



národní
úložiště
šedé
literatury

Kombinace HPLC a NMR detekce

Sýkora, Jan
2012

Dostupný z <http://www.nusl.cz/ntk/nusl-115910>

Dílo je chráněno podle autorského zákona č. 121/2000 Sb.

Tento dokument byl stažen z Národního úložiště šedé literatury (NUŠL).

Datum stažení: 03.06.2024

Další dokumenty můžete najít prostřednictvím vyhledávacího rozhraní [nusl.cz](http://www.nusl.cz) .

pro charakterizaci dvou typů nanoobjektů: uhlíkových kvantových teček² a magnetických nanočástic⁴. Bylo studováno jejich chování v prostředí různých elektrolytů (vliv iontů elektrolytu, pH, iontové síly, aditiv), vliv teploty a interakce těchto nanoobjektů s proteiny. Porovnání výsledků s dalšími fyzikálně-chemickými metodami charakterizace nanoobjektů pak jednoznačně ukázalo, že kapilární elektroforezou lze efektivně využít pro charakterizace nanoobjektů, a navíc že poskytuje další neocenitelné informace o těchto nanoobjektech.

Tato práce vznikla za podpory projektů MŠMT (projekt OP Vavpl – ERDF CZ.1.05/2.1.00/03.0058 a projekt OP VK – ESF CZ.1.07/2.3.00/20.0018) a projektu ÚP PTF_2012_020.

LITERATURA

1. Petr J., Maier V.: Trends Anal. Chem. 31, 9 (2012).
2. Radko S. P., Chrambach A.: Electrophoresis 23, 1957 (2002).
3. Bourinos A. B., Zbořil R., Petr J., Bakandritsos A., Krysmann M., Giannelis E. P.: Chem. Mater. 24, 6 (2012).
4. Petr J., Tesle B., Descroix S., Sjaugue J.-M., Gareil P., Varemne A.: Electrophoresis 31, 2754 (2010).

IL-12

KOMBINACE HPLC A NMR DETEKCE

JAN SYKORA

*Ústav chemických procesů AV ČR, v. v. i., Rozvojová 135, 165 02 Praha 6
sykora@icpf.cas.cz*

Již je tomu deset, kdy byla v České republice uvedena do provozu první a dosud jediná kombinace HPLC-NMR. Tato metoda byla vyvinuta na konci 70. let minulého století v Německu a od té doby se rozšířila do laboratoří po celém světě. Můžeme ji nalézt v R&D laboratořích farmaceutických firem, ale i státních výzkumných institucích. Nejčastěji využití zde LC-NMR nachází při analýzách přírodních látek, při kontrole výroby léčiv nebo analýzách jejich metabolitů v velkých tekutinách¹.

V centrální LC-NMR laboratoři, zřízené na Ústavu chemických procesů, převážně naplňujeme požadavky našich výzkumných skupin. Jedná se o analýzy reakčních směsí, kde tato metoda pomáhá stanovit zastoupení požadovaných produktů, výrazně tak urychluje hledání optimálních reakčních podmínek. Metoda se například osvědčila při analýzách cyklických reakcí, kdy běžně vznikají směsi různých isomerů, které se jinými metodami dají jen těžko rozlišit². NMR se plně uplatňuje jako kvantitativní metoda detekce při analýzách rostlinných extraktů³ nebo látek s nízkou UV absorpcí^{4,5}, případně látek obtížně separovatelných. LC-NMR dokáže rozlišit i několik látek (opět často isomerů) v případné koeluci.

LC-NMR je odbornou veřejností vnímána jako poslední naděje při identifikaci neznámé látky v komplikované směsi. I proto se na nás během naší desetileté praxe obrátila řada domácích výzkumných pracovišť a vysokých škol. Některé z výsledků vzniklých díky takové spolupráci budou rovněž prezentovány.

Tato práce je v současné době podporována grantem TAČR TA01010646.

LITERATURA

1. Albert K. (ed) On-line: LC-NMR and Related Techniques. J. Wiley, Chichester 2002.
2. Stoch J., Sýkora J., Čermák J., Karban J., Čisarová I., Růžicka A.: J. Org. Chem. 74, 3090 (2009).
3. Sýkora J., Bernásek P., Zarevucká M., Kurfürst M., Sovová H., Schraml J.: J. Chromatogr. A 1139, 152 (2007).
4. Biechta V., Sýkora J., Heřtíeš J., Šabata S., Schraml J.: Magn. Reson. Chem. 44, 7 (2006).
5. Biechta V., Kurfürst M., Sýkora J., Schraml J.: J. Chromatogr. A 1145, 175 (2007).

IL-13

NOVÝ TYP MIKROEXTRAKČNÍ TECHNIKY KAPALINY KAPALINOU S VUŽITÍM PŘÍPRAVKU VE TVARU ZVONU

RADOMÍR ČABALA a MIROSLAVA BURSOVÁ

*Univerzita Karlova v Praze, Přírodovědecká fakulta, Katedra analytické chemie, Hlavova 8, 128 43 Praha 2
cabala@natur.cuni.cz*

Princip nové mikroextrakční techniky nazvané „Bell-Shaped Extraction Device Assisted Liquid-Liquid MicroExtraction“ (BSED-LLME)¹ je založen na extrakci vodného vzorku (objem řádově ml) velmi malým objemem (desítky až stovky μ l) extrakčního rozpouštědla nemísitelného s vodou a o hustotě menší než má voda. Klíčovou roli zde hraje přípravek zvonovitého tvaru, jehož úkolem je: (a) udržet po celou dobu extrakce rozpouštědlo ve svém vnitřku na hladině intenzivně míchaného roztočku a (b) umožnit snadné dávkování a odběr rozpouštědla před a po extrakci. Během extrakce je rozpouštědlo díky intenzivnímu míchání rozprostřeno v přípravku do velké plochy na hladině víru vzorku, což přispívá k urychlení extrakce. Specifický tvar BSED dále přispívá k reprodukovatelnému a téměř bezztrátovému odběru rozpouštědla po ukončení extrakce. Schematicky je princip a postup mikroextrakce zobrazen na obr. 1 (dávkování rozpouštědla mikrosifikačkou – B, extrakce – C, odběr rozpouštědla k analýze – D).

Metoda BSED-LLME byla testována při stanovení skupiny analytů o různé polaritě z vodných vzorků. Extrakční rozpouštědlo bylo po extrakci analyzováno metodou GC-MS.

Technika BSED-LLME byla optimalizována metodou odezrové plochy (RSM), která pomocí statistických postupů (screening, modelování a optimalizace) poskytuje nejvhodnější nastavení experimentálních podmínek celé mikroextrakce.

Postupu mikroextrakce a vlastního přípravku udělili Úřad průmyslového vlastnictví dne 7. 12. 2011 patent č. 302841.

Tato práce vznikla za podpory Grantové agentury Univerzity Karlovy v Praze (č. GAUK 21210) a projektu SVV 2012-265201.