

1 POSTUPY A METODY ANALÝZY ORGANICKÝCH LÁTEK	11
1.1 Postup analýzy	11
1.1.1 Pravděpodobný svět a deterministický zákon	11
1.1.2 Analytický úkol	12
1.1.2.1 Zadání analytického úkolu	13
1.1.2.2 Vzorkování a úprava vzorku	14
1.1.2.3 Analytické metody	14
1.1.2.4 Kalibrační metody	16
1.1.2.5 Výsledek analýzy	19
1.2 Přehled metod pro analýzu organických sloučenin	23
1.2.1 Vážková analýza – gravimetrie	23
1.2.2 Odměrná analýza – volumetrie	24
1.2.3 Optické metody – molekulová spektrometrie	24
1.2.4 Elektroanalytické metody	24
1.2.5 Separační techniky	24
1.2.6 Hmotnostní spektrometrie	24
1.2.7 Tandemové techniky	24
1.2.8 Nukleární magnetická rezonance	24
2 ODBĚR A PŘÍPRAVA VZORKŮ K ANALÝZE - EXTRAKČNÍ TECHNIKY, PASIVNÍ VZORKOVÁNÍ ORGANICKÝCH POLUTANTŮ	25
2.1 Odběr vzorků vzduchu a plynů pro analýzu organických látek	25
2.1.1 Využití difúzních denuderů pro zakoncentrování plynných organických polutantů ze vzduchu	25
2.1.2 Extrakce tuhým sorbentem	27
2.1.3 Extrakce plynem se zkonzentrováním na tuhém sorbantu	30
2.2 Vzorkování ovzduší	30
2.2.1 Princip pasivního záchytu - difuse	31
2.2.2 Záchyt – adsorpce	31
2.2.3 Desorpce	32
2.2.4 Axiální pasivní vzorkovače	32
2.2.5 Radiální pasivní dozimetr - Radiello®	33
2.2.5.1 Složení vzorkovače	34
2.2.5.2 Příslušenství vzorkovače	34
2.3 Příprava vzorků k analýze - extrakční techniky	35
2.3.1 Klasické extrakční techniky	35
2.3.1.1 Extrakce kapalina-kapalina	35
2.3.1.2 Extrakce v Soxhletově extraktoru	36
2.3.1.3 Automatizovaná Soxhletova extrakce	37
2.3.1.4 Extrakce tuhou fází	38
2.3.2 Mikroextrakční techniky	38
2.3.2.1 Mikroextrakce tuhou fází	39
2.3.2.2 Sorpční extrakce na míchadle a sorpční extrakce v headspace prostoru	40
2.3.2.3 Mikroextrakce tuhou fází s využitím stříkačky	40
2.3.2.4 Mikroextrakce jednou kapkou	41
2.3.2.5 Disperzní kapalinová mikroextrakce	42
2.3.2.6 Mikroextrakce využívající duté vlákno	42
2.3.3 Headspace extrakce	43
2.3.3.1 Statistická headspace extrakce	43
2.3.3.2 Dynamická headspace extrakce	43
2.3.4 Extrakce založené na použití alternativních rozpouštědel	43
2.3.4.1 Iontové kapaliny	44
2.3.4.2 Extrakce nadkritickou tekutinou	44
2.3.4.3 Vysokotlaká extrakce horkou vodou	45
2.3.5 Asistované extrakce	46

2.3.5.1	Extrakce mikrovlnným zářením	46
2.3.5.2	Ultrazvukové extrakce	46
2.3.5.3	Vysokotlaká extrakce rozpouštědlem	47
3	PLYNOVÁ CHROMATOGRAFIE.....	53
3.1	Principy plynové chromatografie	53
3.1.1	Parametry elučního profilu	53
3.1.2	Charakteristiky plynové chromatografického systému	56
3.1.3	Charakteristiky rozdělení	57
3.1.4	Optimalizace rozlišení	58
3.1.5	Identifikace analytů	58
3.1.6	Stanovení analytů	59
3.2	Schéma instrumentálního uspořádání GC	60
3.2.1	Mobilní fáze	61
3.2.2	Nástrík vzorku	64
3.2.3	Separační systém	68
3.3	Měřící systém	71
3.3.1	Signál v GC	71
3.3.2	Zpracování signálu	76
3.3.3	Detektory v plynové chromatografii	80
4	SUPERKRITICKÁ FLUIDNÍ CHROMATOGRAFIE.....	85
4.1	Úvod	85
4.2	Nadkritický stav	85
4.2.1	Hustota	85
4.2.2	Difuzivita	86
4.2.3	Viskozita	87
4.3	Instrumentace v SFC	87
4.3.1	Zdroj nadkritické tekutiny	87
4.3.2	Dávkovací zařízení	88
4.3.2.1	Dávkování pomocí vstupního děliče	88
4.3.2.2	Dávkování systémem timed-delay	89
4.3.3	Termmostat a kolona	90
4.3.3.1	Náplňové kolony	90
4.3.3.2	Kapilární kolony	90
4.3.4	Restriktor	91
4.3.5	Detektor	92
4.3.5.1	Spojení SFC-MS	92
4.3.5.2	Spojení SFC-MALDI TOF	93
4.4	Příklady SFC separací	94
4.5	Využití SFC pro měření distribučních konstant v systému scCO ₂ - IL	95
4.6	Současné trendy aplikací SFC	97
4.6.1	Využití SFC k izolaci analytů - preparativní SFC	97
4.7	Závěr	99
5	KAPALINOVÁ CHROMATOGRAFIE (LC).....	101
5.1	Princip kapalinové chromatografie	101
5.2	Nízko- a vysokotlaké techniky, analytická a preparativní LC	102
5.3	Termodynamický a kinetický aspekt chromatografie, chromatografická data	103
5.4	Kapalinová chromatografie v plošném uspořádání:Chromatografie na papíru a na tenkých vrstvách ..	105
5.5	Kolony v HPLC	107
5.5.1	Tok mobilní fáze kolonou, náplně kolon pro HPLC - pórovité, povrchově pórovité, monolitické	108
5.5.2	Stacionární fáze	110
5.6	Instrumentace v HPLC	112
5.6.1	Zásobníky, úprava a čerpání mobilní fáze	112

5.6.2	Systémy pro tvorbu gradientu mobilní fáze	112
5.6.3	Dávkování vzorků	113
5.6.4	Detektory pro HPLC.....	114
5.7	Chromatografické fázové systémy.....	118
5.7.1	Chromatografie v systémech s obrácenými (převrácenými) fázemi	118
5.7.2	Chromatografie v systémech s normálními fázemi	119
5.7.3	Iontově-výmenná chromatografie, iontová chromatografie a chromatografie iontové výluky ...	122
5.7.4	Chromatografie prostorové výluky	124
5.7.5	Separace založené na tvorbě komplexů, chirální separace, bioafinitní chromatografie	125
5.8	Vývoj a optimalizace pracovních podmínek při HPLC.....	125
5.9	Programované a kombinované HPLC separační techniky	126
5.9.1	Gradientová eluce	126
5.9.2	Dvouzměrná kapalinová chromatografie	127
5.10	Závěr.....	130
6	HMOTNOSTNÍ SPEKTROMETRIE	133
6.1	Teoretické základy	133
6.2	Iontové zdroje	133
6.2.1	Elektronová ionizace (EI)	133
6.2.2	Chemická ionizace (CI)	134
6.2.3	Elektrosprej	135
6.2.4	Chemická ionizace za atmosférického tlaku	136
6.2.5	Fotoionizace za atmosférického tlaku (APPI).....	137
6.2.6	MALDI.....	137
6.2.7	Indukčně vázané plazma (ICP)	139
6.3	Analyzátory.....	139
6.3.1	Magnetický analyzátor (B)	139
6.3.2	Elektrostatický analyzátor (ESA, E)	140
6.3.3	Spektrometry s dvojitou fokusací	140
6.3.4	Kvadrupól (Q)	140
6.3.5	Sférická iontová past (3D-IT)	141
6.3.6	Lineární iontová past (LIT)	142
6.3.7	Průletový analyzátor (TOF)	142
6.3.8	Iontová cyklotronová rezonance s Fourierovou transformací (FT-ICR)	143
6.3.9	Orbitrap	144
6.4	Detektory	144
6.5	Vakuový systém	145
6.5.1	Mechanické vývěvy	145
6.5.2	Difuzní vývěva	146
6.6	Tandemová hmotnostní spektrometrie	147
6.6.1	Tandemové hmotnostní spektrometry na bázi sektorových analyzátorů	147
6.6.2	Trojité kvadrupól (QQQ, QqQ)	148
6.6.3	Tandem TOF-TOF	148
6.6.4	Trojité kvadrupól s lineární iontovou pastí (QqQLIT)	148
6.6.5	Q-TOF	148
7	SPOJENÍ CHROMATOGRAFICKÝCH TECHNIK A HMOTNOSTNÍ SPEKTROMETRIE	151
7.1	Spojení plynové chromatografie s hmotnostní spektrometrií (GC/MS)	151
7.2	Instrumentace pro GC/MS	152
7.2.1	GC/MS s kvadrupólem	152
7.2.2	GC/MS se sférickou iontovou pastí	153
7.2.3	GC/MS s trojitým kvadrupólem	153
7.2.4	GC/MS se sektorovými analyzátorý	153
7.2.5	GC/MS s analyzátem doby letu	153
7.3	Spojení kapalinové chromatografie s hmotnostní spektrometrií	153
7.4	Instrumentace pro LC/MS	154

8 ELEKTROSEPARAČNÍ METODY	157
8.1 Kapilární zónová elektroforéza a izotachoforéza	157
8.1.1 Princip	157
8.1.2 Základní pojmy	158
8.1.3 Kapilární zónová elektroforéza	159
8.1.4 Kapilární izotachoforéza	162
8.1.5 Instrumentace	163
8.1.6 Volba elektrolytových systémů	164
8.1.7 Kombinace izotachoforézy a zónové elektroforézy	165
8.1.8 Aplikace	168
8.2 Afinitní kapilární elektroforéza	174
8.2.1 Úvod	174
8.2.2 Princip ACE	174
8.2.3 Vyhodnocení naměřených dat – Scatchardův graf	175
8.2.4 Techniky ACE	176
8.2.4.1 Analýza rovnovážných směsí	177
8.2.4.2 Analýza založená na změně elektroforetických mobilit	179
8.2.4.3 ACE s imobilizovaným ligandem	180
8.2.5 Aplikace ACE	180
8.2.6 Závěr	181
8.3 Gelová elektroforéza	183
8.3.1 Úvod	183
8.3.2 Princip GE	183
8.3.3 Instrumentace	183
8.3.4 Typy gelů	184
8.3.4.1 Agarosový gel	184
8.3.4.2 Polyakrylamidový gel (PAGE)	184
8.3.4.3 Další typy gelů	185
8.3.5 Separační elektrolyt	185
8.3.6 Elektroforéza v polyakrylamidovém gelu s dodecylsulfátem sodným (SDS-PAGE)	185
8.3.7 Detekce	185
8.3.8 Blotting	186
8.3.9 Dvoudimenzionální (2D) gelová elektroforéza	186
8.3.10 Kapilární gelová elektroforéza (CGE)	187
8.3.10.1 DNA sekvenování pomocí kapilární gelové elektroforézy	187
8.3.11 Závěr	188
8.4 Elektrokinetické chromatografické metody	189
8.4.1 Micelární elektrokinetická chromatografie	190
8.4.1.1 Tenzidy používané v micelární elektrokinetické chromatografii	191
8.4.2 Další elektrokinetické chromatografické techniky	193
8.4.3 Instrumentální aspekty spojené s elektrokinetickou chromatografií	193
8.4.4 Aplikace elektrokinetické chromatografie	194
9 ELEKTROANALYTICKÉ METODY	199
9.1 Obecný úvod a rozdělení elektroanalytických metod	199
9.1.1 Struktura mezifází kov/elektrolyt, elektrická dvojvrstva	199
9.1.2 Vznik elektrodového potenciálu	200
9.1.3 Elektrochemický článek	200
9.1.4 Průchod proudu elektrochemickým článkem - kinetika elektrodových reakcí	201
9.1.5 Transportní procesy v elektrochemickém článku	203
9.1.6 Rozdělení elektroanalytických metod	205
9.2 Voltamerická analýza	206
9.2.1 Princip metody	206
9.2.2 Instrumentace	207
9.2.3 Pracovní elektrody	208

9.2.3.1	Rotující disková elektroda.....	210
9.2.3.2	Mikroelektrody a jejich soubory	210
9.2.4	Další komponenty voltametrické cely.....	212
9.2.5	Varianty voltametrických měření	212
9.2.5.1	Diferenční pulsní voltametrije	212
9.2.5.2	Elektrochemická rozpouštěcí voltametrije	213
9.3	Ampérometrie.....	216
9.3.1	Ampérometrické senzory	216
9.3.1.1	Clarkovo kyslíkové čidlo	216
9.3.1.2	Enzymové biosenzory	217
9.3.1.3	Tkáňové a bakteriální biosenzory	219
9.3.2	Ampérometrické detektory	219
9.3.2.1	Průtokové cely	220
9.3.2.2	Pracovní elektrody pro průtoková měření	221
9.3.2.3	Měřící techniky	222
9.3.2.4	Použití ampérometrické detekce v průtokové analýze organických látok	222
9.4	Coulometria	224
9.4.1	Princip metody	224
9.4.2	Inštrumentácia	224
9.4.3	Základy metodiky	225
9.4.4	Modifikované techniky coulometrických analýz	226
9.4.5	Použitie coulometrických meraní pri analýze organických látok	226
9.4.5.1	Elementárna analýza organických látok použitím coulometrie	226
9.4.5.2	Coulometrické titrácie	227
10	SPEKTRÁLNÍ METODY	233
10.1	UV-VIS spektrofotometrie	233
10.1.1	Princip metody	233
10.1.2	Vztah mezi elektronovým spektrem a strukturou molekuly	233
10.1.3	Kvalitativní analýza	238
10.1.4	Kvantitativní analýza	239
10.1.5	Instrumentace	240
10.1.6	Příklady stanovení	241
10.1.6.1	Kapalinová chromatografie	241
10.1.6.2	Analýza vody	241
10.1.6.3	Klinická analýza	242
10.1.6.4	Využití organických činidel pro analýzu organických látok	243
10.1.6.5	Využití organických činidel pro analýzu anorganických látok	243
10.2	Luminiscenční metody	244
10.2.1	Úvod do luminiscenčních metod	244
10.2.2	Instrumentace	246
10.2.3	Příklady aplikací	247
10.3	Infračervená spektroskopie	248
10.3.1	Princip	248
10.3.2	Jak měřit infračervená spektra	249
10.3.3	Co lze vyčíst z infračervených spekter	250
10.3.4	Vybrané aplikace FT-IR spektrometrie	256
10.3.4.1	Ropné látky	256
10.3.4.2	FT-IR tribodiagnostika	257
10.3.4.3	FT-IR analýza plynů	258
10.4	Ramanova spektrometrie	264
10.4.1	Teoretické základy	264
10.4.2	Experimentální uspořádání	266
10.4.3	Aplikace Ramanovy spektrometrie	269

10.4.3.1	Identifikace neznámých látek.....	269
10.4.3.2	Identifikace polymorfů, solvátů a solí	270
10.4.3.3	Ramanovo mapování a zobrazování.....	271
10.4.3.4	Další příklady aplikací Ramanovy spektrometrie.....	272
11	NUKLEÁRNÍ MAGNETICKÁ REZONANCE.....	275
11.1	Princip metody	275
11.2	Instrumentace	275
11.3	Interpretace spekter	276
11.3.1	Příklad interpretace 1D spekter	276
11.3.2	Příklad interpretace 2D spekter	278
11.4	^{15}N NMR spektroskopie	282
11.4.1	Způsoby měření ^{15}N NMR spekter v roztoku	284
11.4.2	Přístrojové vybavení pro měření ^{15}N NMR spekter.....	285
11.4.3	Standardy v ^{15}N NMR	285
11.4.4	Interpretace ^{15}N NMR spekter.....	285
11.4.5	Speciální kvantitativní analýza.....	289
12	MOBILNÍ SPEKTRÁLNÍ ANALYZÁTORY.....	293
12.1	Členění podle technik a vybraných aplikací	293
12.2	Ramanova spektrometrie	293
12.2.1	Nejrozšířenější aplikace mobilních Ramanových spektrometrů	297
12.2.1.1	Bezpečnostní aplikace – detekce nebezpečných látek	297
12.2.1.2	Mobilní detekce narkotik a jejich prekurzorů.....	298
12.2.1.3	Kontrola pozitivní shody vstupních surovin ve farmac. a kosmetickém průmyslu.....	299
12.2.1.4	Detekce padělků léčiv	300
12.3	Infračervená spektrometrie ve střední oblasti	301
12.4	NIR spektrometrie	303
13	PŘÍKLADY APLIKACÍ ANALYTICKÝCH METOD PODLE SKUPIN ANALYTŮ.....	305
13.1	Polychlorované bifenyly (PCB)	305
13.1.1	Charakteristika PCB	305
13.1.2	Analytická chemie PCB.....	307
13.1.2.1	Konkrétní výsledky a poznatky z analýz PCB	308
13.2	Polybromované difenylethery (PBDE).....	317
13.2.1	Charakteristika PBDE.....	317
13.2.2	Fyzikálně chemické vlastnosti PBDE	317
13.2.3	Průmyslové využití PBDE.....	318
13.2.4	Výskyt PBDE v ŽP	319
13.2.5	Toxikologické účinky PBDE	320
13.2.6	Analytické aspekty stanovení PBDE	320
13.2.6.1	Přečištění vzorku (clean-up)	321
13.2.6.2	Gelová permeační chromatografie	322
13.2.6.3	Adsorpční chromatografie.....	322
13.2.6.4	Dialýza	322
13.2.6.5	Saponifikace	322
13.2.6.6	Oxidativní dehydratace	322
13.2.6.7	Frakcionace/skupinová separace sledovaných analytů.....	323
13.2.6.8	Konkrétní výsledky a poznatky z analýz PBDE	323
13.3	Uhlovodíky C ₁₀ - C ₄₀ nebo NEL.....	329
13.3.1	Principy metod	329
13.3.2	C ₁₀ - C ₄₀ nebo NEL ?	329
13.3.3	Rozdíly	329
13.3.4	Úskalí postupu	329
13.3.5	Vyhodnocení	330
13.3.6	Závěr	330

13.4 Molekulová spektrometrie polymerů.....	330
13.4.1 Hlavní oblasti použití	330
13.4.1.1 Identifikace polymerů	331
13.4.1.2 Struktura, krystalinita, hustota	332
13.4.1.3 Orientace.....	334
13.4.1.4 Přísady, plniva, pigmenty.....	334
13.4.1.5 Nehomogenity v polymerech.....	335
13.4.1.6 Reakční monitoring a stárucí polymerů	336
13.5 Methanol	337
13.5.1 Výskyt a toxicita metanolu	337
13.5.2 Důkazy metanolu.....	337
13.5.3 Instrumentální metody stanovení metanolu	338
13.6 Mykotoxiny v biologickém materiálu	343
13.6.1 Charakteristika mykotoxinů.....	343
13.6.2 Charakteristika biomarkerů mykotoxinů	344
13.6.3 Analytické stanovení mykotoxinů	346
13.6.4 Zabezpečení kvality analytických výsledků.....	348
13.6.5 Dekontaminace vybraných mykotoxinů	350
13.7 Léčiva a drogy ve vodách.....	353
13.7.1 Výskyt humánních léčiv v pitných vodách v České republice	353
13.7.1.1 Úvod	353
13.7.1.2 Metodika	353
13.7.1.3 Výsledky a diskuse	356
13.7.1.4 Závěr	357
13.7.2 Drogy v odpadních vodách.....	359
13.7.2.1 Úvod	359
13.7.2.2 Výběr sledovaných lokalit a látek	359
13.7.2.3 Zpracování vzorku	360
13.7.2.4 Odběr a analýza vzorků.....	360
13.7.2.5 Průběžné výsledky projektu	362
13.7.2.6 Příklad a způsob využití výsledků analýz odpadních vod	362
13.7.2.7 Závěry	364
13.8 Analýza polyfenolů	367
13.8.1 Úvod do oblasti polyfenolických látek	367
13.8.2 Extrakce polyfenolů z analyzovaného materiálu	368
13.8.3 Moderní extrakční postupy	370
13.8.4 Úprava a přečištění extraktů polyfenolů	370
13.8.5 Postupy v analýze polyfenolů	371
13.8.5.1 Metody pro analýzu celkových polyfenolů	371
13.8.5.2 Separační metody v analýze polyfenolů.....	371
13.8.5.3 Přímá analýza flavonoidů hmotnostní spektrometrií s ionizací MALDI a DESI.....	377
13.8.5.4 Identifikace polyfenolů pomocí nukleární magnetické rezonance a spojení LC/NMR	378
13.9 Syntetické vonné látky	380
13.9.1 Charakteristika syntetických vonných látek.....	380
13.9.2 Fyzikálně-chemické a environmentální vlastnosti musk sloučenin.....	381
13.9.3 Musk sloučeniny ve spotřebních produktech	383
13.9.4 Musk sloučeniny v životním prostředí	383
13.9.5 Toxicita a metabolizace musk sloučenin	384
13.9.6 Analytické stanovení musk sloučenin.....	384
13.9.6.1 Konkrétní výsledky a poznatky z analýz musk sloučenin	386
14 PŘÍKLADY APLIKACÍ ANALYTICKÝCH METOD V RŮZNÝCH OBLASTECH	393
14.1 Kontrola životního prostředí	393
14.1.1 Vody.....	393
14.1.1.1 Metody analýzy organických látek ve vodách (principy, přehled)	395
14.1.2 Ovzduší	396

14.1.2.1 Venkovní (vnější) ovzduší (imise)	396
14.1.2.2 Emise	397
14.1.2.3 Ovzduší pobytových místností	399
14.1.2.4 Pracovní ovzduší	399
14.1.2.5 Půdní vzduch (atmogeochemický průzkum)	400
14.1.3 Odpady a kaly.....	400
14.1.4 Půda a sedimenty	401
14.2 Organická analýza v chemickém průmyslu.....	404
14.2.1 Specifika analýzy v chemickém průmyslu.....	404
14.2.2 Výroba polypropylenu	405
14.2.3 Hodnocení vlastností petrochemických surovin a produktů pomocí NIR	406
14.2.3.1 Hodnocení jakosti primárních benzínů.....	406
14.2.3.2 Hodnocení aplikační vhodnosti vakuového destilátu z hydrokrakování.....	407
14.2.3.3 Hodnocení typového složení vakuového destilátu z hydrokrakování	408
14.2.3.4 Hodnocení strukturního složení blokových kopolymerů polypropylenu	408
14.2.4 Výroba kaprolaktamu	409
14.2.5 Výroba generátorového plynu zplyňováním biomasy	411
14.3 Klinická biochemie a toxikologie.....	413
14.3.1 Klinická biochemie.....	413
14.3.1.1 Glukosa v krvi (v séru).....	413
14.3.1.2 Močovina v séru.....	413
14.3.1.3 Kreatinin v séru.....	414
14.3.1.4 Kyselina močová v séru	414
14.3.1.5 Cholesterol celkový v séru	414
14.3.1.6 Bilirubin celkový v séru	414
14.3.1.7 Gamaglutamyltransferasa (GMT) v séru	415
14.3.1.8 Alaninaminotransferasa a aspartáminotransferasa (ALT a AST) v séru	415
14.3.1.9 Albumin v moči (mikroalbuminurie)	415
14.3.1.10 Celková bílkovina v séru.....	416
14.3.1.11 Elektroforesa bílkovin krevního séra	416
14.3.1.12 Brdičkova filtrátová reakce	417
14.3.1.13 Fehlingova reakce	417
14.3.2 Toxikologie	418
14.3.2.1 Toxikologická analýza	418
14.3.2.2 Průmyslová toxikologie	419
14.4 Kriminalistické a celní laboratoře	420
14.4.1 Kriminalistické a forenzní aplikace metod organické chemické analýzy	420
14.4.1.1 Subjekty kriminalistické a forenzní chemie	421
14.4.1.2 Objekty kriminalistickotechnické expertizy organických látek	421
14.4.1.3 Separační metody	421
14.4.1.4 Spektroskopické metody	423
14.4.2 Stanovení organických látek v Celně technické laboratoři	424
14.4.2.1 Úkoly Celně technické laboratoře	424
14.4.2.2 Používané analytické metody.....	424