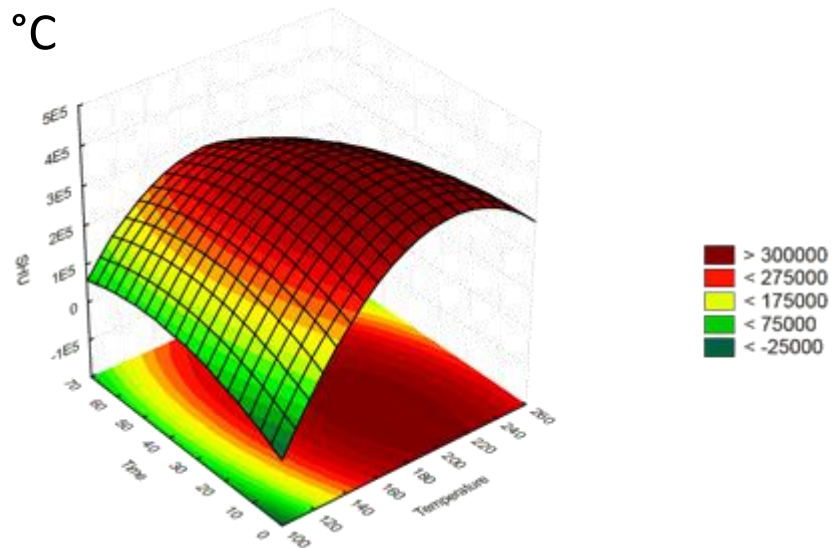
- 🌶️ **Centrální kompozitní plánování - Central Composite Design (CCD)**
- 🌶️ vzorek - Trinidad Scorpion Moruga
- 🌶️ 0,1 g vzorku, 210 Bar
- 🌶️ optimalizace: čas: 5 – 60 minut
teplota: 110 – 240 °C
- 🌶️ optimální podmínky 20 minut, 200 °C

Scovilleova stupnice

Jednotka pálivost :



Scovilleova stupnice udává změřenou pálivost paprik a chilli papriček. Papriky obsahují látku kapsaicin, která způsobuje pálení tím, že stimuluje receptory nervových zakončení jazyka. Počet Scovilleových jednotek pálivosti odpovídá přítomnému množství kapsaicinu. [Wikipedie](#)



Extrakce podporovaná mikrovlnným ohřevem (microwave-Assisted Solvent Extraction, MASE)

- Mikrovlny – elektromagnetické vlnění, frekvence 300 MHz – 300 GHz, **používaná frekvence 2450 MHz.**
- Záhřev – dipól rotace – molekuly s vysokou dielektrickou konstantou se snaží orientovat v elektrickém poli, to se ale mění tak rychle, že začnou vibrovat a v důsledku tření (srážky sousedních molekul) se zahřívají.
- Rozpouštědlo absorbující mikrovlnnou energii: rozpouštědlo se v uzavřené nádobě zahřívá nad bod varu, urychlení extrakce analytu – vysoká teplota a tlak (do 200 °C a 175 psi)
- Rozpouštědlo neabsorbující mikrovlnnou energii: rozpouštědlo se nezahřívá, selektivní záhřev určitých látek ve vzorku → uvolnění zahřátých analytů do chladné kapaliny, uzavřená nebo otevřená nádoba. Mírnější pro termolabilní látky. Možnost použití kapalného oxidu uhličitého, který neabsorbuje mikrovlnnou energii – náhrada superkritické fluidní extrakce (SFE). Nižší tlak i teplota.

-
- *1 psi = 0,0689476 bar, 175 pounds per square inch = 1 206 582.53 pascals*

Extrakce s využitím mikrovlnného záření

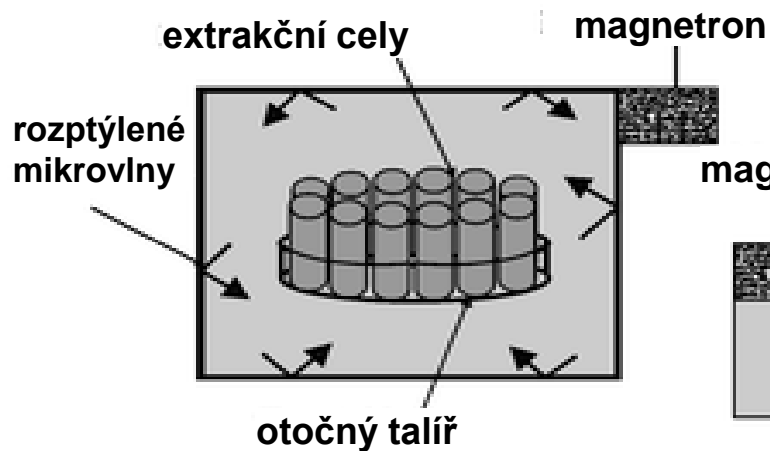
Otevřený systém

- rozpouštědla s nízkou dielektrickou konstantou ϵ_d = neabsorbují MW
- vzorek obsahující sloučeniny s vysokou ϵ_d sám absorbuje MW
- extrakce analytů z teplého vzorku do chladného rozpouštědla
- šetrnější pro tepelně labilní sloučeniny

Uzavřený systém

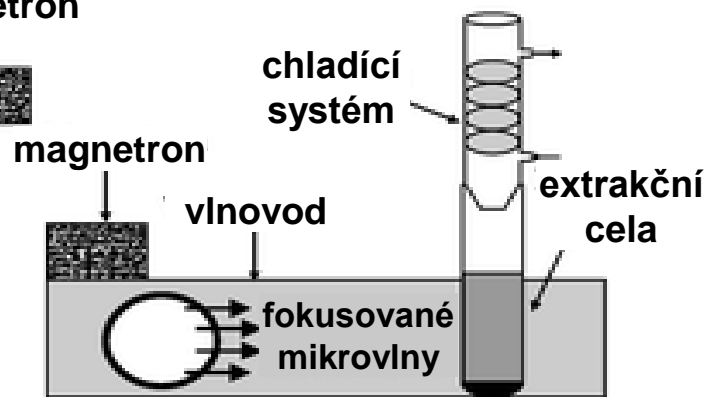
- nádobky neabsorbující mikrovlny
- rozpouštědlo s vysokou ϵ_d = absorbuje MW
- MW energie zahřívá roztok uvnitř nádobky nad atmosférický b.v.
- zahřátí mnohem dříve než klasickými píčkami
- nárůst tlaku = kapalný stav, připomíná PFE

rozptýlené mikrovlny

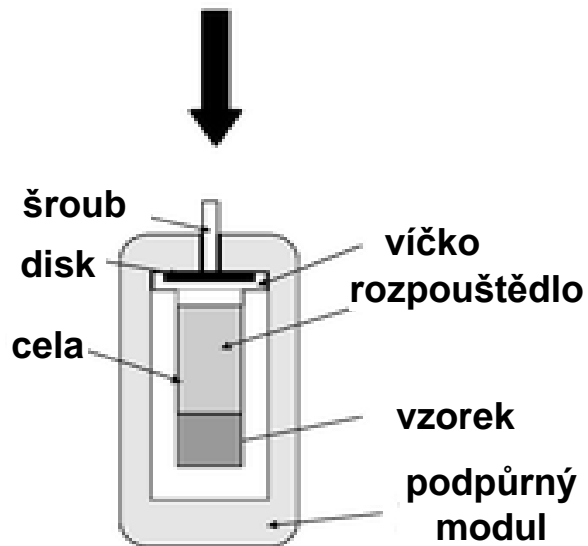


uzavřený systém

fokusované mikrovlny



otevřený systém



uzavřená nádoba

ULTRAZVUKOVÁ EXTRAKCE (USE)

2 možné typy zařízení:

- Ultrazvuková sonda
 - Ultrazvuková lázeň
-
- využívány zvukové vlny při frekvencích nad slyšitelností lidského ucha (20 kHz)
 - účinky při šíření ve sledovaném prostředí závisí na intenzitě (amplitudě), frekvenci kmitů a vlastnostech prostředí
 - působením UZ vibrací dochází k zajištění dokonalého kontaktu mezi vzorkem a rozpouštědlem (rozpad vzorku, rozrušení buněk, ...)



ULTRAZVUKOVÁ EXTRAKCE

Působení ultrazvukové energie:

↑ teplota zvyšuje rozpustnost a difuzivitu látek

↑ tlaky zvyšují penetrační sílu rozpouštědla do pevné nebo kapalně fáze

↑ teplota a ↑ tlaky mají za následek lepší výtěžnost analytů a zkrácení doby extrakce

Kavitace - je fyzikální jev v kapalině, při kterém vznikají, vyvíjejí se a zanikají kavitační bubliny (průměr řádově v μm). Kavitace vzniká v proudících kapalinách nebo při pohlcení ultrazvukových vln v kapalině v místech, kde dochází k náhlým tlakovým změnám



VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ

- Základní předpoklad pro získání správného a přesného údaje o kvalitě ovzduší je reprezentativní vzorkování.
- Jedná se o proces, který vyžaduje znalosti a zkušenosti, neboť vzorkování ovzduší za daných podmínek je téměř neopakovatelný proces.
- Postup odběru musí odpovídat látce, kterou stanovujeme, její přibližné koncentraci a celkovému složení vzdušiny.
- Odběry můžeme rozdělit z řady hledisek:
 - kontinuální
 - semikontinuální
 - diskontinuální
 - aktivní
 - pasivní

VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ?

Podle vzniku dělíme polutanty na:

- primární - jsou uvolňovány přímo z určitého zdroje (např. oxid uhelnatý, oxid siřičitý, vedlejší produkty spalování).
- sekundární - vznikají chemickými reakcemi primárních polutantů mezi sebou nebo s jinými látkami.

Podle původu můžeme zdroje znečištění ovzduší dělit na:

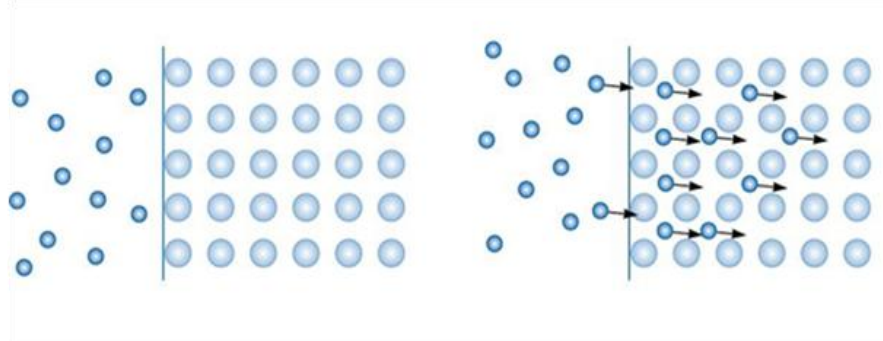
- antropogenní - souvisí s lidskou činností. Velké množství znečišťujících látek je spojené se spalováním různých typů paliv, jako je benzín, uhlí nebo dřevo. Dalšími zdroji jsou procesy rafinace ropy, automobilismus, spalování fosilních paliv, nevhodné obdělávání půdy, skládky odpadů, vojenské zdroje, řízené vypalování lesů atd.
- přírodní - existují i některé přírodní zdroje (písek z pouští, radon uvolňující se ze zemské kůry, sopečná aktivita, bioplyn (methan) uvolňovaný v průběhu trávení potravy zvířaty, ...)

VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ

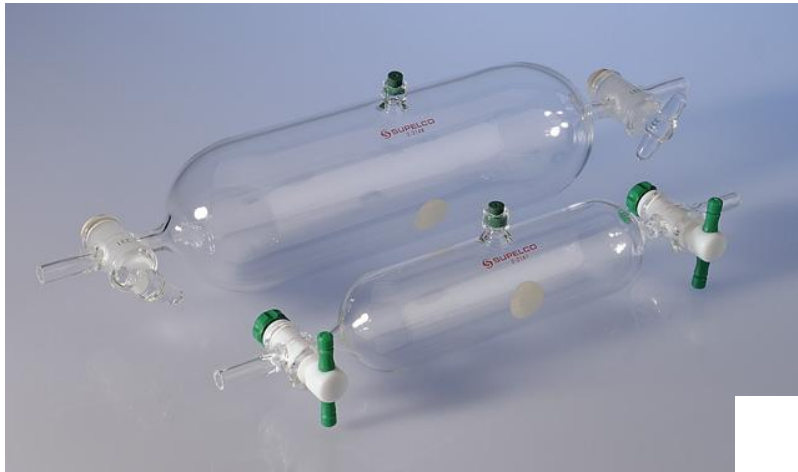
- **Aktivní vzorkování** - jeden z nejběžnějších a nejčastějších způsobů odběru. Vzorek je odebrán dodáním nějaké energie, pomocí hnací síly. Tou může být čerpadlo (sání a výtlač), podtlak (kanystry, vaky) nebo sám vzorkař (odběr do nádob).
- **Pasivní vzorkování** (dozimetrie) - bez vnějších zásahů, pouze samovolnou snahou systému o dosažení rovnováhy. Jedná se o transportní (přenosový) děj, při kterém dochází ke změně sledované hodnoty v čase a vzdálenosti.

Mechanismy difuze na základě fyzikálních principů, na kterých jsou založeny: koncentrační, termické, tlakové, účinkem působení vnějšího silového pole, konvekce, turbulencí atd.

Z hlediska využití při pasivním vzorkování je prioritní difuze koncentrační.



VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ



VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ - aktivní

VÝHODY

- víme přesné množství přefiltrovaného vzduchu
- jednoduchý design a manipulace
- můžeme řídit rychlost

NEVÝHODY

- drahé
 - potřebujeme zdroj energie
 - reprezentativnost závisí na designu vzorkování, dostupných zdrojích a osobě vzorkovacího technika
-

VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ - pasivní

VÝHODY

- jednoduchost
- nízká cena zařízení a nízké provozní náklady
- malé nároky na instalaci a technickou údržbu
- snadná manipulace
- zpravidla jednodušší laboratorní zpracování exponovaných médií
- nezávislost na zdroji energie
- neobtěžují okolí
- vzorkují po celé období expozice (vhodné pro monitoring) a tedy poskytují
- informaci o dlouhodobé úrovni kontaminace

NEVÝHODY

- nižší citlivost a vyšší detekční limit
- možné interference s jinými polutanty
- obtížnější kvantifikace – nemožnost exaktního stanovení prošlého objemu vzduchu (používají se přepočty závislé na délce expozice, rychlosti sorpce a dalších parametrech či empiricky získané koeficienty)
- málo citlivé na náhodné extrémní změny

VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ – záchyt (adsorpce)

- separační proces, kdy dochází k hromadění plynné látky ze směsi plynů (adsorbát) na povrch pevné látky (adsorbent) vlivem mezimolekulových sil
- selektivní proces, tj. každý adsorbent pohlcuje jen některé látky, a jiné velmi málo nebo vůbec ne
- volba sorbentu závislá na typu sledované látky
- ke změně koncentrace dochází na mezifázovém rozhraní

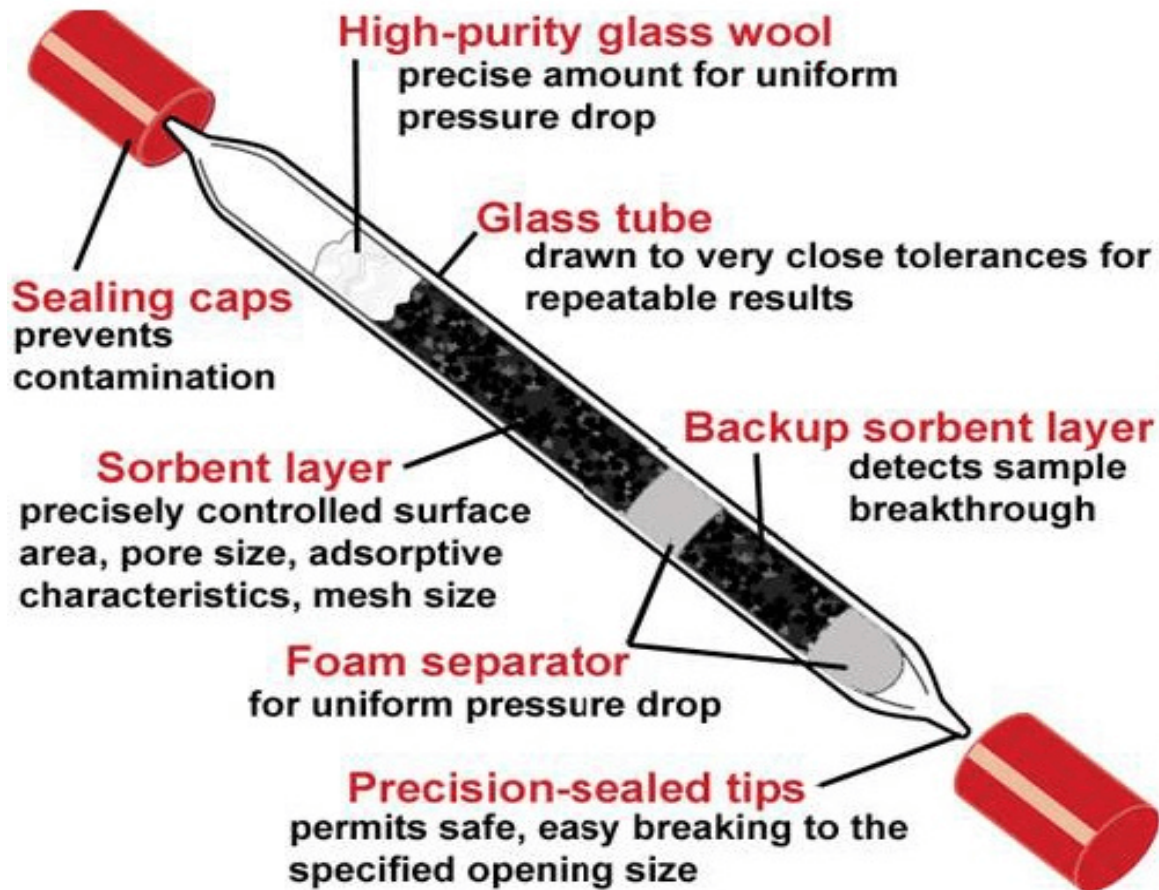
Mechanismy záchytu:

- fyzikální adsorpce – probíhá na celém povrchu pomocí Van der Waalsových sil
- chemisorpce – pevnější, vznik chemické vazby, která je velmi specifická

Množství adsorbované látky je závislé na vnějších klimatických podmínkách. Se vzrůstajícím tlakem roste a s rostoucí teplotou klesá. Tuto závislost popisují adsorpční izotermy

VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ – sorbenty

- **Uhlíkaté sorbenty (aktivní uhlí)** - specifická forma „černého uhlíku“ s pórovitou strukturou a velkým povrchem. Jedná se v podstatě o grafit, který má silně deformovanou mřížku, čímž vznikají aktivní centra pro adsorpci cizích látek. Aktivita a pórovitost je odvislá od způsobu výroby. Vyrábí se celá řada druhů s rozdílnými vlastnostmi. Vhodný je především pro záchyt těkavých organických látek. Další možnost je použití grafitizovaného uhlíku a uhlíkových molekulových sít.
- **Polární sorbenty (silikagel)** - pórovitá forma oxidu křemičitého, netoxický a chemicky vysoce inertní. Vhodný např. pro záchyt dusíkatých sloučenin.
- **Polymerní sorbenty** (např. **Tenax GC** /fenyldifenylenoxid/, **Tenax TA** /porézní polymerní pryskyřice na bázi 2,6-difenylenoxidu/, **Porapak Q** /polydivinylbenzen, resp. DVB/ethylvinylbenzen/, **Amberlite XAD 2** /hydrofobní kopolymer styren-divinylbenzenové pryskyřice/) - pro těkavé a polotěkavé organické látky, pro polyaromatické uhlovodíky...
- Pro celou řadu sloučenin jsou již k dispozici vysoce selektivní, komerční výrobky

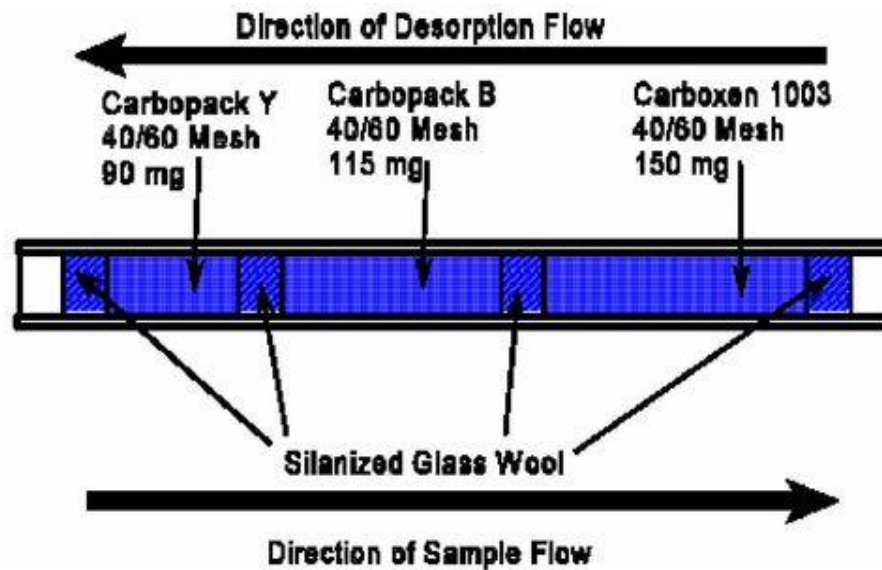


Dosud nejběžnější praxe odběru ovzduší ke stanovení benzenu (a ostatních VOC):

- **sorpce na aktivní uhlí, extrakce sirouhíkem**

(OSHA 1005, OSHA 12, NIOSH 1500, NIOSH 1501, MHDS96, MDHS88: pasivní odběr, ...)

Alternativa: **sorpční trubičky pro termální desorpci** – příklad:



(Princip termální desorpce bude uveden dále.)

VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ – desorpce

■ Desorpce extrakcí kapalinou

Nejběžněji používaná metoda. Látka, která má být stanovena, přechází do roztoku. Např. k desorpci organických látek z aktivního uhlí je nejběžněji používané rozpouštědlo sirouhlík.

■ Termální desorpce

Jedná se o výhodnější metodu, při které je možnost dosáhnout nižší meze stanovitelnosti oproti desorpci extrakcí kapalinou, až o dva řády.

■ *Důvody zavedení metody termální desorpce*

Zvýšení meze stanovitelnosti vynucené:

- stávající definicí NPK-P („...v žádném okamžiku“...)
- chystanou změnou limitů pro benzen (pracovní ovzduší)
- nízkými limity pro ovzduší pobytových místností a venkovní ovzduší
- potřebou při identifikaci neznámých VOC metodou GC/MS

NPK - nejvyšší přípustná koncentrace, NPK-P nejvyšší přípustná koncentrace v pracovním prostředí

VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ – dozimetry dle mechanismu sorpce

■ **Reakční dozimetry**

Při záchytu sledované látky dojde k chemické reakci

Dle způsobu vyhodnocení:

dozimetry s přímým odečtem (je umožněn díky změně zbarvení způsobené chemickou reakcí. Rozhodující je buď intenzita změny zbarvení (měří se intenzita zbarvení), nebo kalibrační škála (měří se délka zbarvení).

dozimetry s nepřímým odečtem (ke zjištění koncentrace polutantu využívají instrumentální měření (změna váhy, změna vodivosti apod.)

■ **Sorpční dozimetry**

založeny na procesu – sorpce – desorpce – analýza

VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ – pasivní dozimetrie

■ **Výhody:**

Nezávislost na zdroji elektrické energie se hodí do všech prostředí, kde hrozí nebezpečí výbuchu či požáru, ale může být také úspěšně využita při dlouhodobém sledování kvality venkovního ovzduší.

Nízká hmotnost, kompaktnost a bezhlučnost je předurčuje k měření pracovního ovzduší, neboť se s nimi dobře manipuluje a pracovníky nijak neomezují při práci.

Lze stanovovat jak anorganické, tak i organické polutanty.

■ **Nevýhody:**

horší citlivost a reprodukovatelnost,

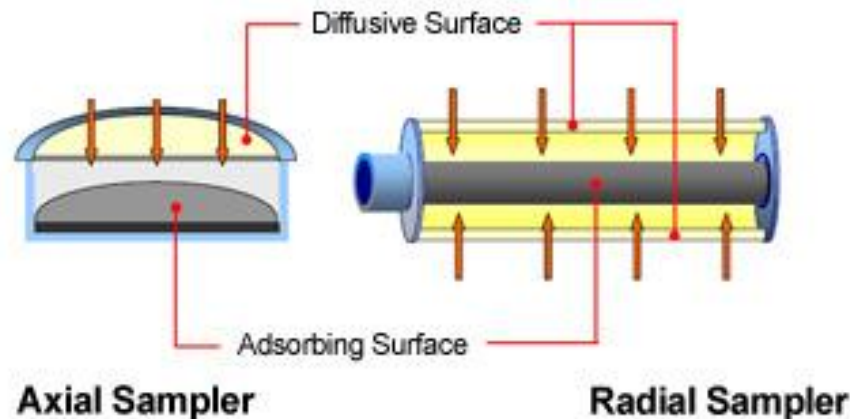
nízká rychlost sorpce,

vysoká ovlivnitelnost s ohledem na (mikro)klimatické podmínky.

Využití dozimetrie je zvláště výhodné v případě, kdy konvenční metody nelze použít, nebo v případě dlouhodobých odběrů (několikatýdenních).

VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ – radiální vs. axiální vzorkovače

- Rozdíl především v konstrukci vzorkovače
- Radiální mají vzhledem ke svému tvaru celou řadu výhod, především mnohem větší difuzní povrch.



- 3 x větší vzorkovací rychlost u radiálního vzorkovače, čímž je umožněno i krátkodobé vzorkování (15 min). Další výhodou je, že naadsorbované látky se posouvají směrem ke středu a vrchní vrstva je tak neustále volná pro další adsorpci, čímž je daleko větší sorpční kapacita a minimalizace zpětné difuze

VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ – příklady

- **Dozimetr Orsa 5** od firmy Dräger (Lübeck, Německo), sorpční dozimetr s extrakcí kapalinou, použití pro organické látky



- **Difuzní trubice** od firmy Dräger, reakční dozimetry s přímým odečtem, pro měření organických par, např. aceton, kys. octová



- **Dozimetr** od firmy SKC (Valley View Road, USA) - **Anasorb 747**, sorpční dozimetr, pro měření organických par



VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ – Radiální pasivní dozimetr - Radiello®

Nemocnice: anestetické plyny – Sevofluran a Isofluran

Adsorpční kolonky („cartridge“) - volba na základě analyzovaného polutantu.

- Délka 60 mm
- Šířka 4,8 nebo 5,8 mm.
- Kolonky **jednorázové** - určené pro desorpci rozpouštědlem
- Kolonky s **možností opakované expozice** - v případě tepelné desorpce.
- uchovávány ve zkumavkách a v plastových sáčcích
- odběry vzorků v řádu 1 ppb – 1000 ppm s variabilní dobou odběru 15 min až 30 dní
- Před analýzou se vkládají do difuzního válce.



VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ – Radiální pasivní dozimetr - Radiello®

Difuzní válec - zařízení, které umožňuje samotnou difuzi. Je jich několik typů, výběr je na základě stanovované škodliviny (délka 60 mm, průměr 16 mm).

- **Bílý válec** - vyroben je z mikroporézního polyetylenu tloušťky 1,7 mm s porozitou 25 μm . Je určen pro VOC extrahované rozpouštědlem.
- **Modrý válec** - stejné vlastnosti jako bílý válec, umožňuje však ochranu před světlem (určen pro vzorkování látek citlivých na světlo (např. NO_2 , ozon, aldehydy)).
- **Žlutý válec** - má silnější stěnu, z důvodů zabránění zpětné difuze a snížení vzorkovací rychlosti. Je vyroben z mikroporezního polyetylenu tloušťky 5 mm a porozitou 10 μm (určen pro VOC tepelně desorbovatelné).
- **Stříbrná silná silikonová membrána** - membrána o tloušťce 50 μm je zpevněna nerezovou mřížkou (určen pro vzorkování anestetických plynů s tepelnou desorpcí)



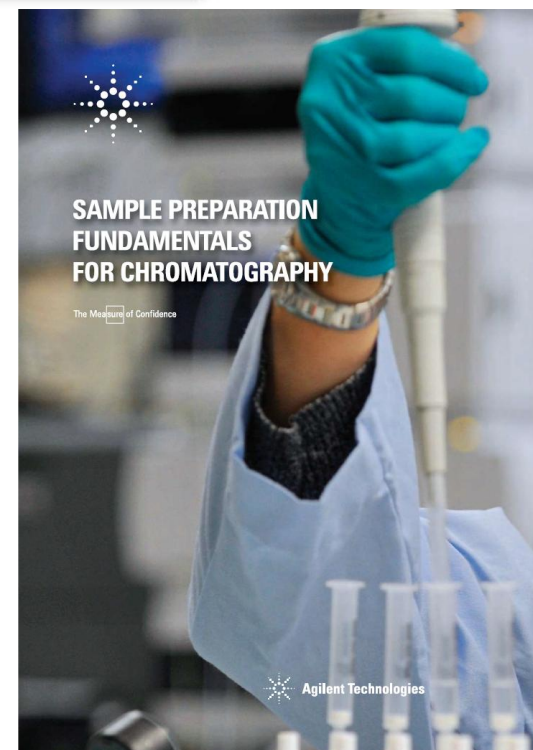
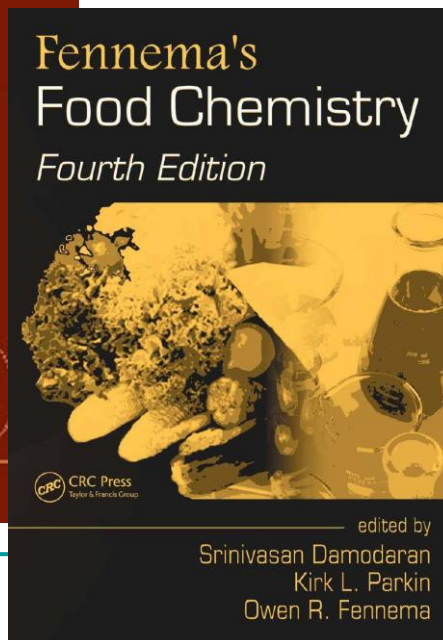
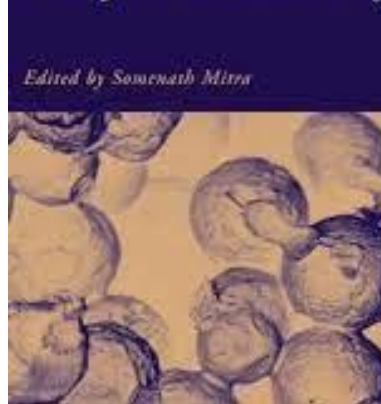
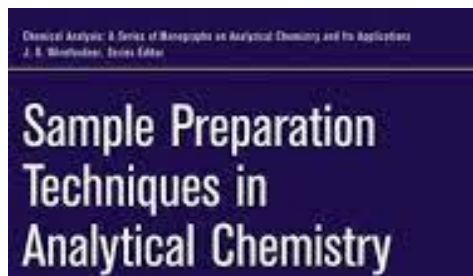
VZORKOVÁNÍ OVZDUŠÍ – Radiální pasivní dozimetr - Radiello®

Vzorkovací podložka - vyrobena z polypropylenu a umožňuje přichycení buď na oděv měřené osoby, nebo v ochranném přístřešku přímo do prostředí. Podložka je s klipem a možností buď horizontálního nebo vertikálního našroubování difuzního válce



ACADEMIA

[Academia.edu](https://www.academia.edu) - <https://www.academia.edu>



EXTECH 2026

JULY 6-9, 2026

[HOME](#)

[SYMPOSIUM ▾](#)

[SPONSORS & PARTNERS ▾](#)

[PROGRAM ▾](#)

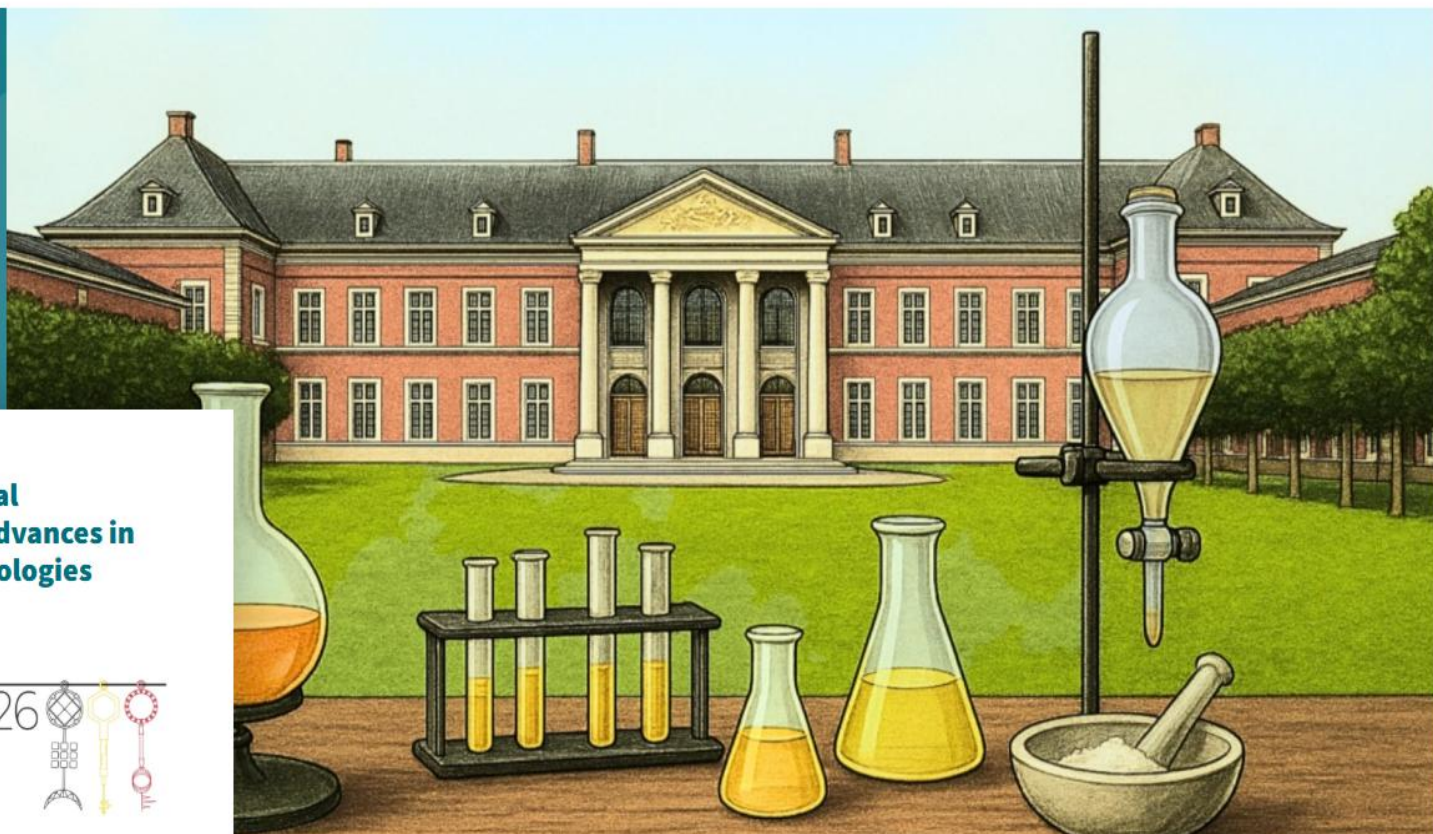
[ABSTRACT ▾](#)

[REGISTRATION ▾](#)

[PRACTICAL INFO ▾](#)

**28th International
Symposium on Advances in
Extraction Technologies**

ExTech 2026 





Děkuji za pozornost

