

Univerzita Pardubice
Fakulta chemicko-technologická
Katedra analytické chemie

**Analýza těkavých organických látek v přírodních
matricích metodou HS-SPME/GC-MS**

Silvie Surmová

Disertační práce

2018

Prohlašuji:

Tuto práci jsem vypracoval samostatně. Veškeré literární prameny a informace, které jsem v práci využil, jsou uvedeny v seznamu použité literatury. Byl jsem seznámen s tím, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména se skutečností, že Univerzita Pardubice má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona, a s tím, že pokud dojde k užití této práce mnou nebo bude poskytnuta licence o užití jinému subjektu, je Univerzita Pardubice oprávněna ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložila, a to podle okolností až do jejich skutečné výše. Beru na vědomí, že v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, a směrnicí Univerzity Pardubice č. 9/2012, bude práce zveřejněna v Univerzitní knihovně a prostřednictvím Digitální knihovny Univerzity Pardubice.

V Pardubicích dne 2.8.2018

Surmová Silvie

Poděkování:

Na tomto místě bych ráda poděkoval všem, kteří mě jakýmkoliv způsobem pomáhali a podporovali během doktorského studia.

Obzvlášť bych chtěla poděkovat vedoucím práce, a to prof. Ing. Karlu Venturovi a Ing. Alešovi Eisnerovi, PhD. a Ing. Tomáši Bajerovi, Ph.D. za vedení a ochotu pomoci během studia. Dále bych chtěla poděkovat, doc. Ing. Petře Bajerové, PhD., doc. Ing. Martinu Adamovi, PhD. a všem kolegům za jejich věcné rady a připomínky a vytvoření příjemné pracovní atmosféry na katedře.

Poděkování především náleží moji rodině a přáteli za jejich podporu, trpělivost a shovívavost.

ANOTACE

Disertační práce je zaměřena na analýzu těkavých organických látek ve vzorcích přírodního materiálu. Zabývá se aplikací prekoncentračních technik, extrakčních technik (mikroextrakce tuhou fází, destilace, extrakce nadkritickou tekutinou) a použitím analytických separačních metod pro identifikaci, příp. semikvantifikaci těkavých sloučenin charakteristických pro některé přírodní materiály či produkty z nich vyrobené.

Teoretická část disertační práce je věnována poznatkům o silicích, principům a aplikacím extrakčních metod. Poměrná část práce je soustředěna na mikroextrakci tuhou fází, jež je prioritní extrakční metodou v disertační práci. Rovněž je v práci obsáhlá část o plynové chromatografii ve spojení s hmotnostní spektrometrií.

Experimentální část disertační práce je rozdělena na tři hlavní kapitoly, kterými jsou problematika extrakce těkavých sloučenin přítomných v okvětních lístcích růží, analýza různých druhů alkoholických nápojů a charakterizace profilu těkavých látek tonkových bobů. Základní informace o zkoumaných maticích jsou vypsány v teoretické části práce, v praktické části jsou uvedeny použité chemikálie, přístroje a analytické postupy, včetně jejich optimalizace. Každá kapitola obsahuje vlastní sekci, kde jsou diskutovány dosažené výsledky, z nichž některé byly publikovány v odborných zahraničních časopisech.

KLÍČOVÁ SLOVA

HS-SPME/GC-MS, růže, alkoholické nápoje, tonkové boby, *Dipteryx odorata*

TITLE

Analysis of volatile Organic Compounds in Natural Matrices by HS-SPME/GC-MS

ANNOTATION

This thesis is about the analysis of volatile organic compounds in natural samples. It is focused on the application of preconcentration techniques, extraction techniques (for example, solid-phase microextraction, distillation or supercritical fluid extraction) and the application of analytical separation techniques for the identification and semi-quantification of volatile compounds typically found in natural materials, or products made from them.

The theoretical part deals with theoretical knowledge of essential oils, along with the principles and applications of extraction methods. A dominant technique in this thesis is solid-phase microextraction, so a section is dedicated to this accordingly. There is also an extensive part about gas chromatography-mass spectrometry.

The experimental part of the thesis is divided into three main chapters: the extraction of compounds present in rose petals, the analysis of different kinds of alcoholic beverages, and the aroma-profile characterization of volatile compounds found in tonka beans (*Dipteryx odorata*). The theoretical part of the thesis contains the basic information about that which has been studied, and the practical part contains the chemicals, instruments and analytical procedures used. Each chapter contains its own section where the results are discussed, some of which have been published in professional foreign journals.

KEYWORDS

HS-SPME/GC-MS, roses, alcoholic beverages, tonka beans, *Dipteryx odorata*

OBSAH

CÍLE PRÁCE	13
1 ÚVOD.....	14
2 TEORETICKÁ ČÁST.....	15
2.1 Těkavé látky v rostlinném materiálu.....	15
2.2 Biologická aktivita látek	15
2.3 Syntetické vonné látky	15
2.4 Chemické složení	16
2.4.1 Terpeny, terpenoidy.....	16
2.4.2 Alkoholy a jejich deriváty.....	17
2.4.3 Karbonylové sloučeniny	17
2.4.4 Estery	18
2.4.5 Další sloučeniny.....	18
2.5 Získávání silic	19
2.5.1 Destilace s vodní parou.....	19
2.5.2 Hydrodestilace	20
2.5.3 Extrakce nadkritickou tekutinou	21
2.6 Růže.....	22
2.7 Alkoholické nápoje.....	23
2.7.1 Historie	23
2.7.2 Rozdělení alkoholických nápojů.....	23
2.7.3 Ovocné destiláty	24
2.8 Tonkové boby	25
2.9 Extrakce látek.....	26
2.9.1 Extrakční a mikroextrakční techniky	26
2.9.2 Mikroextrakce tuhou fází.....	27
2.9.2.1 Mikroextrakce tuhou fází na vlákno.....	27
2.9.2.2 Stacionární fáze	28
2.9.2.3 Sorpce analytů.....	29
2.9.2.4 Desorpce analytů.....	30
2.9.2.5 Extrakční podmínky	30
2.9.2.6 Modifikace mikroextrakce tuhou fází	31
2.9.2.7 Další mikroextrakční techniky	33
2.9.3 Extrakce tuhou fází.....	34
2.9.4 Extrakce plynem	36
2.10 Separační metody	37
2.10.1 Konvenční plynová chromatografie s hmotnostní spektrometrií	37
2.10.2 Multidimenzionální plynová chromatografie.....	37
2.10.2.1 „Heart-cut“ GC (2D-GC).....	39
2.10.2.2 Komprehenzivní dvoudimenzionální GC (GC×GC).....	39
2.10.3 Další techniky detekce těkavých látek	41
2.10.3.1 Plynová chromatografie - olfaktometrie.....	41
2.10.3.2 Elektronický nos.....	43
2.11 Statistická analýza	44
2.11.1 Statistické plánování experimentu	44
2.11.1.1 Úplný faktorový plán a centrálně kompozitní plán	45
2.11.1.2 Neúplný faktorový plán.....	46
2.11.1.3 Hvězdicový plán.....	47
2.11.2 Vícerozměrná statistická analýza.....	47
2.11.2.1 Analýza hlavních komponent.....	47
2.11.2.2 Faktorová analýza	48
2.11.2.3 Diskriminační analýza.....	48
2.11.2.4 Shluková analýza	49
2.12 Výpočet retenčních indexů separovaných látek	51
3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	52
3.1 Okvětní lístky růží.....	52

3.1.1	Experimentální část	52
3.1.1.1	Chemikálie	52
3.1.1.2	Vzorky	52
3.1.1.3	Příprava vzorku	52
3.1.1.4	HS-SPME	53
3.1.1.5	GC-MS	53
3.1.2	Výsledky a diskuze	54
3.1.2.1	Optimalizace extrakčních podmínek	54
3.1.2.2	Reálné vzorky	63
3.2	Alkoholické nápoje I – ovocné destiláty	81
3.2.1	Experimentální část	81
3.2.1.1	Chemikálie	81
3.2.1.2	Vzorky	81
3.2.1.3	Příprava vzorku	82
3.2.1.4	GC-MS	82
3.2.2	Výsledky a diskuze	83
3.2.2.1	Optimalizace HS-SPME podmínek	83
3.2.2.2	Reálné vzorky	87
3.2.2.3	Srovnání aroma-profilů ovocných destilátů	112
3.3	Alkoholické nápoje II	113
3.3.1	Experimentální část	113
3.3.1.1	Chemikálie	113
3.3.1.2	Vzorky	113
3.3.1.3	Příprava vzorku	113
3.3.1.4	E-nos	113
3.3.2	Výsledky a diskuze	114
3.3.2.1	Analýza hlavních komponent	114
3.3.3	Diskriminační analýza	115
3.3.4	Měkké nezávislé modelování třídy analogie	116
3.4	Tonkové boby	119
3.4.1	Experimentální část	119
3.4.1.1	Vzorky	119
3.4.1.2	Chemikálie	119
3.4.2	Příprava vzorku	119
3.4.2.1	HS-SPME	119
3.4.2.2	Simultální destilace-extrakce	119
3.4.2.3	Extrakce nadkritickou tekutinou	120
3.4.2.4	GC-MS analýza	120
3.4.2.5	GC-FID analýza	120
3.4.3	Výsledky a diskuze	121
3.4.4	Optimalizace HS-SPME podmínek při konstantní teplotě	121
3.4.5	Optimalizace extrakce nadkritickou tekutinou	122
3.4.6	Aroma-profil extraktu tonkových bobů	122
4	ZÁVĚR	136
5	LITERATURA	138
	PŘÍLOHY	158

SEZNAM ILUSTRACÍ

Obr. 1 Pandán	19
Obr. 2 Destilace vodní parou	20
Obr. 3 Clavengerova aparatura pro hydrodestilaci	20
Obr. 4 Aparatura pro SFE	21
Obr. 5 Tonkové boby	25
Obr. 6 Extrakční metody pro vodné roztoky	27
Obr. 7 Zařízení pro SPME	28
Obr. 8 Způsoby sorpce analytů	29
Obr. 9 Srovnání SPME a IT-SPME	32
Obr. 10 Tenký film ve formátu 96 listů	33
Obr. 11 Experimentální uspořádání SDME	34
Obr. 12 Twister míchadla	34
Obr. 13 Dávkování vzorku na A) klasickou SPE kolonku, B) na disk	35
Obr. 14 Schéma SPE	36
Obr. 15 Spojení GC-MS	37
Obr. 16 Schéma MDGC systému	38
Obr. 17 "Heart-cut" GC	39
Obr. 18 Čichací kužel	42
Obr. 19 Srovnání rel. konc. sloučenin v zeleném a praženém čaji pro stonky a listy	43
Obr. 20 Elektronický nos	44
Obr. 21 Schéma úplného faktorového plánu (A) a CCD (B) pro tři faktory	46
Obr. 22 Použití dvojného grafu pro analýzu různých esenciálních citrusových olejů	48
Obr. 23 Graf diskriminačního skóre pro vzorky kávy a čtyř geografických oblastí	49
Obr. 24 Shluková analýza esenciální olejů koření oregana	50
Obr. 25 Fáze přípravy vzorku	53
Obr. 26 Porovnání chromatogramů extraktů pro obě vlákna pro vzorek R. Mariyo	56
Obr. 27 Paretův graf efektů pro DVB/CAR/PDMS vlákno (počty píků)	58
Obr. 28 Paretův graf efektů pro DVB/CAR/PDMS vlákno (suma ploch píků)	58
Obr. 29 Paretův graf efektů pro PDMS vlákno (počty píků)	59
Obr. 30 Paretův graf efektů pro PDMS vlákno (suma ploch píků)	59
Obr. 31 Profily pro před. a vhodnost jedn. faktorů pro DVB/CAR/PDMS vlákno	60
Obr. 32 RSM ve 3D (vlevo) a 2D (vpravo) pro DVB/CAR/PDMS vlákno	61
Obr. 33 Chemické složení okvětních lístků v %	76

Obr. 34 Aroma-profily jednotlivých extraktů růží.....	80
Obr. 35 GC-MS chromatogram jablekvice.....	83
Obr. 36 PCA ovocných destilátů	107
Obr. 37 Catellův indexový graf úpatí vlastních čísel.....	107
Obr. 38 Srovnání aroma-profilů jednotlivých vzorků pomocí bublinového grafu.....	109
Obr. 39 Ukázka některých analyzovaných nápojů pomocí elektronického nosu.....	113
Obr. 40 E-nos.....	114
Obr. 41 PCA alkoholických nápojů II	115
Obr. 42 DFA alkoholických nápojů II.....	115
Obr. 43 SIMCA alkoholických nápojů II (ref. sk. ovocné destiláty).....	116
Obr. 44 SIMCA alkoholických nápojů II (ref. sk. koňak).....	117
Obr. 45 SIMCA alkoholických nápojů II (ref. sk. likéry)	117
Obr. 46 SIMCA alkoholických nápojů II (ref. sk. vodka).....	118
Obr. 47 Metoda odezvové plochy pro CAR/PDMS vlákno	122
Obr. 48 Skupiny ident. těkavých sloučenin v extraktech získaných použitím metod	123
Obr. 49 Srovnání chromatogramů extraktů získaných různými extrakčními metodami....	124
Obr. 50 Relativní podíl jednotlivých skupin těkavých látek	124

SEZNAM TABULEK

Tab. 1 Počet pokusů pro úplný faktorový plán a CCD.....	45
Tab. 2 Srovnání úplného a neúplného fakt. plánu se třemi faktory na dvou úrovních.....	46
Tab. 3 Návrh experimentu	55
Tab. 4 Výsledky optimalizace pro PDMS a DVB/CAR/PDMS vlákno.....	57
Tab. 5 Centrální kompozitní plán	63
Tab. 6 Složení extraktů růžových plátků	65
Tab. 7 Vzorčky ovocných destilátů	81
Tab. 8 Výsledky HS-SPME/GC-MS analýzy pro dvě SPME vlákna.....	84
Tab. 9 Centrální kompozitní plán pro 100 μm PDMS vlákno.....	85
Tab. 10 Analýza centrálního kompozitního experimentu.....	87
Tab. 11 Těkavé sloučeniny ident. v aroma-profilu ovoc. destilátů vyrob. z peckovin.....	88
Tab. 12 Těkavé sloučeniny identifikované v aroma-profilu ovocných destilátů.....	97
Tab. 13 Zastoupení skupin těkavých složek v aroma-profilu vzorků ovocných destilátů..	106
Tab. 14 Výsledky HS-SPME/GC-MS analýzy s použitím tří různých SPME vláken	121
Tab. 15 Složení těkavého olejového extraktu z květů <i>Dipteryx odorata</i>	125
Tab. 16 Těkavé slouč. ident. v extraktech tonkových b. přípr. různými způs. extrakce	127

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

1D-GC	Jednorozměrná plynová chromatografie
2D-GC	Dvourozměrná plynová chromatografie
AED	Atomový emisní detektor
AEDA, AECA	GC/O technika zkoumající zřed'ovací práh
CAR/DVB	Carboxen/divinylbenzen
CAR/PDMS	Carboxen/polydimethylsiloxan
CCD	Centrálně kompozitní design
CE	Kapilární elektroforéza
CI	Chemická ionizace
CLU	Klastrová analýza
CO ₂	Oxid uhličitý
DFA	Diskriminační analýza
DI-SPME	Přímá SPME
DOE	Metoda plánování experimentu
DVB/CAR/PDMS	Divinylbenzen/Carboxen/Polydimethylsiloxan
EG	Ethylenglykol
EI	Elektronová ionizace
FA	Faktorová analýza
FD	Faktor ředěného aroma
FDA	Úřad pro kontrolu potravin a léčiv
FID	Plamenově-ionizační detektor
FPD	Plamenově-fotometrický detektor
FTIR	Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací
GC	Plynová chromatografie
GC/MS	Plynová chromatografie ve spojení s hmotnostní spektrometrií
GC/O	Plynová chromatografie ve spojení s olfaktometrií
GC×GC	Komprehenzivní dvoudimenzionální plynová chromatografie
GC×GC-TOF-MS	Komprehenzivní plynová chromatografie ve spojení s hmotnostním detektorem
GC/FID	Plynová chromatografie ve spojení s plamenově-ionizačním detektorem
HD	Hydrodestilace
HPLC	Vysokoučinná kapalinová chromatografie
HPLC/MS	Vysokoučinná kapalinová chromatografie ve spojení s hmotnostní spektrometrií
HS	Head-space
HS-SPME	Head-space SPME
HS-SPME/GC/MS/MS	Head-space ve spojení s mikroextrakcí tuhou fází/plynovou chromatografií/hmotnostní spektrometrií/hmotnostní spektrometrií
HS-SPME/GC-MS	Head-space ve spojení s mikroextrakcí tuhou fází/plynovou chromatografií a hmotnostní spektrometrií
IARC	Mezinárodní skupina pro výzkum rakoviny
ICP-MS	Hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem
IT-SPME	Kapilární SPME

LLE	Extrakce kapalina-kapalina
LPME	Mikroextrakce kapalina-kapalina
LR	Logistická regrese
MDGC, GC-GC	Multidimenzionální plynová chromatografie
MDS	Mapování objektů vícerozměrným škálováním
MS	Hmotnostní spektrometrie
Na ₂ SO ₄	Síran sodný
NaCl	Chlorid sodný
NIF, SNIF	GC/O technika zkoumající četnosti detekce
NMR	Nukleární magnetická rezonance
OSME	GC/O technika zkoumající intenzitu vonných sloučenin
P&T	Purge & Trap
PA	Polyakrylát
PCA	Analýza hlavních komponent
PDMS	Polydimethylsiloxan
PDMS/DVB	Polydimethylsiloxan/divinylbenzen
PP	Počet píků
RI	Retenční index
RSM	Metoda odezvové plochy
SBSE	Sorpční extrakce na míchadle
SD	Destilace s vodní parou
SDE	Simultánní destilace-extrakce
SDME	Mikroextrakce jednou kapkou
SFE	Extrakce nadkritickou tekutinou
SIMCA	Měkké nezávislé modelování třídy analogie
SPE	Extrakce tuhou fází
SPME	Mikroextrakce tuhou fází
TDS/TDU	Termodesorpční systém/jednotka
TFME, TF-SPME	SPME tenkého filmu
TIC	Celkový iontový proud
VOCs	Těkavé organické látky

CÍLE PRÁCE

Hlavním cílem předložené disertační práce byla izolace organických těkavých látek pomocí dvou prekoncentračních technik, tj. head-space (HS) a mikroextrakce tuhou fází (SPME) a jejich stanovení metodou plynové chromatografie s hmotnostní detekcí (GC-MS). Pozornost byla kladena především na problematiku optimalizace experimentálních podmínek pro použité extrakční techniky a následnou aplikaci vzniklé metody na reálné vzorky. V rámci praktické části disertační práce byly zkoumány různé přírodní matrice. Disertační práce je zaměřena na analýzu růžových okvětních lístků, alkoholických nápojů a tonkových bobů. Získané extrakty byly podrobeny GC-MS analýze a identifikované sloučeniny byly semikvantifikovány.

1 Úvod

Rostliny, ovoce a zelenina jsou nezbytné pro lidský život i jeho zdraví. Hrají významnou roli díky obsahu vitamínů, minerálů, stopových prvků a řady dalších důležitých složek vyskytující se v rostlinných materiálech. Součástí rostlin jsou i těkavé a polotěkavé látky, které jsou rovněž důležité v procesu růstu rostlin, konkurenci mezi rostlinami, ochraně rostlin před hmyzími škůdci, krmení býložravců apod. Kromě toho, na ochranu rostlin se používají chemické látky ve formě postřiků, jako jsou například insekticidy nebo fungicidy. Dále do styku s rostlinami přichází i organické znečišťující látky. Mezi tyto polutanty patří například pesticidy, které vstupují do rostlin z okolního prostředí a mohou mít negativní účinky na lidské zdraví. Proto analýza těkavých a polotěkavých sloučenin, sekundárních metabolitů a pesticidů v rostlinách nabyla na významu. Koncentrace těkavých a polotěkavých sloučenin v rostlinách jsou velmi nízké ve srovnání s hlavními složkami rostlin (jako jsou lipidy, bílkoviny a sacharidy). Rostlinná matrice je velmi složitá, a proto je nezbytné zvolit správnou analytickou metodu [1].

V posledních letech se používají mikroextrakční techniky pro stanovení těkavých látek. Vyznačují se jednoduchým použitím, vysokou citlivostí, krátkou dobou předúpravy vzorku, možností použití nízkého objemu rozpouštědla, příp. možností rozpouštědlo úplně vynechat. Dále je tyto metody možné automatizovat a aplikovat na matrice různého skupenství. Techniky mikroextrakce se proto stávají atraktivním nástrojem pro zakoncentrování těkavých a polotěkavých sloučenin z rostlinných matric [1].

V roce 1990 byla Pawliszynem a kol. vyvinuta metoda mikroextrakce tuhými fázemi (solid phase microextraction, SPME). Tato metoda byla velmi rychle přijata na základě svých výhod a stala se ve spojení s chromatografickými metodami jednou z nejrozšířenějších technik v různých oblastech analytické chemie. Mezi její výhody patří jednoduchost, miniaturizovaná forma a díky eliminaci rozpouštědel se řadí mezi metody zelené chemie. SPME se dále vyznačuje kombinací vzorkování, extrakce, zakoncentrování, čištění a dávkování extraktu do chromatografu v jediném kroku. Dále je možné SPME kombinovat i s jinými metodami, například head-space extrakcí (HS) a zapojit ji do automatizovaného procesu [1, 2].

2 Teoretická část

2.1 Těkavé látky v rostlinném materiálu

V rostlinách se těkavé látky vyskytují v podobě silic. V literatuře se běžně setkáváme s označením silic jako esenciální, éterické nebo aromatické oleje. Silice jsou lipofilního charakteru, olejovité a dobře rozpustné v organických rozpouštědlech. Smícháním esenciálních olejů s vodou vzniká systém dvou nemísitelných kapalin o rozdílných hustotách. Většinou mají silice nižší hustotu než je hustota vody, ale v případě vyššího obsahu aromatických sloučenin tomu může být opačně. Převážně bývají silice bezbarvé, ale jsou náchylné k oxidaci a pryskyřičnatění (tvrdnou), což se může projevovat ztmavnutím oleje [3]. Z důvodu nepříznivého působení vlhkosti, kyslíku, tepla a světla je vhodné esenciální oleje uchovávat ve tmavých a dobře uzavřených nádobách. Ke změně vzhledu a vůně nedochází pouze v případě vystavení již výše zmíněným podmínkám, ale i vlivem stárnutí. Barevné silice mohou být například silice připravené z heřmánku pravého, jež má zelené až modré zabarvení díky přítomnosti cyklických seskviterpenů-azulenů, resp. azulenogenních seskviterpenů (např. matricin, matrikarin). Po destilaci a okyselení tyto látky mění svou strukturu a dochází ke vzniku chamazulenu, který způsobuje modré zabarvení silic [4, 5].

2.2 Biologická aktivita látek

Silice vyskytující se v rostlinách se získávají mimo jiné pro své léčivé a zdraví prospěšné účinky. Biologická aktivita silic se projevuje působením na různých orgánových úrovních a vyvolává určité žádoucí/nežádoucí účinky podle druhu použité silice. Biologická aktivita dané látky může být biotransformací snížena, nezměněna nebo zvýšena. Účinky mohou být například antibakteriální, antifungální, antivirové, antioxidační atd. [6].

2.3 Syntetické vonné látky

V dřívějších dobách se výhradě využívaly pouze přírodní materiály pro izolaci vonných sloučenin, avšak dnes je vývoj a aplikace syntetických vonných látek (musk sloučenin) zcela neodmyslitelný.

Vonné látky se vyskytují ve formě vůní (parfémy, toaletní i kolínské vody), v kosmetických přípravcích, mýdlech, šampónech, sprchových gelech, čisticích a pracích výrobcích a řadě dalších produktů vyskytujících se na trhu. Například parfémy, složené z parfémové kompozice jsou vyráběny jednak z kvalitních přírodních materiálů (silic, extraktů, destilátů) a dále z tzv. přírodněidentických látek – látek běžně se vyskytujících v přírodě, ale vyráběných levnějším způsobem, tj. synteticky [7]. Syntetické vonné látky se

v parfémtech používají jako fixátory vůně. Nově synteticky připravené sloučeniny se musí podrobit toxikologickým zkouškám a testům biologické odbouratelnosti. Použití těchto látek podléhá přísnému schvalovacímu jednání [8].

2.4 Chemické složení

Silice jsou charakteristické velmi širokou škálou organických sloučenin. V esenciálním oleji se běžně identifikují terpeny (původní i oxidovaná forma), karbonylové sloučeniny, alkoholy, fenoly, estery, kyseliny a řada dalších sloučenin. Složení silic se liší v jednotlivých částech rostlin (kořeny, listy, plody apod.) Na složení silic má vliv řada faktorů - původ, stáří a zdraví rostliny, klima i doba sklizně [9]. Jednotlivé silice mohou být složeny až z několika stovek sloučenin, přičemž řada z nich byla už popsána ve vědeckých publikacích [10]. Většina sloučenin silic, především terpenoidy, jsou opticky aktivní a jejich enantiomery se mohou vyskytovat v rostlinách v různém poměru. Různé enantiomery mohou projevovat rozličnou biologickou aktivitu [11]. V případě, že obsahují více asymetrických uhlíků, mohou se vyskytovat jako směs diastereomerů [12].

2.4.1 Terpeny, terpenoidy

V silicích se vyskytují terpeny složené ze dvou (monoterpeny, strukturní vzorec $C_{10}H_{16}$) nebo tří (seskviterpeny, strukturní vzorec $C_{15}H_{24}$) isoprenových jednotek. Monoterpeny jsou bezbarvé, velmi těkavé kapaliny, které mají nevýrazné aroma. Při nízkých teplotách se snadno oxidují. Z chemického hlediska se jedná o isoprenoidy, které mohou být acyklické (např. geraniol, nerol), monocyklické (např. limonen, menthol) či bicyklické (např. pinen, kafr). V přírodě monoterpeny plní hned několik funkcí. Jednak mohou sloužit k odpuzování škůdců, stejně tak mohou sloužit jako lákadlo pro opylující hmyz nebo sloužit jako lákadlo pro hmyz zneškodňující přilákané škůdce. Také jsou využívány v potravinářství, kosmetickém průmyslu, farmacii nebo aromaterapii. Některé mohou působit proti srdečním chorobám a nebo se projevují řadou účinků (např. protinádorových–limonen, antibakteriálních– γ -terpinen nebo antiseptických– α -pinen). Mohou tvořit až 90 % složení esenciálních olejů, například u silic získaných z pomerančů se jedná o obsah 90-99 % monoterpenů [13]. V citrusových plodech se vyskytuje s vysokým obsahem monoterpen D-limonen. Například, esenciální oleje získané z pomerančů (sladkých) obsahují majoritní složky D-limonen s obsahem 83,33 % a linalool 8,91 %. Také v esenciálních olejích z hořkých pomerančů a sicilských citrónů lze monitorovat vysoký obsah terpenů.

V esenciálním oleji z hořkých pomerančů je obsah D-limonenu 78,53 % a γ -terpinenu 12,65 %. V oleji ze sicilských citrónů je obsah hlavních složek terpenů pro D-limonen 59,78 %, β -pinen 14,71 % a γ -terpinen 10,19 % [14].

Seskviterpeny jsou obvykle bezbarvé a ve srovnání s monoterpeny jsou aromatictější, méně těkavé a mají vyšší molekulovou hmotnost, jelikož jsou složeny ze tří isoprenových jednotek. Projevují se podobnými účinky jako monoterpeny a pro své vlastnosti jsou seskviterpeny používány jako fixační složka vůně v parfémtech. Mezi seskviterpeny patří například farnesen (chmel), humulen (chmel) nebo bisabolen (citrusy). Seskviterpeny jsou hlavní složkou například esenciálního oleje z cedrového dřeva (hlavní složkou je oxidovaný seskviterpen cedrol [15]), kdy jejich obsah je až 98 % [16]. Podobně vysoký obsah seskviterpenů (až 90 %) je i například v oleji ze santalového dřeva, kde hlavní složky tvoří *cis*- α -santalol a *cis*- β -santalol [16, 17]. Hlavními složkami esenciálního oleje z arálie jsou α - a β -pinen, a obsah seskviterpenů je až 93 % [16, 18]. Terpen, obsahující kyslík, se nazývá terpenoid. Kyslík je zde vázán ve formě aldehydů, ketonů, alkoholů nebo karboxylové skupiny. Terpenoidy jsou v rostlinných tkáních převážně ve volné formě, pouze malá část je přítomna v podobě glykosidů [19].

2.4.2 Alkoholy a jejich deriváty

V silicích se vyskytují alkoholy převážně ve formě terpenoidních alkoholů vzniklých oxidací monoterpenů nebo seskviterpenů. Rozlišují se alkoholy acyklické (např. geraniol, linalool, citronelol-růže damažská [20], apod.), monocyklické (např. mentol-máta peprná [21]) nebo bicyklické (např. borneol-levandule [22]). Kromě terpenoidních alkoholů jsou přítomné i alifatické alkoholy (např. hexanol, heptanol ad.) a aromatické alkoholy (např. benzylalkohol, fenylethylalkohol atp.) [23, 24].

2.4.3 Karbonylové sloučeniny

Karbonylové sloučeniny (tj. aldehydy a ketony) rovněž tvoří účinné složky vonných silic. Mezi acyklické aldehydy patří například citral (směs izomerů geranialu a neralu) [25] a citronellal. Cyklické aldehydy s aromatickým jádrem jsou benzaldehyd (např. třešně, jasmínová esence), skořicový aldehyd (např. skořicovník) nebo vanilin (např. vanilka). Aldehydy mohou působit na lidský organismus například protizánětlivě, snižují horečku nebo mají uklidňující účinek na nervový systém. Terpenoidní ketony působí uklidňujícími a analgetickými účinky, nebo mohou podporovat hojení ran a trávení. Terpenoidní aldehydy jsou pro svou silnou ovocnou vůni využívány například v parfémtech [23, 26].

Některé oleje s vysokým obsahem karbonylových sloučenin mohou vyvolat zdravotní komplikace. Například olej z yzopu může vyvolat epileptické záchvaty. Olej z pelyňku pravého může u žen vyvolat potrat díky vysokému obsahu thujonu a pulegonu, a proto se nedoporučuje olej používat během těhotenství [23].

2.4.4 Estery

Estery v silicích jsou obvykle velmi voňavé a mají tendenci vonět sladce s ovocným aroma. Působí proti kožním vyrážkám, protizánětlivě, antimykoticky a posilují nervový systém. Jako příklady esterů lze uvést například benzyl-acetát (jasmínová esence), linalyl-acetát (bergamot, levandule) nebo geranyl-acetát (levandule) [23].

2.4.5 Další sloučeniny

Další látky přítomné v silicích jsou:

- Kyseliny – kyseliny reagují s alkoholy za vzniku esterů. Většina esterů je přítomná v oleji jako produkt vznikající během destilace. Některé estery naopak mohou při destilaci (zejména při hydrodestilaci) podléhat hydrolyze. Přítomné kyseliny mohou být karboxylové (např. kyselina anisová, benzoová, fenylactová atd.), nebo mastné (např. kyselina palmitová) [23].
- Laktony, kumariny a furokumariny – laktony jsou cyklické vnitřní estery, tzn., že esterová skupina se stala součástí kruhu. Laktony jsou rozšířené v přírodě a v esenciálních olejích se vyskytují jen ve velmi malém množství. Díky vyšší molekulové hmotnosti se obtížně získávají destilací. Nacházejí se v silicích získaných například lisováním. Příkladem laktonu je achillin přítomný v řebříčku obecném [23]. Kumariny a furokumariny jsou typem laktonů. Kumariny by měly být používány s opatrností, jelikož dráždí kůži a jsou fototoxické. Vysoký obsah kumarinu se vyskytuje například v tonka bobech. Bergapten, zástupce furokumarinu, je považován za potenciální fotokarcinogen [27].
- Oxidy – v aromaterapii se nejčastěji setkáváme s eukalyptolem (je znám pod širokou škálou synonym, např. jako 1,8-cineol). Eukalyptová silice se používá v sirupech proti kašli, jako příchut' ve žvýkačkách atd. Působí například antisepticky, protizánětlivě a pomáhá rozpouštět hleny při rýmě a nachlazení [23].
- Etery, furany – esenciální oleje s obsahem fenylethyl etheru se získávají například z pandánu (Obr. 1). Jako příklad furanu v esenciálním oleji lze uvést methofuran, jenž je jednou z účinných složek silice máty peprné. Mezi další účinné složky této silice

patří mentol a menthon. Mezi pozitivní účinky máty na naše zdraví patří například zlepšení trávení a zažívání [23].



Obr. 1 Pandán [28].

- Sloučeniny obsahující dusík nebo síru – mezi dusíkaté sloučeniny patří pyraziny (např. 2,3,5-trimethylpyrazin) a alkoxyalkylpyraziny (např. 2-methoxy-3-isobutylpyrazin), které se vyskytují v čerstvém ovoci nebo zelenině. Sloučeniny obsahující síru se mohou vyskytovat ve formě merkaptanů nebo sulfidů. Sirné sloučeniny se projevují silným pronikavým aroma (diallyl disulfid přítomný v česneku) [23].

2.5 Získávání silic

2.5.1 Destilace s vodní parou

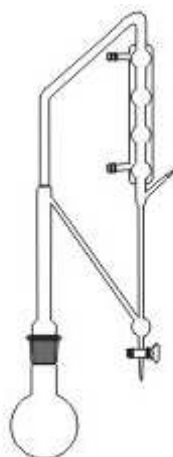
Majoritní část složek silic mají vyšší bod varu než 100 °C a právě destilace s vodní parou (Steam Distillation – SD) umožňuje šetrné předestilování jednotlivých látek s podstatně vyšším bodem varu než má voda. Při teplotě varu vody má izolovaná látka určitou tenzi par a jí odpovídá obsah této látky v párách nad kapalinou. V případě, že se páry této složky odstraňují proudem plynu, tj. proudem vodní páry, dochází k urychlení vypařování složky, kterou chceme izolovat. Pára je vytvářena parním generátorem, která prochází přes vzorek v baňce (Obr. 2 vlevo) a strhává s sebou aromatické složky silice. Následně v chladiči z kondenzuje a je jímána v předloze, kde se separuje na hydrolát (vodná vrstva) a esenciální olej (Obr. 2 vpravo).



Obr. 2 Destilace s vodní parou.

2.5.2 Hydrodestilace

Destilace se provádí ponořením rostlinného materiálu do vody a uvedením k varu. Vznikající vodní pára strhává těkavé složky vzorku, kde v chladiči dochází ke kondenzaci směsi par do sběrné baňky, kde vzniká nemísitelný systém voda – olej (olej většinou tvoří horní lehčí část). Vzniklý olej je následně oddělen ze systému a tak připraven pro případnou redestilaci nebo další přečištění. Během hydrodestilace (Hydrodistillation - HD) probíhají fyzikálně-chemické děje, jako jsou (hydro)difúze esenciálních olejů a horké vody skrz rostlinné membrány, hydrolýza určitých složek esenciálních olejů a tepelný rozklad [28, 29]. Hydrodestilace se v laboratorním měřítku provádí v aparatuře dle Clevengera (Obr. 3).



Obr. 3 Clavengerova aparatura pro hydrodestilaci [30].

ČSN EN ISO 6571 norma - *Koření, kořenící látky a byliny: Stanovení obsahu těkavých olejů (silic)* uvádí standardizovaný postup extrakce těkavých sloučenin silic a stanovení jejich obsahu. Metoda je založena na hydrodestilaci v aparatuře Clevengerova typu. Vydestilované silice jsou jímány do známého množství organického rozpouštědla – xylenu. Množství získaných silic se stanoví jako rozdíl objemu xylenové fáze po a před destilací [31].

2.5.3 Extrakce nadkritickou tekutinou

Pro extrakci silic z přírodních materiálů se používá tzv. extrakce nadkritickou tekutinou (Supercritical Fluid Extraction – SFE). SFE se provádí pomocí nadkritických kapalin, což jsou látky vyskytující se ve stavu nad kritickou teplotou (T_k) a kritickým tlakem (p_k). Nejčastěji se používá oxid uhličitý. V důsledku fyzikálně-chemických vlastností oxidu uhličitého se extrakce provádí při relativně nízkém tlaku ($p_k = 7,38$ MPa) a teplotách ($T_k = 31$ °C), mohou být tedy extrahovány i tepelně nestabilní sloučeniny. Nadkritický oxid uhličitý není jediná tekutina, kterou lze použít jako extrakční činidlo. Oxid uhličitý je používán pro své příznivé vlastnosti. Je to inertní, nehořlavý, netoxický a cenově dostupný plyn v čistotě potřebné pro extrakci. Oxid uhličitý se používá pro extrakci nepolárních sloučenin. Lze jej použít i pro extrakci polárních sloučenin. V tomto případě se přidává modifikátor (například methanol, cyklické ethery apod.), který by měl splňovat podmínku mísitelnosti s extrakčním činidlem a zároveň kapalný stav při pokojové teplotě. Přístroj pro laboratorní provedení SFE je uveden na Obr. 4 [32].



Obr. 4 Aparatura pro SFE.

2.6 Růže

Růžový olej se vyrábí zpracováním růžových okvětních lístků, obvykle destilací vodní parou nebo macerací. Složení růžového oleje je variabilní a závisí např. na fázi ve vývoji květu. Hlavními složkami pupat jsou γ -murolen, α -himachalen a α -pinen. V čerstvých rostlinách, ve fázích od rozvíjení poupěte, jsou hlavními složkami β -citronellool, citronellool-acetát, fenylethyl alkohol a geraniol, ve fázi úplného rozkvětu poupěte představují hlavní zastoupení β -citronellool, citronellool-acetát, fenylethyl alkohol, geranyl-acetát, geraniol, fenylethyl-acetát, nerol, n-hexyl-acetát a α -myrcen. V růžovém esenciálním oleji existuje až 20 druhů látek, které překračují obsah 1 %, např. fenylethyl alkohol (22,61 %), citronellool (12,02 %), geraniol (6,77 %), eugenol (6,19 %) a neroli alkoholu (2,33 %) [33].

Nejčastěji se zpracovávají dva druhy růží, a to růže damažská (*Rosa damascena*) a růže stolistá (*Rosa centifolia*). Damažská růže se pěstuje především v Turecku a Bulharsku, pak také v Iránu, Indii, Maroku, jižní Francii, Číně, jižní Itálii, v Libyi, na jihu Ruska a na Ukrajině. Růže stolistá se pěstuje v Maroku, Francii a Egyptě [34].

Růžový olej je jednou z nejhodnotnějších surovin parfumerie, kosmetiky a farmaceutického průmyslu. Roční světová produkce růžového oleje je přibližně 15 000 kg, hlavními producenty jsou Turecko a Bulharsko [35]. Tato skutečnost vede k řadě vědeckých publikací zabírajících se analýzami růží, esenciálních olejů apod. Jedná se především o kvalitativní a kvantitativní analýzy, vytváření aroma-profilů nebo klasifikaci jednotlivých druhů růží, případně olejů z nich připravených. Například, Gorji-Chakespari [36] s kolektivem použili elektronický nos k rychlé identifikaci jednotlivých genotypů růží na základně zjištění chemické kompozice vydestilovaných esenciálních olejů. Verma a kol. [37] se pro změnu zabývali destilací sušených okvětních lístků damažské růže.

Kromě destilace se k získávání růžových olejů používají i další metody, jako je extrakce rozpouštědlem [38], extrakce nadkritickou tekutinou [39–41] nebo se také často využívá kombinace několika metod. Pro svou jednoduchost a relativní rychlost se v laboratorním měřítku používá head-space mikroextrakce tuhou fází ve spojení s GC/MS. Erbas a kol. [38] spojením HS-SPME-GC/MS separovali a identifikovali 46 sloučenin v čerstvých růžích s majoritním zastoupením fenylethyl alkoholu (43,2 %), citronellolu (16,6 %) a geraniolu (10,3 %). Vydestilovaný esenciální olej vykazoval odlišné složení, kdy úspěšně identifikovali pouze 15 sloučenin a obsah fenylethyl alkoholu činil pouze 1,3 %. Kromě vydestilovaného esenciálního oleje byly analyzovány i další produkty vzniklé během destilace, tj. růžová voda (hydrosol) a zbytková voda. Analýza růžového oleje, růžové vody a zbytkové vody byla provedena pomocí GC-FID. Vedlejší produkty simultánní destilace-

extrakce vykazovaly vyšší množství fenylethyl alkoholu ve srovnání s esenciálním olejem. Obsah fenylethyl alkoholu v růžové vodě byl 35,6 %) a ve zbytkové vodě byl jednoznačně nejvyšší, tj. 98,2 %. Ostatní vonné komponenty růžové vody byly geraniol (27,9 %), nerol (12,9 %), citronellol (8,3 %) a eugenol (6,2 %). V růžové vodě a zbytkové vodě nebyly přítomny uhlovodíky s dlouhým řetězcem, s výjimkou eikosanu, který byl přítomen ve stejném množství v růžové vodě i zbytkové vodě, tj. 1,8 %. Podstatně nižší obsah eikosanu byl v růžových plátcích (0,2 %) a v růžovém oleji (0,5 %).

2.7 Alkoholické nápoje

2.7.1 Historie

Alkoholické nápoje, včetně ovocných destilátů, jsou velmi populární po celém světě. Ve střední a východní Evropě se ovocné destiláty považují za určité pojetí tradice nebo gastronomické dědictví různých kultur [42]. Historie alkoholických nápojů sahá až do starověku, kdy se učenci zabývali destilací esencí například z různých bylin, kvasnic apod. Nápoje našly své využití i jako léčebné prostředky vyráběné v lékárnách, palírnách nebo dílnách zabývajících se alchymií. V dřívějších dobách se jako surovina určená pro destilaci používalo zkažené a nahnilé ovoce s cílem ho zachránit. Avšak v průběhu 19. století se, pod působením osvětové činnosti hospodářských spolků a tisku, začíná k založení kvasu užívat pouze ovoce vyzrálé, kvalitní a zdravé [43].

2.7.2 Rozdělení alkoholických nápojů

Klasifikaci nejen alkoholických nápojů uvádí vyhláška Ministerstva zemědělství č. 335/1997 Sb., kterou se provádí § 18 písm. a), d), h), i), j) a k) zákona č. 110/1997 Sb.. Alkoholické nápoje se liší podle obsahu ethanolu v nápoji. Ve víně je přibližně 10-15 % (v/v); v klasickém pivě kolem 5 % (v/v), ale v případě speciálních druhů piva se hodnota může pohybovat až kolem 7-8 % (v/v). Vyšší obsah ethanolu je ve whisky (cca 40 % (v/v)), rumu (cca 38 % (v/v)) a v ovocných destilátech se hodnota ethanolu pohybuje až nad 40 % (v/v). Při výrobě ovocných destilátů vzniká methanol, jenž se jeho výsledný obsah musí pohybovat v přípustném obsahu podle vyhlášky č. 141/1997 Sb. Příloha č. 3, tj. 15 g/L 100% ethanolu (1,5 % (v/v)). Například v 50% ovocném destilátu může být obsah methanolu nejvýše 0,75 % (v/v). Kromě těchto „klasických“ alkoholických nápojů existuje nápoj, jehož obsah ethanolu se pohybuje okolo 70% (v/v), jedná se o tzv. absinth [44].

2.7.3 Ovocné destiláty

I přes fakt, že k České republice neodmyslitelně patří výroba a konzumace piva, tak i výroba ovocných destilátů je velmi oblíbená, a to zejména na Moravě. Podle nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 110/2008 ze dne 15. ledna 2008 se ovocný destilát označuje jako lihovina vyrobená výhradně alkoholovým kvašením a destilací dužnatého ovoce nebo moštu takového ovoce, bobulovin nebo zeleniny, s peckami nebo bez pecek [45, 46].

Nejčastěji zpracovávaným druhem ovoce jsou švestky. Česká republika není jediná, která patří mezi velké producenty ovocného destilátu ze švestek. Patří mezi ně i Polsko, Slovensko, Maďarsko, Bulharsko, Srbsko nebo Rumunsko [47].

Ovocné destiláty se kromě švestek vyrábějí i z dalších druhů ovoce. Lze použít peckoviny (třešně, višně, meruňky, broskve, mirabelky apod.), jádrové ovoce (hrušky, jablka) a drobné ovoce (různé druhy bobulí). Aroma výsledného produktu bývá velmi rozmanité. Hlavními složkami ovocných destilátů jsou ethanol a voda. Nicméně, další sloučeniny hrají významnou roli v oblasti chuti a vůni lihovin. Jedná se o těkavé sloučeniny – vyšší alkoholy, aldehydy, estery, kyseliny, těkavé fenoly atd. [48]. Výsledná kvalita lihovin je ovlivněna přírodním aroma daného ovoce (primární chuť). Ta je určena řadou faktorů, jako jsou doba sklizně, zeměpisný původ, způsob pěstování a následné skladování. Dále se na výsledné vůni lihoviny podílí i fermentace (sekundární příchut'), destilace (terciální příchut') a zrání nápoje (kvartérní příchut') [42, 49].

Analýza těkavých sloučenin v ovocných destilátech je popsána v řadě vědeckých publikací. Například Śliwińska a kol. [42] se popisují ovocné likéry a destiláty (vyrobené ze švestek, třešní, melounů, jablek, citrusů a hrušek) a uvádějí metody použitelné pro sledování procesu fermentace (pomocí HPLC), analýzu těkavých sloučenin (GC ve spojení s MS nebo FID detektorem), stanovení obsahu vybraných sloučenin (spektrofotometrická analýza) nebo určení organoleptických vlastností (senzorická analýza). Sádecká a kol. [48] zase uvádějí fluorescenční spektroskopii jako nástroj pro stanovení některých sloučenin přítomných v nízkých koncentracích (0,1 – 1 µg/l). Lachenmeier a kol. [50] použili plně automatizovaný proces HS-SPME/GC/MS/MS pro stanovení toxického ethyl-karbamátu v 54 ovocných destilátech (40 % (v/v)) připravených z peckovin, které byly získány z maloobchodu nebo přímo z palírny. Uvádí se, že ethyl-karbamát způsobuje rakovinu u zvířat a byl klasifikován Mezinárodní agentura pro výzkum rakoviny (IARC) jako možný karcinogen pro člověka (skupina 2B) [51]. Ethyl-karbamát vzniká během fermentačního procesu a byl detekován v produktech jako je pivo, chléb, jogurt ad. V roce 1985 vznikly veřejné obavy o lidské

zdraví, kdy kanadské orgány zjistily relativně vysoké hodnoty ethyl-karbamátu v alkoholických nápojích (vyrobených z plodů švestek, třešní, meruněk apod.) dovážených z Německa. V důsledku toho Kanada nastavila maximální limit 0,4 mg/l ethyl-karbamátu v ovocných lihovinách [50]. Analýzou ethyl-karbamátu se také zabývali Li. a kol. [52] v čínských lihovinách pomocí HPLC ve spojení s fluorescenčním detektorem.

2.8 Tonkové boby

Tonkové boby (také známé jako tonkové fazole, tonka) jsou semena stromu *Dipteryx Odorata* (Aubl.) Willd., který se nachází ve střední a jižní Americe [53]. Jednotlivá semena tonky jsou dlouhá přibližně 2,5–3,0 cm (vyznačují se černým vrásčitým povrchem se světlým vnitřkem (Obr. 5). Díky rozmanité škále aroma, jako je vůně vanilky, skořice, šafránu, mandle nebo hřebíčku, se extrakty z tonky používají na trhu s tabákovými produkty jako jsou například cigarety, doutníky nebo šňupací tabák. Výtažky z tonkových semen se také používají v kosmetickém, parfemovém průmyslu nebo také jako přísada pro aromatizaci v potravinách (například nápoje cola nebo cukrovinky) [54, 55].

Tonkové boby obsahují kumarin, jehož obsah se může pohybovat v rozmezí 1-3 % (vyjimečně až 10 %) [54]. V semenech jsou také přítomny složky s nižším obsahem, jako je 5-hydroxymethylfurfural, dihydrokumarin a methyl-melilotát [27]. V roce 1855 se začaly objevovat studie, které naznačily, že kumarin má toxické účinky na nervový systém, srdce, krevní cévy a játra u zvířat, stejně tak i na vyvolání nádorových onemocnění a toxických stavů u lidí. V roce 1954, Úřad pro kontrolu potravin a léčiv (Food and Drug Administration, FDA) zakázala používat kumarin v potravinách, nikoliv však v tabákových výrobcích. V evropských zemích je povoleno používat kumarin jako potravinovou přísadu, ale v zemích USA je používání kumarinu zakázáno. Například, francouzská kuchyně zcela běžně používá tonkové boby pro přípravu desertů [56].



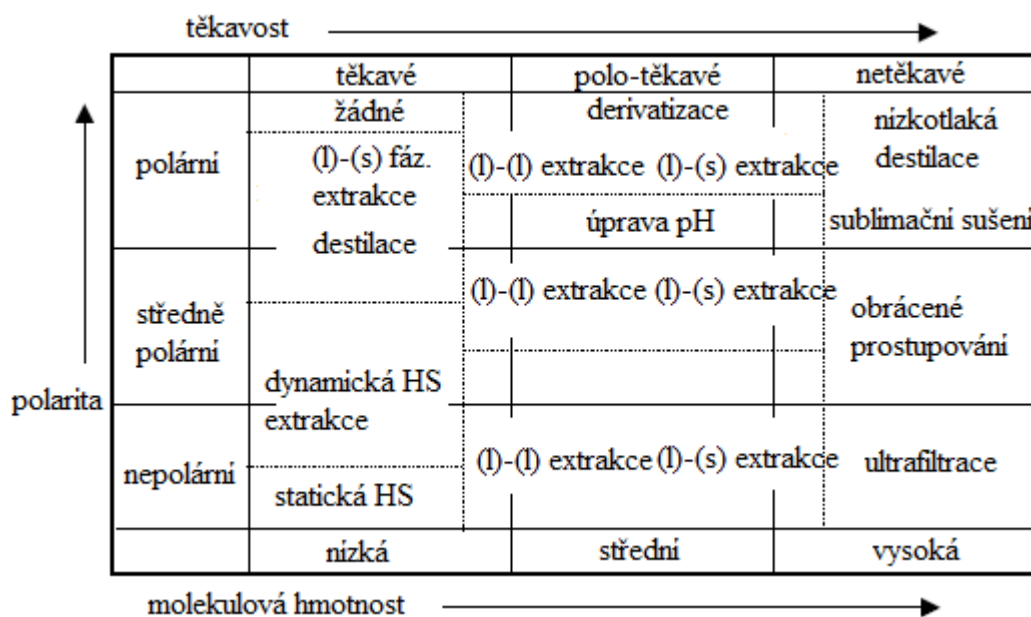
Obr. 5 Tonkové boby [57].

2.9 Extrakce látek

Extrakce analytů je založena na styku nejméně dvou vzájemně nemísitelných fází, které se vyznačují rozdílnou rozpustností (rozdílnými rozdělovacími koeficienty) v použitých rozpouštědlech. Extrakce se provádí s cílem oddělit analyt od zbývajících složek, nebo naopak oddělit rušící látky od analytu. Extrakční techniky dělíme do několika skupin. Principiálně existují dvě základní skupiny, a to metody založené na rovnovážné distribuci složek (destilace, extrakce apod.) a metody založené na rozdílech v rychlosti migrace složek a to buď přes polopropustnou membránu (různé druhy filtrace, dialýza a osmóza), nebo v silovém poli (elektroforéza). Při výběru vhodné extrakční metody je potřeba vzít v úvahu vlastnosti separovaného analytu. Obr. 6 znázorňuje separační metody pro vodné vzorky a může posloužit jako orientační nástroj pro výběr vhodné metody na základě znalosti těkavosti, polarity a molekulové hmotnosti separovaného vzorku [58, 59].

2.9.1 Extrakční a mikroextrakční techniky

Od 19. století se využívají klasické extrakční metody - standardizovaná Soxhletova extrakce nebo extrakce kapalina-kapalina (Liquid-Liquid Extraction – LLE). Tyto metody vyžadují velké množství rozpouštědel, určitou zručnost a časovou flexibilitu. Tyto důvody vedly ke vzniku nových metod, vyznačujících se zkrácením času, jednoduchostí a snížením množství až případným odstraněním rozpouštědel. Zjednodušování a miniaturizace vede ke vzniku mikroextrakčních technik vyznačujících se velmi malým extrahovaným množstvím ve srovnání k celkovému množství vzorku. Již zmíněná extrakce kapalina-kapalina má svou mikroextrakční verzi – mikroextrakce kapalina-kapalina (Liquid phase microextraction, – LPME), která místo desítek až stovek mililitrů (v případě LLE), využívá řádově mikrolitry rozpouštědla. Mikroextrakční techniky se projevují několika společnými vlastnostmi, a to že jsou časově nenáročné, snižují spotřebu toxických organických rozpouštědel, snadno použitelné a kompatibilní například s plynovou chromatografií (Gas Chromatography – GC), vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (High Performance Liquid Chromatography – HPLC) nebo kapilární elektroforézou (Capillary Electrophoresis – CE) [58]



Obr. 6 Extrakční metody pro vodné vzorky. Symbolika: (l)-kapalná fáze, (s)-tuhá fáze, HS-head-space [60].

2.9.2 Mikroextrakce tuhou fází

Mikroextrakce tuhou fází (Solid Phase-Microextraction – SPME) je sorpčně-desorpční technika používaná k zakoncentrování analytu pro laboratorní účely [61, 62]. Extrakce analytu ze vzorku probíhá pouze do dosažení rovnováhy. Metodu charakterizuje její účinnost, jednoduchost, malá spotřeba vzorků a eliminace organických rozpouštědel. Díky absenci organických rozpouštědel je tato metodika řazena mezi "zelené analytické metody".

SPME se používá především pro kvalitativní, příp. semikvalitativní analýzu organických sloučenin z přírodních vzorků, například potravin a vonných látek, nebo také látek znečišťující životní prostředí. Přesnost a správnost výsledků je ovlivněna celou řadou faktorů (výběr vlákna, iontová síla roztoku, pH, míchání, velikost a druh molekul sorbované látky, teplota atd.). V případě kvantifikace, SPME poskytuje lineární kalibrační závislost v širokém koncentračním rozmezí [63].

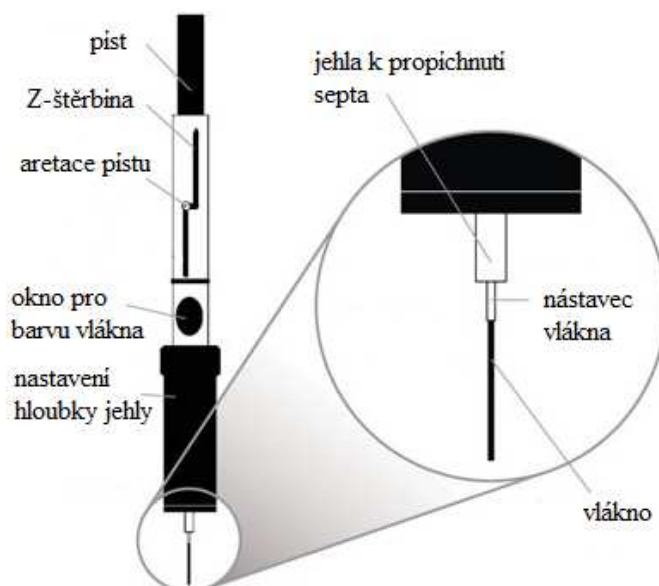
Použití SPME má velký význam ve spojení s plynovou chromatografií a hmotnostním detektorem (GC/MS). V kombinaci s vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC) se používá desorpční adaptér [64].

2.9.2.1 Mikroextrakce tuhou fází na vlákno

Principem metody je sorpce analytu na křemenných vláknech pokrytých vrstvou polymeru (stacionární fází o různé polaritě a sorpčních vlastnostech). Instrumentace pro mikroextrakci tuhou fází je zobrazena na Obr. 7. Křemenné vlákno (délky asi 1 cm, pokryté

polymerem) spojené s pístem je umístěno v duté ocelové jehle, která chrání vlákno před mechanickým poškozením. Výhodou je jeho opakovatelné používání [65]. Přestože vznikají stále nové modifikace SPME (viz. kapitola 2.9.2.6.), tak uspořádání na vlákno se dá považovat za nejčastější používaný typ SPME.

Každý sorbent na vlákně je charakterizovaný barvou plastového úchytu, který slouží k uchycení vlákna do držáku. Toto barevné rozlišení může sloužit v praxi k usnadnění identifikace SPME vláken podle typu sorbentu a průměru. Například pro PDMS vlákno s různou tloušťkou stacionární fáze existují vlákna zelená (7 μm), žlutá (30 μm) anebo červená (100 μm) [66].



Obr. 7 Zařízení pro SPME [67].

2.9.2.2 Stacionární fáze

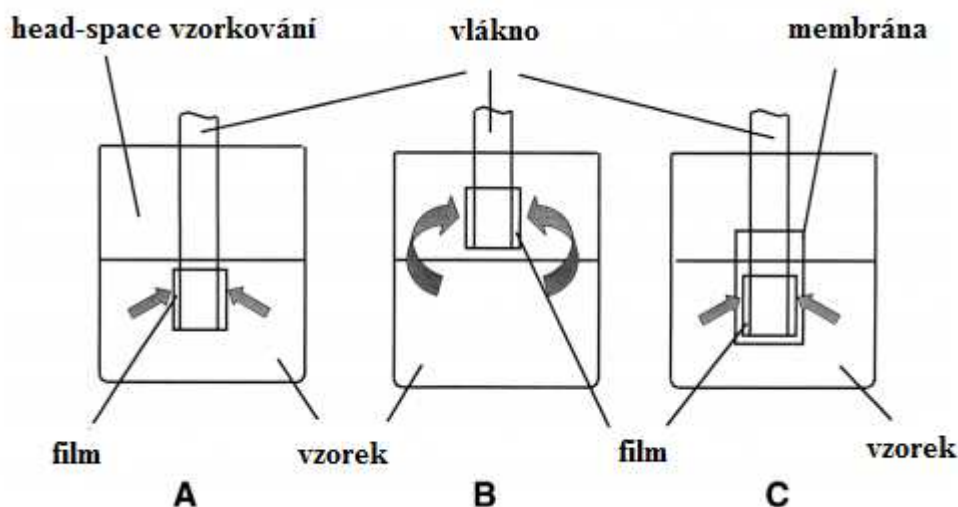
Stacionární fáze zakotvené na SPME vlákně hrají klíčovou roli. Polarita stacionární fáze se volí podle typu extrahovaných látek. Při výběru se lze řídit Liebigovým pravidlem, že "podobné se rozpouští v podobném", a tedy pro extrakci polárních látek se volí polární fáze, a pro nepolární látky je efektivnější použití málo polárních až nepolárních fází. Dalším kritériem při výběru vhodné fáze pro přípravu vláken je extrakční mechanismus. Existují absorbenty (homogenní čisté polymery) a adsorbenty (porézní částice suspendované v polymeru). Při absorpci je analyt zachycen přímo ve vrstvě pokrývající křemenné vlákno a v případě adsorpce je analyt zachycen na povrchu porézních částic, které jsou suspendované v polymerní vrstvě na povrchu vlákna. Do skupiny absorbentů patří například nepolární

polydimethylsiloxan (PDMS) a polární polyakrylát (PA). Spojením dvou a více polymerů vznikají směsné sorbenty, například polydimethylsiloxan-divinylbenzen (PDMS/DVB), carboxen-divinylbenzen (CAR/DVB), carboxen-polydimethylsiloxan (CAR/PDMS) atd. [68].

2.9.2.3 Sorpce analytů

Sorpce sloučenin může probíhat ve třech odlišných způsobech. Přímým kontaktem vlákna a kapalného vzorku dochází k tzv. přímé sorpci neboli přímému ponoření (Direct Immersing Solid Phase Microextraction – DI-SPME). Extrakce bývá často doprovázena mícháním z důvodu urychlení ustavení rovnováhy. Nevýhoda tohoto typu sorpce je přímý kontakt vlákna s kapalným prostředím a tím snížení životnosti vlákna. Metoda je vhodná pro extrakci netěkavých nebo málo těkavých sloučenin [64, 65]. Častěji používaným typem sorpce je head-space technika (Head-space Solid Phase Microextraction – HS-SPME). Na rozdíl od DI-SPME není vlákno v přímém kontaktu se vzorkem, ať už kapalným nebo pevným, a tím pádem nedochází k výraznějšímu zkracování životnosti vlákna. Tento tříložkový systém (vlákno – vzorek – prostor nad vzorkem) se používá výhradně pro extrakci těkavých látek, které snadno přecházejí do plynné fáze, a naopak není vhodný pro makromolekulární látky. HS a DI-SPME techniky mohou být použity v kombinaci s GC, GC/MS nebo HPLC a HPLC/MS.

Ve třetím režimu, tj. extrakce s membránovou ochranou, je vlákno odděleno od vzorku selektivní membránou, která umožňuje analytům difundovat k vláknu a zároveň brání průchodu nežádoucích látek. Hlavní funkce membrány je ochrana vlákna před nepříznivými efekty zapříčiněné vysokomolekulárními sloučeninami obsaženými v matrici [69]. Všechny zmíněné způsoby sorpce sloučenin jsou uvedeny na Obr. 8.



Obr. 8 Způsoby sorpce analytů. A) přímá extrakce (DI-SPME); B) head-space SPME; C) přímá extrakce s membránovou ochranou [69].

2.9.2.4 *Desorpce analytů*

V GC/LC chromatografu následně dochází k desorpci sorbovaných látek a jejich separaci. K desorpci látek může docházet dvěma způsoby. V případě plynové chromatografie se používá tepelná desorpce, kdy se vlákno zavádí přímo do nástřikového prostoru. Tepelná desorpce je závislá na bodu varu analytu, tloušťce sorpční fáze vlákna a teplotě. Spojení SPME s kapalinovou chromatografií je umožněno prostřednictvím speciálního adaptéru, který se skládá z šesticestného dávkovacího ventilu a desorpční komory, která nahrazuje dávkovací smyčku HPLC systému. Na rozdíl od GC je v tomto případě desorpce provedena kapalnou fází, která je následně dávkována na chromatografickou kolonu. Podle síly sorpce analytu lze zvolit desorpci v proudu mobilní fáze (dynamická desorpce), nebo lze nechat vlákno v kontaktu s mobilní fází po určitý čas (statická desorpce) a teprve pak desorbované sloučeniny zavést na kolonu [61, 70–73].

2.9.2.5 *Extrakční podmínky*

Pro správné použití SPME je potřeba zvolit vhodné podmínky extrakce. Průběh extrakce složek vzorků značně ovlivňuje extrakční doba a teplota, iontová síla, úprava pH prostředí nebo také vliv míchání. V neposlední řadě je také důležité správně vybrat vhodný typ vlákna s odpovídající tloušťkou stacionární fáze. Podstatné je si uvědomit, že SPME je založena na procesu rovnovážného dělení, neboli že maximální množství analytu bude extrahováno v době rovnováhy. V praxi není nutností dosáhnout rovnováhy, ale je třeba dodržet konstantní podmínky.

2.9.2.5.1 *Extrakční čas a teplota*

Za optimální dobu extrakce je považován čas, za kterého bude dosaženo rovnováhy a zároveň množství extrahovaného analytu zůstane konstantní (v mezích experimentální chyby) a je ekvivalentní extrahovanému množství, které se již v čase nemění [74].

V případě optimalizace je třeba vždy zvolit určitý kompromis mezi optimalizovanými faktory. Analyzované vzorky jsou komplexní směs sloučenin, kde každá z nich se vyznačuje jinou polaritou a těkavostí. Nižší teploty extrakce jsou vhodnější pro látky těkavé a naopak je tomu u látek méně těkavých, jejichž koncentrace v head-space prostoru roste se zvyšující se teplotou, ale jen do okamžiku ustavení rovnováhy. Při volbě podmínek je třeba brát v úvahu i možné zvýšení rizika tepelné degradace sloučenin. Při vyšších teplotách dochází k rychlejšímu ustavení rovnováhy, a proto u HS-SPME bývá extrakční čas kratší než u DI-SPME [75, 76].

2.9.2.5.2 Typ vlákna a tloušťka stacionární fáze

Sorpční fáze vlákna se volí tak, aby polarita fáze byla blízká polaritě extrahovaných sloučenin. Kromě rozdílné polarity vláken se vlákna liší i tloušťkou stacionární fáze, které zároveň určují kapacitu vlákna. Například nepolární PDMS vlákno se může následovně lišit podle tloušťky sorbentu: 7 μm , 30 μm nebo 100 μm . Volba tloušťky sorbentu ovlivňuje citlivost a rychlost extrakce. Vlákna se silnější vrstvou filmu vyžadují delší čas k dosažení rovnováhy, ale zároveň mohou extrahovat větší množství sloučenin a projevují se tak větší citlivostí, zatímco vlákna s tenčí vrstvou sorpční fáze poskytují rychlejší extrakci analytů [76].

2.9.2.5.3 Přídavek soli

V systému HS-SPME se přídavkem soli (nejčastěji NaCl, Na₂SO₄) může docílit několika změn. Dochází ke zvýšení iontové síly roztoku a tím snížení rozpustnosti analytů. Zároveň tak dochází ke zvýšení koncentrace látek v parní fázi a následnému urychlení extrakce látek na SPME vlákne. Tento tzv. *vysolovací efekt* lze také použít v případě nízké odezvy analytu. Zvýšením iontové síly roztoku přídavkem soli dochází ke zvýšení výtěžku, obzvláště u polárních a těkavých látek [70].

2.9.2.5.4 Změna pH

Správná volba pH také hraje rozhodující roli při extrakci kyselých nebo bazických sloučenin. Lepší extrakci analytů lze docílit potlačením disociace látek. Přesněji řečeno, kyselé a bazické látky jsou lépe extrahovány v kyselém, resp. bazickém prostředí, kde je potlačena jejich disociace. Hodnoty pH jsou limitovány omezeným rozsahem působení pro jednotlivé druhy vláken, například PDMS lze použít v rozsahu pH 2-10 [74, 76].

2.9.2.5.5 Vliv míchání

Míchání při DI-SPME urychluje transport látek (zejména u molekul s vyšší molekulovou hmotností a vysokým difúzním koeficientem) ze vzorku k vláknu, a tím dochází k rychlejšímu dosažení rovnováhy. V případě HS-SPME nemá míchání tak výrazný vliv na extrakci těkavých látek jako tomu je v případě DI-SPME. Míchání může být magnetické, vortexové (pohybující se nádoba se vzorkem), míchání pohybem vlákna (vibrace vlákna) nebo ultrazvukem (vhodné pro rostlinný materiál k rozrušení buněk) [70].

2.9.2.6 Modifikace mikroextrakce tuhou fází

Experimentální uspořádání SPME se vývojem metodiky různě modifikovalo. Existují techniky využívající například kapiláry, tzv. kapilární SPME (tzv. "In-Tube", IT-SPME), nebo tenkého filmu, (Thin Film Microextraction – TFME nebo také TF-SPME).

Eisert a Pawliszyn vyvinuli IT-SPME pro HPLC nebo LC-MS, jelikož SPME vlákno sotva odolává agresivním podmínkám rozpouštědel používaných v HPLC. IT-SPME překonává nevýhody vlákna spojené s křehkostí a nízkou sorpční kapacitou vrstev filmových povlaků. Tato modifikace používá otevřenou trubicovou kapiláru (z taveného křemene), ve které je extrakční fáze buď jako vnitřní povrchová vrstva nebo výplň. V důsledku toho mají IT-SPME zařízení vyšší mechanickou stabilitu než v případě klasického SPME. Dalším důvodem pro vývoj IT-SPME byl nedostatek automatizace při použití SPME spojeného s HPLC. Pomocí automatizace je tak možné současně provádět extrakci, desorpci a vstřikování. Výhodou automatizovaných systémů ve srovnání s manuálními technikami jsou kratší celkové časy analýz nebo přesnost. Nevýhodou IT-SPME je ucpávání kapilár. Tomu lze předejít tím, že se tato technika aplikuje na vzorky bez interferenčních fází, jako jsou např. makromolekuly. IT-SPME lze rozdělit na metody s použitím extrakčních povlaků, kde se povlak používá jako vnitřní extrakční fáze imobilizovaná v kapilární stěně, nebo metody s použitím extrakční náplně, jak je tomu znázorněno na Obr. 9 [77].



Obr. 9 Srovnání SPME a IT-SPME [77].

IT-SPME používá pro extrakci dutou silikagelovou kapiláru, kde je extrakční fáze (sorbent) umístěná na vnitřní stěně kapiláry. Běžně se mohou používat i GC kapiláry. Použitím této techniky se nejen zvyšuje výtěžnost extrakce a citlivost, ale využívá se i možnosti automatizace procesu a spojení s kapalinovou nebo plynovou chromatografií, stejně jako v případě TF-SPME [78].

V případě TF-SPME se jako extrakční fáze používá plochý film (např. PDMS), jež poskytuje větší plochu extrakční fáze, čím zároveň zlepšuje extrakci analytů v rozumné extrakční době. Na Obr. 10 je znázorněn tenký film ve formě listů [79].

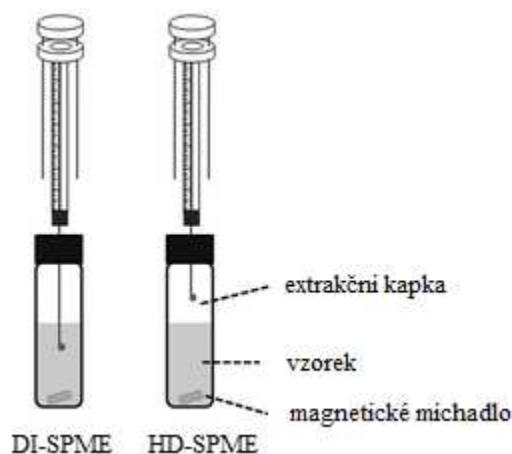


Obr. 10 Tenký film ve formátu 96 listů [79].

TF-SPME metoda nachází uplatnění například pro extrakci polyaromatických uhlovodíků nebo pesticidů ve vodách, nebo také v oblasti bioanalýzy, životního prostředí nebo dopingové analýzy [80, 81].

2.9.2.7 Další mikroextrakční techniky

Dále se používají metody jako sorpční extrakce na míchací tyčince (Stir Bar Sorptive Extraction – SBSE) nebo mikroextrakce jednou kapkou (Single-Drop Microextraction – SDME) [82]. SDME byla představena v roce 1996 Jeannotem a Cantwellem, a díky své jednoduchosti rychle našla uplatnění v praxi. Metoda vychází z miniaturizace LLE a využívá poznatků z SPME metodiky. Experimentální uspořádání SDME je na Obr. 11. Mikrostríkačka je naplněna organickým rozpouštědlem (extrakční činidlo) a propíchnuta septem do vzorkovací nádoby. Mikrokapka je vytlačena pístem na sešikmený hrot. Sloučeniny se extrahují do kapky, která je po extrakci zpět vtažena do mikrostríkačky. Vzorek se následně dávkuje do GC chromatografu. Techniku lze aplikovat v přímém (DI-SDME) nebo head-space (HS-SDME) vzorkování. Faktory ovlivňující extrakční proces jsou extrakční činidlo, velikost kapky, extrakční teplota a doba, vliv míchání, pH a iontové síly. Výhodou SDME je použití nové extrakční fáze pro každou extrakci, díky čemuž nedochází k tzv. carry over efektu (nedochází k přenosu analytu do následných analýz). SDME nachází uplatnění pro analýzy vzorků životního prostředí, biologických, kosmetických látek nebo v oblasti potravinářské analýzy [83, 84].



Obr. 11 Experimentální uspořádání SDME [85].

Při extrakci organických látek z vodných roztoků se používá extrakce na magnetické míchadlo (sorpční tyčinku). SBSE je extrakční technika bez obsahu rozpouštědel a je citlivější než SPME, neboť SBSE míchadlo má díky silnější vrstvě sorbentu vyšší sorpční kapacitu a může tak víc extrahovat a zakoncentrovat analyty. Používají se komerčně dostupné míchadla (různé tloušťky stacionární fáze; různé velikosti) značená Twister (Obr. 12). Analyty z míchadla se desorbují s použitím tepelné desorpce (tepelně desorpční jednotka TDU nebo tepelně desorpční systém TDS) ve spojení s GC nebo lze v případě tepelně labilních sloučenin použít i desorpci za použití rozpouštědla [86].



Obr. 12 Twister míchadla. Twister s polydimethylsiloxanem (PDMS) stacionární fází (vlevo) a Twister s polydimethylsiloxanem (PDMS)/ ethylenglykolem (EG) – kopolymer na inertní kovové mřížce pro mechanickou stabilizaci [87].

2.9.3 Extrakce tuhou fází

Příprava řady vzorků se tradičně skládá z několika kroků – rozpouštění vzorku, čištění a extrakce analytu vhodně vybranou metodou. V případě kapalných vzorků lze využívat LLE. Tato metoda se vyznačuje některými nevýhodami. Jedná se například o použití větších objemů organických rozpouštědel, s čímž je spojena toxicita a vyšší náklady. Dále může docházet ke vzniku emulzí, které se v případě vzniku musí dále odstraňovat například přidáním soli, zahříváním a chlazením dělicí nálevky, filtrací, odstředěním nebo malým přidáním jiného organického rozpouštědla. Snaha o odstranění těchto nedostatků vedle ve druhé polovině 20. století ke vzniku extrakce tuhou fází (Solid Phase Extraction – SPE), která

se mimo jiné řadí mezi metody, které lze automatizovat, oproti již zmíněné LLE technice [88, 89].

Extrakce tuhou fází je metoda používaná k přípravě vzorku, která v prvním kroku koncentruje a čistí analyt pomocí sorpce na tuhý sorbent umístěný v patronce nebo v disku (Obr. 13). V další fázi dochází k eluci analytu vhodným rozpouštědlem pro instrumentální analýzu. Metoda je vhodná pro plynné nebo kapalně vzorky [89].



Obr. 13 Dávkování vzorku na A) klasickou SPE kolonku, B) na disk [90].

Stejně jako u SPME, i zde se volí pro nejlepší retenci analytů podobná polarita fáze a separovaných sloučenin. Fáze používané pro SPE mohou být trojího typu. Mohou být použity:

- Normální fáze – polární: silikagel, oxid hlinitý, Florisil, polárně modifikovaný silikagel (CN, diol, NH₂)
- Reverzní fáze – nepolární: nepolárně modifikovaný silikagel (oktadecyl C₁₈, oktyl C₈ apod.)
- Iontoměniče: silikagel s chemicky vázaným

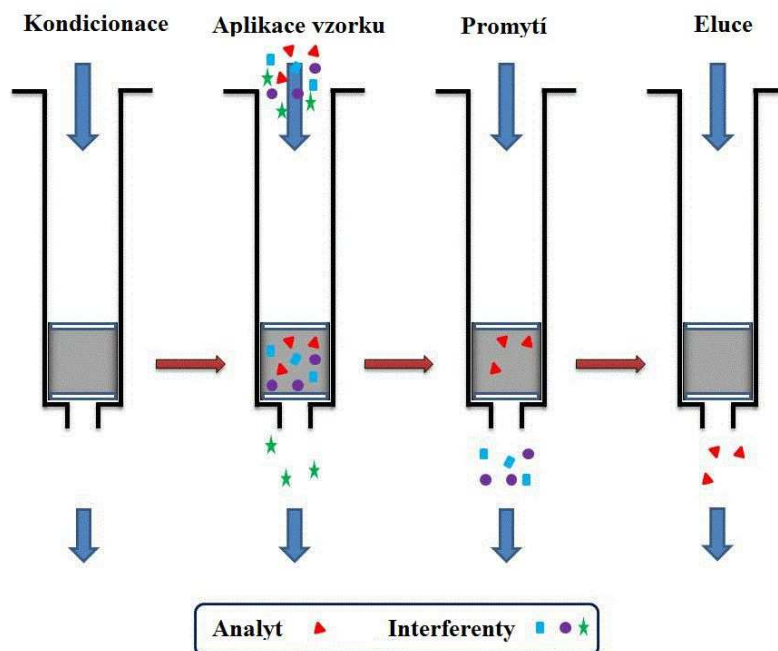
A) kladně nabitým modifikátorem (kvart. a sek. amin) = ANEXEM

B) záporně nabitým modifikátorem (benzen- nebo propylsulfonová kys.) = KATEXEM

Kromě povahy analytu je třeba zohlednit i volbu elučního rozpouštědla. a získat informace o případných interferentech, které se mohou vyskytovat v matici. [88].

Princip SPE je uveden na Obr. 14. V prvním kroku dochází k tzv. kondicionaci kolonky, kdy dochází k aktivaci pevné fáze pro interakci se vzorkem. Sorbent v SPE kolonce se promývá organickým rozpouštědlem v celkovém objemu několika mililitrů. Poté se kolonka proplachuje ještě rozpouštědlem podobným vzorku pro úpravu prostředí pro zpracováváný vzorek. V dalších krocích dochází k následujícím operacím: dávkování vzorku, promytí vhodným rozpouštědlem, sušení proudem interního plynu (dusíku) nebo vzduchem.

Posledním krokem je eluce zachycených analytů - dochází k promytí kolonky elučním rozpouštědlem a eluát je jímán a následně upravován [88].



Obr. 14 Schéma SPE [91].

2.9.4 Extrakce plynem

Extrakce plynem, neboli head-space analýza (Head-space Analysis – HS), je metoda obecně řazena mezi extrakční obohacovací techniky. Vzorek je umístěn v septem uzavřené nádobce do ustavení rovnováhy mezi plynnou a kapalnou, případně plynnou a pevnou fází. Plynný vzorek je následně odebrán plynotěsnou injekční stříkačkou nebo pomocí automatického dávkovače a nadávkován do plynového chromatografu [92].

Zatímco při statickém uspořádání head-space je odebírán pouze podíl z uzavřeného prostoru nad vzorkem, při dynamické head-space analýze je do prostoru nad vzorkem přiváděn inertní plyn, který následně prochází sorpční trubicí (pastí), ve které jsou zachycovány uvolněné těkavé sloučeniny. Látky jsou pak vedeny do separační kolony. Při "purge and trap" (P & T) analýze inertní plyn na rozdíl od dynamické head-space extrakce prochází vzorkem [92].

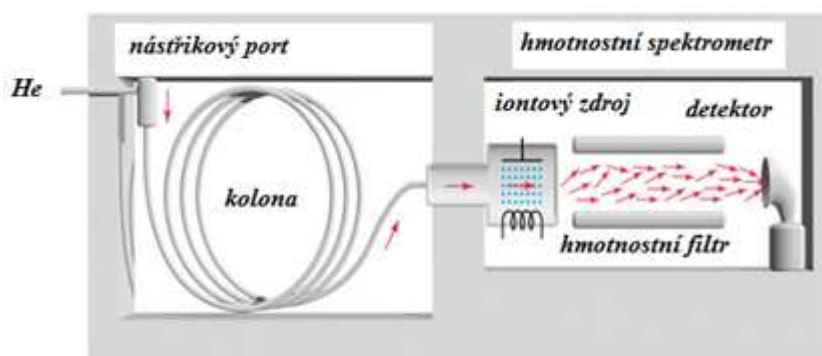
2.10 Separační metody

2.10.1 Konvenční plynová chromatografie s hmotnostní spektrometrií

Plynová chromatografie je separační analytická metoda, která zaujímá významnou roli v analýze těkavých látek. Mezi hlavní výhody této techniky patří relativně jednoduché provedení analýzy, účinná separace látek a malé množství vzorku potřebného ke kvalitativní nebo kvantitativní analýze.

Hmotností spektrometrie je rovněž analytická metoda. Cílem metody je převést molekuly na ionty, následně je rozlišit podle poměru hmotnosti a náboje (efektivní hmotnost, poměr m/z), zaznamenat relativní intenzity jednotlivých iontů a díky tomu identifikovat jednotlivé složky vzorku. Informace o struktuře látky nám poté poskytuje vzniklé hmotnostní spektrum. Metoda je mimořádně citlivá a vyžaduje minimální spotřebu vzorku [93].

Spojení plynové chromatografie s hmotnostní spektrometrií (GC/MS), uvedeno na Obr. 15, je v současnosti zcela rutinní záležitostí v oblasti analytické chemie, potravinářské chemie, biologie či biochemie. Kombinace plynového chromatografu a hmotnostního spektrometru nám umožňuje využívat specifickou detekci pro daný analyt a také získat informace o struktuře neznámé látky. Používá se výhradně spojení kapilárních kolon s chemickou (CI) nebo elektronovou ionizací (EI). Nejběžněji používané detektory jsou kvadrupólový analyzátor, iontová past nebo analyzátor doby letu. Dominantní výhodou spojení GC/MS je možnost porovnávání naměřených spekter s knihovnou hmotnostních spekter [93].



Obr. 15 Spojení GC-MS [94].

2.10.2 Multidimenzionální plynová chromatografie

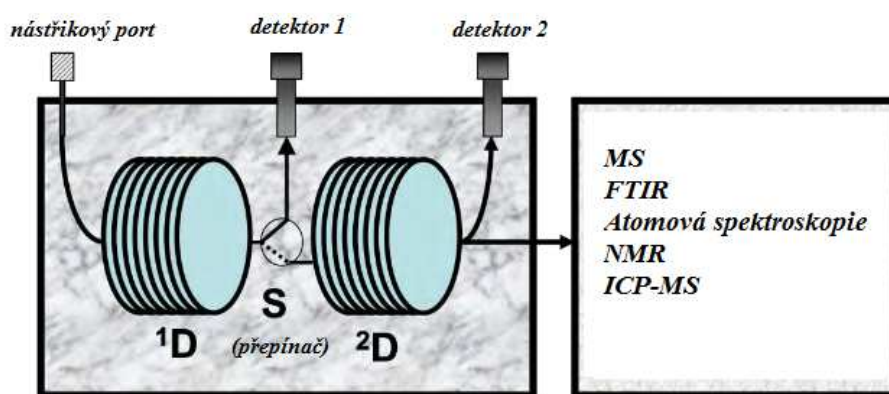
V komplexních maticích, jako jsou například surová ropa, potraviny, vzorky životního prostředí, biologické vzorky [95], esenciální vonné oleje, kosmetické produkty, je stanovení jednotlivých složek velmi obtížné, často i nereálné. Tyto vzorky mohou obsahovat řádově stovky až tisíce látek, které se mnohdy nepodaří od sebe separovat během jedné analýzy [96].

Významným pokrokem v chromatografii bylo zavedení právě multidimenzionální plynové chromatografie (značeno jako MDGC nebo také GC-GC). Spojení dvou stacionárních fází s různou selektivitou v sérii se stalo možným řešením pro analyty, které nemohou být separovány běžnou jednorozměrnou plynovou chromatografií (1D-GC). Proto začaly být vyvíjeny vícerozměrné (multidimenzionální) systémy. Vícerozměrné GC separace jsou klasifikovány jako multidimenzionální dvourozměrná „heart-cut“ GC (2D-GC) nebo komprehenzivní dvoudimenzionální GC (GC×GC) [97, 98].

Záměrem MDGC je

- zvýšení píkové kapacity,
- vysoké rozlišení pro izomery a enantiomery se speciální enantioselektivitou druhé kolony,
- lepší stanovení stopových složek eluovaných v blízkosti rozpouštědla nebo majoritních složek,
- vyvarování se vysokých teplot kolony pro eluci málo těkavých složek, které nejsou podstatné pro analýzu, a to použitím krátkých předkolon a/nebo zpětným proplachem [99].

Obr. 16 znázorňuje blokové schéma MDGC. Ventil nebo přepínací zařízení (S – přepínač) umožňuje, po předchozím výběru separované oblasti z první dimenze, přepnout do druhé dimenze. Zvolená zóna může být velmi úzká oblast nebo také širší oblast, záleží na požadavku separace. Vybrané sloučeniny poté eluují do druhé kolony, kde dochází ke zvýšení rozlišení nebo separace.

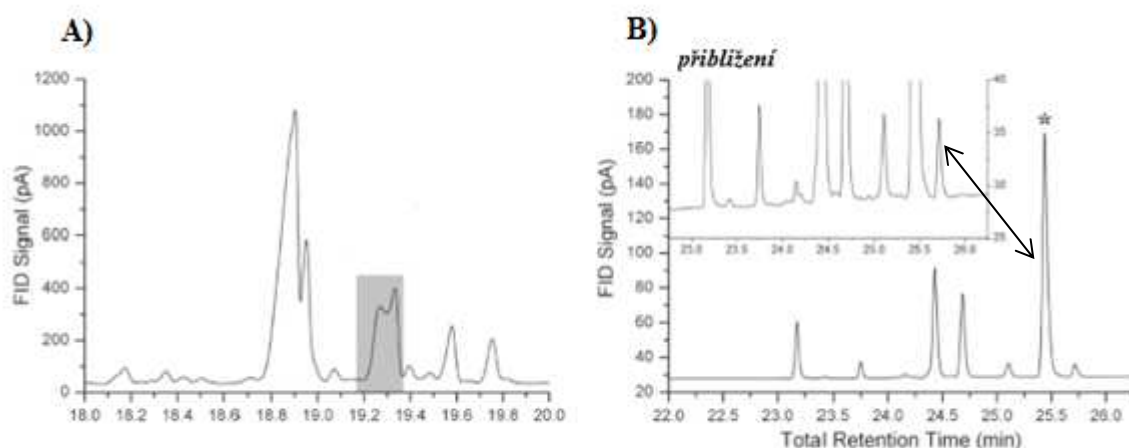


Obr. 16 Schéma MDGC systému [100].

MDGC systém lze využít pro chirální analýzu, kde je chirální kolona zapojena jako druhá dimenze. Na první, nechirální koloně jsou enantiomery nerozděleny a jsou zobrazeny jako "jeden pík" a k separaci jednotlivých enantiomerů dojde následně až v druhé dimenzi.

2.10.2.1 „Heart-cut“ GC (2D-GC)

„Heart-cutting“ 2D-GC, která selektivně přenáší část analytů z první kolony (1D , první dimenze) do druhé kolony (2D , druhá dimenze) za použití ventilu nebo přepínače dle Deanse, se nejlépe hodí pro izolaci a analýzu cílové sloučeniny přítomné v komplexních vzorcích [97]. Systém se skládá ze dvou kapilárních kolon zapojených v sérii vyznačujících se rozdílnou polaritou [101]. Názornou ukázkou lepšího rozlišení v druhé dimenzi je uveden na Obr. 17 [100]. Nevýhodou „heart-cut“ techniky je považována možnost posunů retenčních časů v závislosti na počtu a délce výřezů [102].



Obr. 17 „Heart-cut“ GC. Obrázek A) znázorňuje vybranou oblast z první dimenze. Obrázek B) znázorňuje záznam z druhé dimenze s výrazným zlepšením rozlišení [100].

2.10.2.2 Komprehenzivní dvoudimenzionální GC (GC×GC)

Komprehenzivní dvoudimenzionální plynová chromatografie je technika, která umožňuje separaci celého vzorku na dvou kolonách různé polaroty. Tato technika byla poprvé představena a provedena v roce 1991 Phillipsem a kol. [103] za použití termálního modulátoru umístěného mezi dvě sériově zapojené GC kolony. Obvykle první kolonou bývá nepolární kolona a v druhé dimenzi kolona středně polární nebo polární. Tímto zapojením rozdílně polárních kolon dojde k zajištění ortogonalit systému, která znamená rozdílné hodnoty retenčních časů látek v každé dimenzi. Dalšími podmínkami správně fungujícího GC×GC systému je dokončení dílčí analýzy v druhé dimenzi během modulační periody nebo nezhodnocení úrovně separace látek dosažené na první koloně analýzou na druhé koloně [103–106].

Na základě literatury GC×GC ve srovnání s 1D-GC má tři hlavní výhody:

- Vyšší píkovou kapacitu, kde výsledná teoretická píková kapacita je dána součinem píkových kapacit každé kolony, což znamená vzrůst píkové kapacity (účinnosti) až o několik řádů. Dochází k tomu na základě modulace píku, tzn., že v závislosti na délce modulační periody se klasický pík rozdělí na určitý počet velmi úzkých píků (60 – 100 ms). Jelikož součet ploch úzkých píků se musí v součtu rovnat ploše klasického píku, tak je jejich výška o několik řádů vyšší [103, 107].
- Zesílení (zvýšení) signálu díky zaostření analytu v modulátoru. Zapojení modulátoru do systému je nezbytnou podmínkou pro použití GC×GC. Základní dělení modulátorů je na termální a tlakové. Termální modulátory využívají pro záchyt eluentu zchlazení a opětovné ohřátí smyčky kapiláry. Tlakové modulátory obsahují ventil pro přepínání mobilní fáze mezi dvěma kapilárami. Modulátor vykonává funkci zachycení a zaostření malé frakce z první kolony a následnému nadávkování ji do druhé kolony a na základě toho dochází ke zvýšení signálu. Míra zvýšení signálu se může velmi lišit, tj. 2-70x. Rovněž se zesílením signálu souvisí zlepšení poměru signál/šum a snížení meze detekce.
- Schopnost produkovat strukturované chromatografy i ve složitých vzorcích, jako jsou například vzorky ropy a nafty, které obsahují řadu uhlovodíků. Tyto uhlovodíky jsou pak uspořádány na základě chemických tříd a počtu atomů uhlíků [103, 108, 109].

Vyhodnocení dat získaných z GC×GC je podstatně složitější než vyhodnocení v konvenční 1D-GC. Komprehenzivní dvoudimenzionální GC poskytuje data ve formátu běžném pro 1D-GC, a pro vyhodnocení musejí být data transformována speciálním programem.

Komprehenzivní dvoudimenzionální GC se využívá v řadě různých odvětví, například v potravinářství pro identifikaci a profilování tuků, olejů a esenciálních olejů a stanovení kontaminantů [110–114], v analýzách biologických vzorků [115, 116], organochlorovaných pesticidů [117] a polychlorovaných sloučenin v říčních vodách [118], nafty [119], v analýzách vzorků životního prostředí [41, 120], vzorků forenzní analýzy [121], vzorků drog [122, 123] a v řadě dalších aplikací.

Nejpoužívanějším typem spojení pro komprehenzivní plynovou chromatografii je kryogenní modulátor ve spojení s hmotnostním detektorem (GC×GC-TOF-MS) [124]. Dále se využívá také spojení s plamenově ionizačním detektorem (FID) [125], plamenově-fotometrickým detektorem (FPD) [126], atomovým emisním detektorem (AED) [127] atd.

2.10.3 Další techniky detekce těkavých látek

2.10.3.1 Plynová chromatografie - olfaktometrie

Spojením plynové chromatografie s olfaktometrií (GC/O) dochází ke vzniku hybridní techniky, která kombinuje separační schopnost plynové chromatografie se specifickou selektivitou a citlivostí lidského nosu. Toto spojení chemické a sensorické analýzy se využívá pro určení zápachu těkavých látek ve vzorku s cílem přiřadit relativní důležitost pro každou sloučeninu [128]. Využívají se lidští hodnotitelé, kteří detekují a vyhodnocují těkavé sloučeniny, které jsou postupně eluovány z GC pomocí speciálně navrženého portu. Hodnotitelé zkoumají jednotlivé sloučeniny čichem a určují u nich, zda jsou aromaticky aktivní, dobu působení vonného účinku, kvalitu a intenzitu vůně. Posuzovatelé tak nahrazují konvenční detektory, jako jsou například plamenově-ionizační (FID) nebo hmotnostní (MS) detektor. Sloučeniny ve velmi nízkých koncentracích (například sloučeniny síry s velmi intenzivní vůní) mohou být stanoveny lidským čichem, avšak nikoliv pomocí GC, jelikož se mohou vyskytovat v koncentracích pod mezí detekce přístroje [129, 130].

Lidský nos je vysoce selektivní a velmi citlivý detektor, který má teoretický limit detekce zápachu 10^{-19} mol. Pro vyhodnocení se používají minimálně dva až tři vyškolení hodnotitelé. Větší počet hodnotitelů odstraňuje nebo alespoň minimalizuje problémy v důsledku specifických ztrát čichu. Neexistuje žádný obecně akceptovaný postup školení pro GC/O hodnotitele [25]. Friedrich a kol. [131] navrhli, že standardní sada 40 aromatických látek by měla dostatečně pokrýt veškeré kategorie vůní. Sady standardů normálně obsahují 10 až 20 aromaticky aktivních sloučenin, které se používají k výcviku hodnotitelů. Školení hodnotitelů obvykle trvá alespoň 3 až 6 týdnů, pokud měli hodnotitelé předchozí zkušenosti v sensorické analýze nebo GC/O zkušenosti. Není možné využívat hodnotitele, kteří nemohou pravidelně vyhodnocovat nebo nejsou schopni rozpoznat některé z tréninkových sloučenin. Existuje celá řada návrhů olfaktometrů, které byly vyvinuty pro hodnocení těkavých aromatických látek. Některé jednotky jsou prodávány samostatně a jiné jsou prodávány pouze jako součást kompletu. Avšak všechny mají jednu společnou funkci – umožňují poskytovat zvlhčený vzduch, který je přidáván do výstupního proudu z GC kolony. Účelem zvlhčeného vzduchu je zabránění dehydratace nosní sliznice hodnotitele, jelikož z GC kolony odcházejí ohřáté plyny při vysoké teplotě, až 250 °C. Některé návrhy rovněž umožňují přidání neutrálního doplňkového plynu, který by měnil celkovou rychlost plynné směsi. Uvádí se, že celková rychlost plynu zvyšuje přesnost detekce vůně. Dalším rozdílem mezi olfaktometrií je různá vzdálenost od vstupu přídatku zvlhčeného vzduchu k lidskému nosu. V některých

případech se zvlhčený vzduch přidává přímo do čichacího kužele jen několik centimetrů od nosu hodnotitele (Obr. 18). Jiné návrhy přidávají zvlhčený vzduch více než 50 cm před nos hodnotitele. Dalším, velmi důležitým, faktorem je vzdálenost mezi koncem GC kolony a nosem hodnotitele. V některých provedeních je tato vzdálenost pouhé 2 cm. Další provedení je založeno na základech FID detektoru, kdy efluent (výtokový plyn) vstupuje společně s rychle proudícím zvlhčeným vzduchem do trubky o průměru 1 cm a přibližné délky 80 cm. Pohodlí hodnotitele je rovněž faktor, který je potřeba brát v potaz. Doba vyhodnocení by měla být do 30 minut a hodnotitelé by měli být v takové pozici, aby soustředili svou pozornost výhradně za účelem detekce a popisu sloučenin [128, 132].

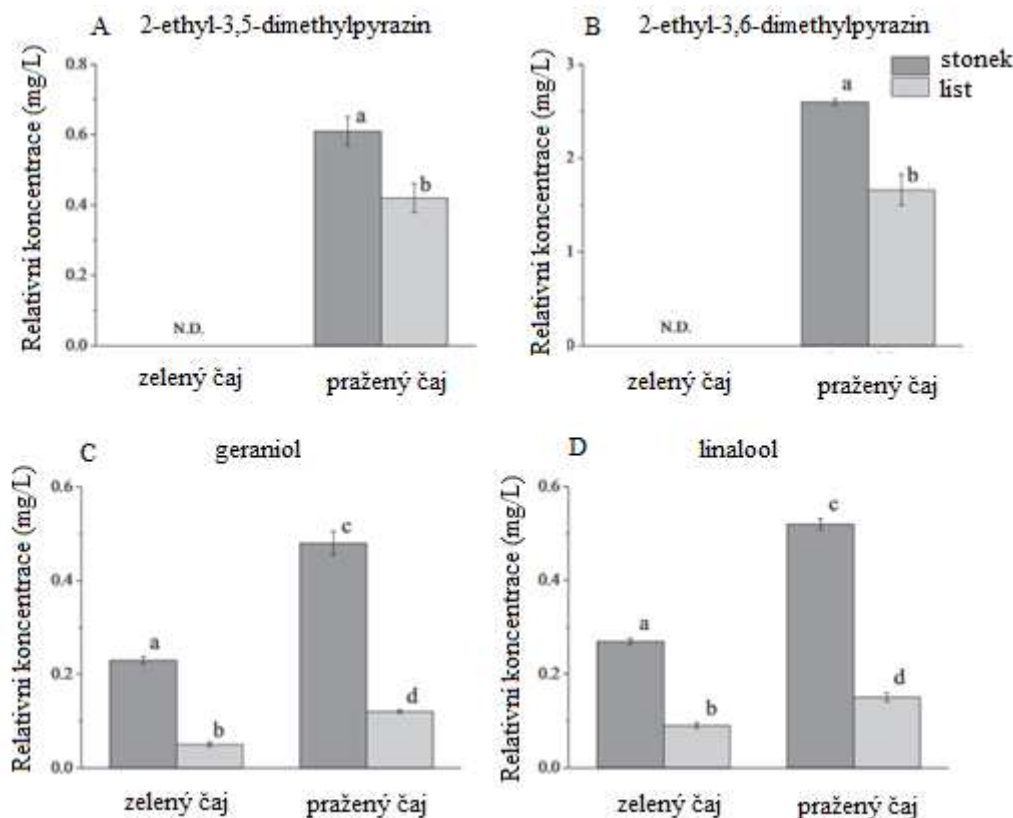


Obr. 18 Čichací kužel [132].

GC/O techniky se rozdělují podle toho, jestli zkoumají intenzitu vonných sloučenin (metoda OSME), zřed'ovací práh (CharmAnalysisTM; Aroma Extract Dilution Analysis – AEDA, Aroma Extract Concentration Analysis – AECA) nebo zda dochází ke zkoumání četnosti detekce (metody Nasal Impact Frequency – NIF; Surface of Nasal Impact Frequency – SNIF). Při použití metody AEDA se výsledek vyjadřuje jako relativní faktor ředěného aroma (Flavour Dilution – FD). FD je definováno jako nejvyšší ředění, při nichž sloučeniny mohou být ještě cítit. Ředěním vzorků se získávají různé hodnoty FD. Například, původní vzorek ředěný 4x dá FD = 4, dalším ředěním FD = 16 a pokračuje se dále na 64, 256, 1024 atd [133–135].

Sasaki a kol. [136], stejně jako Zhu a kol. [137] analyzovali čaje. Sasakiho skupina zkoumala rozdíly v aromatickém složení mezi praženým a zeleným čajem (stonky a listy). Aromatické látky v čajových odvarech byly analyzovány pomocí GC-MS, GC/O (AEDA metoda) a pro úpravu vzorku před analýzou použili SBSE metodu. Z celkového počtu 28 identifikovaných sloučenin, převážnou část tvořily pyraziny (např. 2-ethyl-3,5-dimethylpyrazin a 2-ethyl-3,6-dimethylpyrazin), jež zároveň prokazovaly nejvyšší FD faktory 4096 a 1024. Dále byly

rovněž detekovány i sloučeniny jako geraniol (FD = 256), linalool (FD = 64) nebo furaneol (FD = 64). Vůni praženého čaje projevovaly pyraziny, kdežto geraniol a linalool květinovou vůni a sladké aroma furaneol. Ukázka srovnání relativních koncentrací v mg/L (počítané z plochy píků vnitřního standardu cyklohexanolu) pro jednotlivé sloučeniny v praženém a zeleném čaji pro stonky a listy jsou na Obr. 19.



Obr. 19 Srovnání relativní koncentrace sloučenin v zeleném a praženém čaji pro stonky a listy [136].

2.10.3.2 Elektronický nos

Elektronický nos (E-nose) je zařízení, které se skládá z celé řady elektronických chemických senzorů se specifickým rozpoznávacím systémem, který je schopný rozpoznávat a detekovat jednoduché nebo složité vůně, pachy, aromatické a těkavé látky [138, 139]. Analyzují se vzorky ve všech skupenstvích – pevné, kapalné i plynné (head-space mód). Analyzátoři se skládají ze vzorkovacího systému (automatický, manuální, on-line), detekčního systému (senzory plynu MOS, ultra rychlá GC, ionizovaná MS) a systému pro sběr a zpracování dat [140].

Na Obr. 20 je uveden E-nos (Heracles II Alpha MOS, Toulouse, Francie) založený na ultra rychlé plynové chromatografii. Součástí přístroje je inkubační část, autosampler pro

automatické dávkování vzorků a chromatografická část, která se skládá ze dvou paralelně zapojených separační kolon rozdílné polarity, ale stejné délky (např. 10 m) a dvou ultra citlivých plamenově-ionizačních detektorů.



Obr. 20 Elektronický nos [141].

E-nosy jsou považovány za jednoduché, spolehlivé a robustní technologie využívány v mnoha praktických aplikacích. Zejména v potravinářském, kosmetickém, farmaceutickém průmyslu nebo v oblasti kontroly životního prostředí nebo v oblasti klinické diagnostiky [142]. E-nosy byly rovněž navrženy pro klasifikace, například jídla (maso a ryby), nápojů (víno, pivo, pálenky) a pro kontrolu kvality průmyslových výrobků [143]. Ke klasifikaci se využívají vícerozměrné statistické metody, které budou podrobněji popsány v kapitole 2.11.2.

2.11 Statistická analýza

2.11.1 Statistické plánování experimentu

Metoda plánování experimentu (Design of Experiment – DOE) se používá s cílem nalézt faktory (proměnné) a informace o nich potřebné, a to konkrétně míru významnosti každého z nich a určení i jejich úrovně, aby se dosáhlo optimálního a stabilního experimentu. Na počátku experimentu se určují faktory, vstupující do procesu, jež jsou pro sledovaný výstup rozhodující. Následně se pak nacházejí a nastavují optimální podmínky. Například, v HS-SPME se mohou volit jako vstupní faktory doba extrakce, teplota extrakce, objem vzorku, množství přídavku soli apod [144, 145].

Nastavení vstupních parametrů (faktorů) je DOE uskutečňováno strategicky a tvoří plán experimentu. Pro přehlednost je užitečné si plán experimentu převést do kódovaného značení. Je-li každý faktor dvouúrovňový, pak se faktory při spuštění procesu mění jen na dvou úrovních. Dolní úroveň se značí kódem "-1" a horní úroveň "+1" a nazývají se tzv. kódované hodnoty faktorů. Původní proměnné lze převést na kódované hodnoty pomocí jednoduchého algoritmu, jež uvádí rovnice (1),

$$x_c = \frac{x_0 - \frac{x_{max} + x_{min}}{2}}{\frac{x_{max} - x_{min}}{2}} \quad (1)$$

kde x_0 proměnná x v původních jednotkách,
 x_c kódovaná proměnná,
 x_{max} horní úroveň původních proměnných x ,
 x_{min} dolní úroveň původních proměnných x .

Pro kvalitativní proměnné je převod zbytečný, jelikož tyto proměnné nabývají jen dvou hodnot [144, 145].

2.11.1.1 Úplný faktorový plán a centrálně kompozitní plán

Plán experimentu je tvořen souborem všech pokusů [144]. Počet pokusů je závislý na množství proměnných a hodnotách bodů těchto proměnných (Tab. 1) [146]. Ze vztahu (2) se určuje počet pokusů pro úplný faktorový plán se dvěma úrovněmi

$$n = 2^k \quad (2)$$

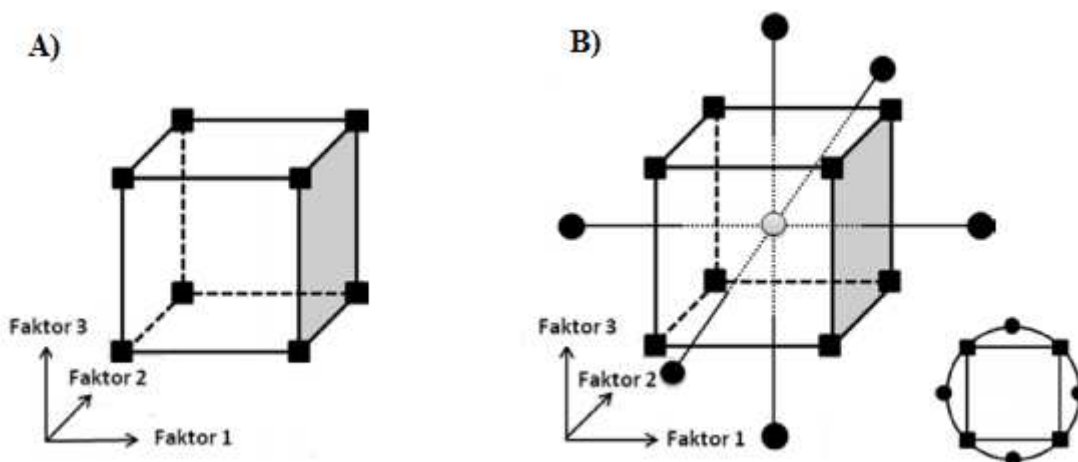
kde n je celkový počet pokusů experimentu, k značí počet faktorů. Úplný faktorový plán se dvěma úrovněmi používá značení daného faktoru pro dolní úroveň kód "-1" a horní úroveň "+1" [145]. Obr. 21 (A) znázorňuje úplný faktorový pokus, kde $n = 2^3$ (2 úrovně, 3 faktory) [146]. Úplný faktorový plán se 3 faktory se používá pro lineární závislosti mezi faktory.

Tab. 1 Počet pokusů pro úplný faktorový plán a CCD.

Počet faktorů k	Úplný faktorový plán	RSM	CCD
	(2 úrovně)	(3 úrovně)	(3 úrovně)
2	$2^2=4$	$3^2=9$	$2^2+2\cdot 2+1=9$
3	$2^3=8$	$3^3=27$	$2^3+2\cdot 3+1=15$
4	$2^4=16$	$3^4=81$	$2^4+2\cdot 4+1=25$

V případech, kdy lineární model není dostačující pro řešení dané úlohy, volí se následně faktorový plán se 3 úrovněmi – metoda odezvové plochy, tzv. RSM plány (Response Surface Methodology), které umožňují zakreslení zakřivení plochy a poskytují polynomy vyšších řádů závislostí jednotlivých složek. Pro 3 úrovně tak vzrůstá i počet pokusů. Na Obr. 21 (B) je zobrazena jedna z RSM verzí, a to centrálně kompozitní plán se 3 faktory (Central Composite Design – CCD) [146, 147]. Z Obr. 21 (B) je také zřejmé, že s rostoucím počtem bodů do

středů stran čtverce (pro $k = 2$) nebo průmětem středu stěny krychle na povrchu koule ve vzdálenosti α (hodnota závislá na množství faktorů ovlivňující daný pokus a na zvolené struktuře pokusu) vzniká rozšířený model s nižším počtem pokusů $2^k + 2k + 1$ [147].



Obr. 21 A) Schéma úplného faktorového plánu pro 3 faktory. B) Schéma centrálně kompozitního plánu pro 3 faktory [147].

2.11.1.2 Neúplný faktorový plán

Úplné faktorové plány zvyšují počet experimentů s každou další proměnnou. Použití neúplného faktorového plánu vede k úspoře v počtu nutných experimentů a dochází tak k zanedbání vzájemného působení proměnných. Srovnání plného a neúplného faktorového plánu je v Tab. 2. Zároveň dochází k možnosti, že pokud se zvolí špatná kombinace faktorů, tak může dojít ke skrytí důležitých interakcí. Existuje celá řada neúplných plánů, však za zmínku stojí uvést tzv. Plackettův-Burmanův plán [148].

Tab. 2 Srovnání úplného faktorového a neúplného faktorového plánu se třemi faktory na dvou úrovních [149].

Číslo pokusu	Úplný faktorový plán			Neúplný faktorový plán		
	Faktor					
	1	2	3	1	2	3
1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	-1	1	-1	-1
3	1	-1	1	-1	-1	1
4	1	-1	-1	-1	1	-1
5	-1	1	1			
6	-1	-1	1			
7	-1	1	-1			
8	-1	-1	-1			

2.11.1.3 Hvězdicový plán

Pro vyjádření zakřivení plochy je potřeba minimálně tří úrovně pro každý faktor, které jsou značeny "-1", "0" a "1", přičemž nula popisuje střední úroveň. Třífaktorový hvězdicový plán se skládá z centrálního bodu ve středu krychle a šesti bodů ve středu stěn krychle. Obecně tento experimentální návrh obsahuje $2n + 1$ bodů, kde n určuje počet faktorů [149].

2.11.2 Vícerozměrná statistická analýza

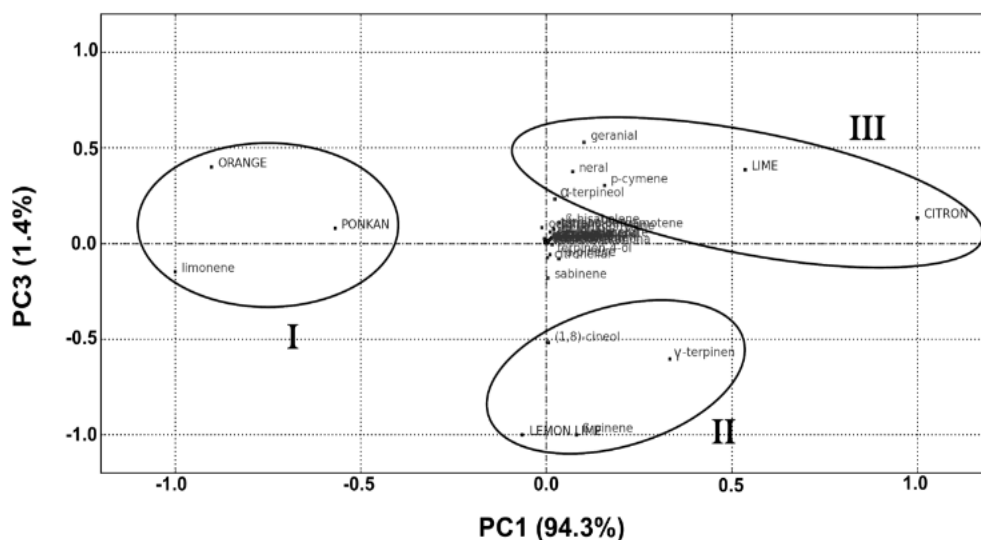
2.11.2.1 Analýza hlavních komponent

V roce 1901 byla poprvé zavedena Pearsonem metoda hlavním komponent (Principal Component Analysis – PCA). Tato jedna z nejstarších a nejvyužívanějších metod vícerozměrné analýzy se používá především pro zjednodušení popisu skupiny vzájemně lineárně závislých čili korelovaných znaků. V PCA nedochází k dělení znaků na závislé a nezávislé proměnné jako tomu bývá v regresní analýze. Ve statistické analýze experimentálních dat popisují Meloun a Militký [150] PCA techniku jako metodu lineární transformace původních znaků na nové, nekorelované proměnné, nazvané hlavní komponenty. Každá hlavní komponenta tak představuje lineární kombinaci původních znaků. Hlavní komponenty jsou charakteristické mírou variability neboli rozptylu. Dle důležitosti dochází k řazení hlavních komponent, a to dle klesajícího rozptylu (od největšího k nejmenšímu). Majoritní část informace o variabilitě původních dat je přitom soustředěna do první hlavní komponenty a nejméně informace je uvedeno v poslední komponentě. Existuje pravidlo, že má-li původní znak malý či dokonce nulový rozptyl, tak není schopen přispívat k rozlišení mezi objekty [150].

PCA se využívá pro explorativní (průzkumovou) analýzu, detekci odlehlých hodnot ("outlier detection"), redukce dimenzionality, grafické shlukování, klasifikaci a regresi [151].

PCA se využívá pro snížení dimenze úlohy čili k redukci počtu znaků bez velké ztráty informace, a to užitím pouze prvních několika hlavních komponent. Podstatné je, že tímto snížením dimenze úlohy nedochází ke snížení počtu původních znaků a je to tedy výhodné především pro zobrazení vícerozměrných dat. Dále se předpokládá, že nevyužité hlavní komponenty obsahují malé množství informace z důvodu příliš malého rozptylu.

Grafickým vyhodnocením analýzy hlavních komponent může být například indexový graf úpatí vlastních čísel (Scree Plot); graf komponentních vah, zátěží (Plot Components Weights); rozptylový diagram komponentního skóre (Scatterplot), dvojný graf (Biplot) (Obr. 22) a další [150].



Obr. 22 Použití dvojného grafu pro analýzu různých esenciálních citrusových olejů [152].

2.11.2.2 Faktorová analýza

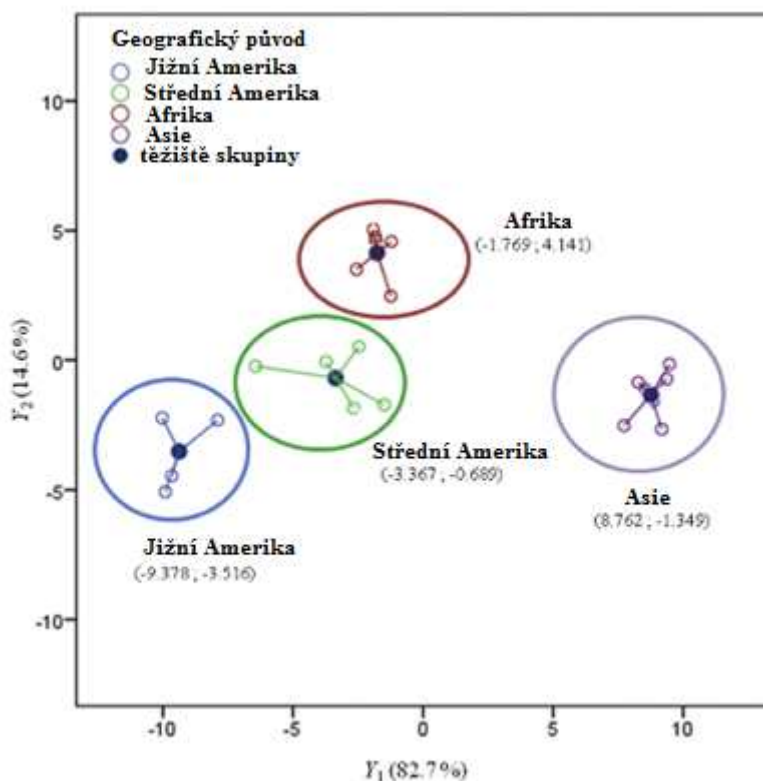
Existují rozdíly mezi analýzou hlavních komponent a faktorovou analýzou (Factor Analysis – FA). Zatímco PCA objasňuje pouze rozptyl původních proměnných, tak FA se zabývá několika body, a to: snaží se objasnit kovariance a korelace původních proměnných pomocí několika společných faktorů; pracuje s předpokladem, že vstupující proměnné lze vyjádřit jako lineární kombinace malého počtu společných skrytých faktorů a jediného chybného faktoru a redukuje počet původních proměnných, stejně jako tomu je i v případě PCA [153, 154]. Kromě redukce dat, FA se využívá také k sumarizaci dat, aby vysvětlila a usnadnila jejich pochopení rapidně menším počtem latentních proměnných, než je počet původních znaků [150].

2.11.2.3 Diskriminační analýza

Zatímco analýza hlavních komponent, faktorová analýza nebo kanonická korelační analýza jsou metody spadající do kategorie statistických metod pro určení struktury ve znacích a objektech, tak diskriminační analýza (Discriminant Analysis – DA) spadá do klasifikačních metod. Kromě DA, do této skupiny patří také logistická regrese (Linear Regression – LR), analýza shluků (Cluster Analysis – CLU) nebo mapování objektů vícerozměrným škálováním (MultiDimensional Scaling – MDS) [150].

Diskriminační analýza je založena na hodnocení rozdílů mezi dvěma nebo více skupinami objektů charakterizovaných více znaky. Cílem je klasifikovat objekty do skupin na základě porovnávání znaků objektů se znaky ostatních objektů. De Toledo a kolektiv [155] použili diskriminační analýzu pro odhalení původu pražené kávy s cílem vytvořit nástroj pro kontrolu

kvality produktů souvisejících s kávou. Nejúčinnější způsob, jak sledovat kvalitu kávy a místo původu je prostřednictvím analýzy těkavého složení, které mohou mít spojitost s výsledným aroma ze zkušenosti zákazníka. Diskriminační analýza byla aplikována na 25 kávových vzorků se zaměřením identifikovat klíčové složky a rozlišit vzorky podle místa původu (Brazílie) nebo kontinentu (Asie, Afrika, Střední Amerika, Jižní Afrika), viz Obr. 23.



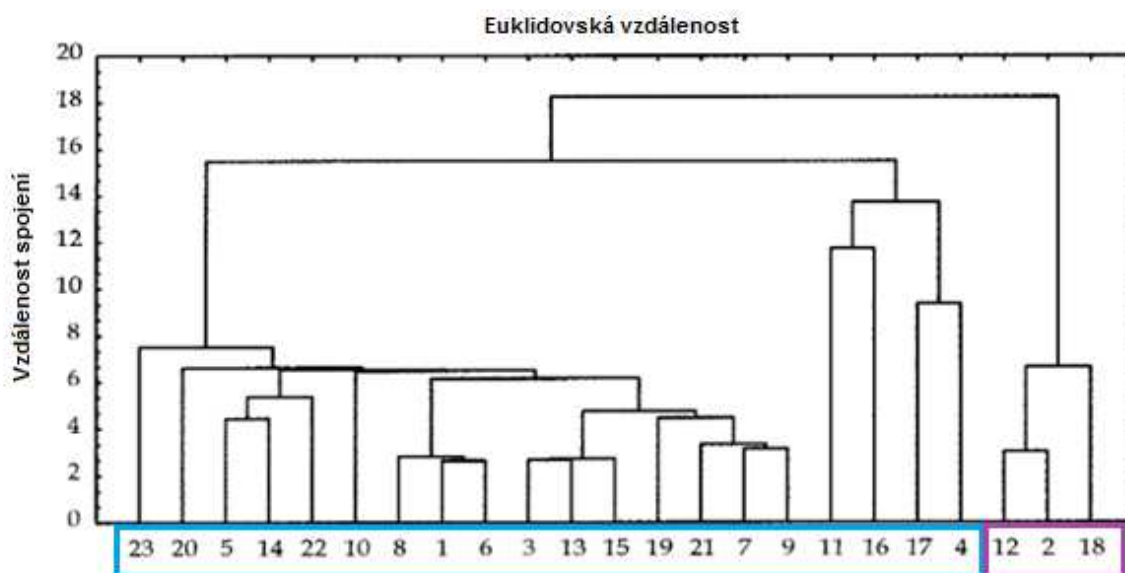
Obr. 23 Graf diskriminačního skóre pro vzorky kávy a čtyř geografických oblastí [155].

Z předběžné studie určili pyridin jako standard pro normalizaci. Model se skládal ze tří diskriminačních funkcí založených na 18 statisticky významných sloučeninách tak, aby vzorky kávy byly klasifikovány podle kontinentu. Přesněji se model opíral o sloučeniny s vysokou hodnotou zápachu: 2,3-butandion; 2,3-pentadion; 2-methylbutanal a 2-ethyl-6-methylpyrazin. Model, založený pouze na osmi vybraných sloučeninách s vysokou hodnotou zápachu, byl zároveň schopný rozlišit vzorky brazilské kávy s původem z Ameriky.

2.11.2.4 Shluková analýza

Vícerozměrná metoda s cílem klasifikovat objekty do tříd čili *shluků* se nazývá shluková analýza (Cluster Analysis – CLU). Záměr metody je shlukovat podobné (příbuzné) objekty do skupin, které se liší od objektů v jiných skupinách. Čím větší podobnost v rámci skupiny, a tedy tím větší rozdíl mezi skupinami, tím dochází k lepšímu nebo výraznějšímu

shlukování. Výstupem shlukové analýzy jsou tzv. *dendrogramy* (hierarchické shlukování). V klasifikace rostlin a živočichů se shluková analýza nazývá numerická taxonomie [150]. Identifikaci vztahu, po nalezení shluků objektů, a tím i struktury mezi objekty, je jedním ze zásadních cílů CLU v praxi. Příklad lze uvést na analýze esenciálních olejů z italského koření oregana. Russo a kol. [156] shromáždili 24 vzorků oregana volně rostoucího v Kalábrii (jižní Itálie) lišící se v klimatických podmínkách, nadmořské výšce a v době sběru. Esenciální oleje byly připraveny v Clavengerově aparatuře a analyzovány pomocí GC-MS a GC-FID. Použitím hierarchické CLU byly pozorovány 4 hlavní skupiny (Obr. 24), které byly rozděleny do dvou hlavních chemotypů (thymol a karvakrol chemotypy) a dvou mezilehlých chemotypů (thymol/karvakrol a karvakrol/thymol), ve kterých převažuje buď thymol nebo karvakrol.



Obr. 24 Shluková analýza esenciálních olejů koření oregana [156].

Karvakrol chemotypy jsou zastoupeny ve vzorcích č. 18, 2, 12, které se liší v roce sběru – vzorky č. 12 a 18 v roce 1995, kdežto vzorek č. 2 v roce 1994. Thymol/karvakrol chemotyp obsahuje vzorky č. 11 a 16, zatímco karvakrol/thymol chemotyp obsahuje vzorky č. 4 a 17. Vzorky č. 11 a 4 byly sbírány v roce 1994, kdežto vzorky č. 16 a 17 o rok později.

2.12 Výpočet retenčních indexů separovaných látek

Retenční chování sloučeniny na chromatografické koloně je charakterizováno třemi parametry, tj. retenčním časem, retenčním faktorem a relativní retencí. Retenční čas je obecně ovlivněn lineární rychlostí nosného plynu, teplotou, fázovým poměrem a délkou a druhem kolony. Pro identifikaci sloučenin je možné použití retenčních dat, a to přesněji retenčních indexů. Existují dva druhy retenčních indexů. Pro izotermické analýzy se používají Kovatsovy retenční indexy, jež využívají logaritmu retenčních časů a vypočítají se dle rovnice 3. V případě chromatografické analýzy s teplotním programem se využívá vztah pro výpočet lineárních retenčních indexů podle van den Doola a Kratze (rovnice 4). V tomto případě nejsou retenční časy logaritmovány. V obou případech se k výpočtu využívá retenčních časů homologické řady standardů, nejčastěji n -alkanů, změřených za stejných chromatografických podmínek, jako vzorek [157].

Výpočet Kovátsova retenčního indexu:

$$RI = 100z + 100 \cdot \frac{\log X_s - \log X_z}{\log X_{(z+1)} - \log X_z} \quad (3)$$

kde RI je retenční index neznámé sloučeniny, " S " je neznámá sloučenina a " Z " je počet uhlíků. " X " může být retenční čas nebo retenční objem.

Výpočet retenčního indexu dle van den Doola a Kratze:

$$RI = 100z + 100 \cdot \frac{RT(x) - RT(z)}{RT(z+1) - RT(z)} \quad (4)$$

kde $RT(x)$ je retenční čas neznámé sloučeniny, $RT(z)$ retenční čas n -alkanu eluovaného před sloučeninou " x ", $RT(z+1)$ retenční čas n -alkanu eluovaného po sloučenině " x ".

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Okvětní lístky růží

Analýza sušených okvětních lístků růží byla provedena za účelem extrakce těkavých sloučenin pomocí HS-SPME/GC-MS. Součástí práce byla optimalizace podmínek extrakce, její vyhodnocení a aplikace optimálních podmínek na reálné vzorky. Práce byla zaměřena především na identifikaci a semikvantifikaci sloučenin.

3.1.1 Experimentální část

3.1.1.1 Chemikálie

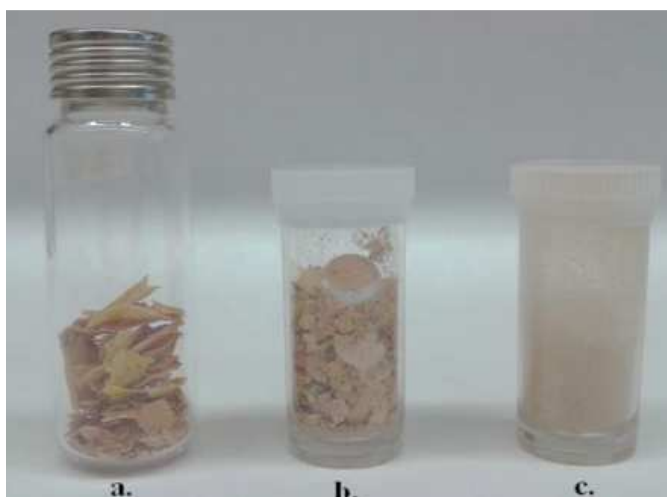
Byla použita homologická řada *n*-alkanů C₈-C₂₀ (*n*-hexan, konc. 40 mg/l) a *n*-alkanů C₂₁-C₄₀ (toluen, konc. 40 mg/l) (obojí od Sigma Aldrich, Praha, ČR). Byly použity rozpouštědla acetonitril (p.a.), methanol pro HPLC (čistota ≥ 99,9 %), *n*-hexan (p.a.), toluen (p.a.) (vše od Sigma Aldrich, Praha, ČR). Helium (čistota 5.0), oxid uhličitý potravinářský (čistota 4.5), oxid uhličitý potravinářský (čistota 2.8), dusík (čistota 4.0) byly použity od Linde Gas a.s. (Praha, ČR).

3.1.1.2 Vzorky

Růžové lístky byly získány z květinářství Květinový ráj z Kostelce nad Orlicí. Byly analyzovány vzorky s názvy růží: *Rosa Mariyo*; *Rosa Rhodos*; *Rosa Sudoku*; *Rosa Tara*; *Rosa Tacazzi*; *Rosa Deep Purple*. Růže byly dovezeny z Nizozemska v období říjen 2014 až březen 2015.

3.1.1.3 Příprava vzorku

Okvětní růžové plátky (*Rosa genus*) byly usušeny na filtračním papíře při laboratorní teplotě v rozmezí 20-25 °C. Sušina byla změřena pomocí analyzátoru vlhkosti KERN MLB50-3 (Kern, Balingen, Německo). Sušina jednotlivých vzorků se pohybovala v rozmezí 82,3-86,1 %. Usušené lístky byly rozemlety na prášek pomocí homogenizátoru 5100 Mixer Mill (SPEX SamplePrep, Metuchen, NJ, USA). Fáze přípravy vzorku jsou uvedeny na Obr. 25.



Obr. 25 Fáze přípravy vzorku; a) vzorek po rozdrocení v hmoždíři; b) vzorek spolu se skleněnými kuličkami po krátkém mletí; c) rozemletý vzorek

3.1.1.4 HS-SPME

Extrakce i desorpce sloučenin probíhala pomocí autosampleru AOC-5000 Plus (Shimadzu, Kyoto, Japonsko), jehož součástí jsou agitátor a čisticí jednotka. Pro extrakci těkavých sloučenin bylo použito vlákno Stable Flex 1cm 50/30 μm DVB/CAR/PDMS (Bellefonte, PA, USA). Na základě výsledků z optimalizace extrakčních parametrů (navážky vzorku, teploty a doby extrakce) probíhaly experimenty ve 20 ml odměrných vzorkovacích nádobkách s teflonovým septem (Supelco, Bellefonte, PA, USA). Po navážení 0,7 g vzorku do nádobek probíhala extrakce sloučenin při teplotě 90 °C po dobu 60 minut. Před zahájením další extrakce bylo SPME vlákno tepelně čištěno při teplotě 250 °C po dobu 15 minut.

3.1.1.5 GC-MS

Sorbované sloučeniny byly separovány a identifikovány plynovým chromatografem GC-2010 Plus ve spojení s hmotnostním detektorem TQ-8030. Vzorky byly dávkovány pomocí automatického dávkovače AOC-5000 Plus (vše od Shimadzu, Kyoto, Japonsko). Dávkování vzorků probíhalo v režimu splitless. K separaci analytů byla použita kapilární kolona SLB-5ms (délka 30 m, průměr 0,25 mm a tloušťka stacionární fáze 0,25 μm , Supelco, Bellefonte, PA, USA). Nosným plynem bylo helium 5.0 s nastavenou konstantní lineární rychlostí 30 cm/s. Teplota nástřiku a převodníku do MS byla nastavena na 230 °C. Teplotní program pro analýzu byl následující – 40 °C (5 min), nárůst po 3 °C/min do 280 °C (15 min). Hmotnostní spektrometr byl nastaven v režimu elektronové ionizace 70 eV ve skenovacím módu a byly měřeny ionty s m/z 45-500. Identifikace sloučenin byla provedena na základě vypočítaných a tabelovaných retenčních indexů a také porovnáním s hmotnostními spektry

uvedenými v knihovných NIST 11, Wiley 209, FFNSC 2. Pravděpodobnostní shoda spekter byla minimálně 80 %.

3.1.2 Výsledky a diskuze

3.1.2.1 Optimalizace extrakčních podmínek

Na začátku experimentu byly vybrány optimalizované parametry pro HS-SPME proces, které zásadně ovlivňují extrakční proces těkavých sloučenin. Doba a teplota sorpce byly vybrány na základně faktu, že výrazně ovlivňují tlak par a rovnováhu aromatických sloučenin v head-space prostoru [158]. Maximální účinnosti extrakce dochází při dosažení rovnovážného stavu, avšak v některých případech nedochází k ustálení rovnováhy ani po několika hodinách, a proto lze volit kratší extrakční dobu v řádech desítek minut. Dále byla vybrána navážka analyzovaného vzorku jako další možný zkoumaný parametr.

Návrh experimentu byl proveden pomocí centrálního kompozitního plánu (CCD) v softwaru Statistika 12 (StatSoft, Praha, ČR). Nezávislé proměnné byly doba extrakce (20, 40 a 60 minut), teplota extrakce (50, 70 a 90 °C) a množství vzorku (0,3; 0,5 a 0,7 g). Celkem bylo provedeno 20 experimentů v daném pořadí (Tab. 3), které byly vygenerovány pomocí softwaru. Pro optimalizaci podmínek byla použita mletá forma lístků růže *Rosa Mariyo*.

Chemické složení růží (růžových okvětních lístků) je velmi rozmanité. Byla zvolena dvě SPME vlákna, která jsou výrobcem doporučena pro extrakci těkavých sloučenin - 100 µm PDMS a 50/30 µm DVB/CAR/PDMS. DVB/CAR/PDMS vlákno je charakteristické pro extrakci těkavých a středně těkavých látek v rozsahu molekulových hmotností látek MW 40 - 275. Nepochární PDMS vlákno je rovněž použitelné pro extrakci těkavých sloučenin (MW 60-275).

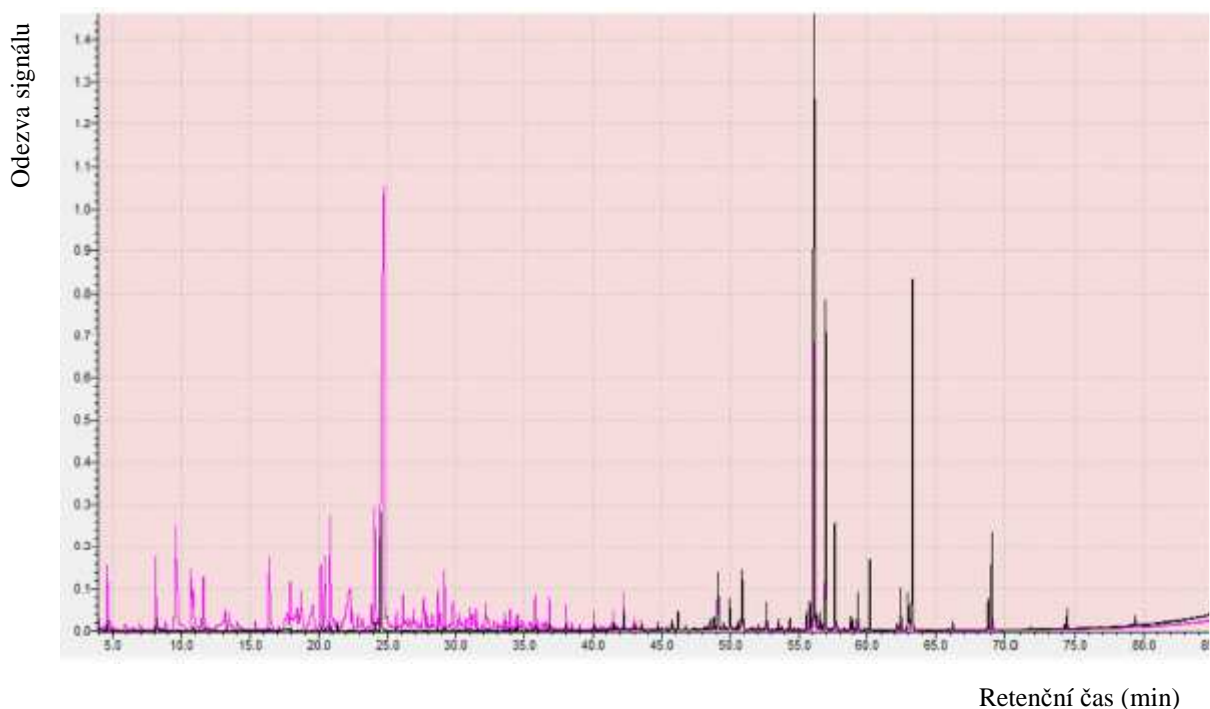
Dále bylo zvažováno, zdali použít pouze drcenou, mletou nebo případně obě formy vzorku. Po proměření mleté, i drcené formy bylo zohledněno několik faktorů pro výběr jedné formy. Mezi tyto faktory patřila jednak časová náročnost experimentu a počet detekovaných píků (Tab. 4). V příloze (Obr. 1-12) jsou uvedeny chromatogramy srovnání mleté a drcené formy pro všechny analyzované vzorky. Optimalizace podmínek probíhala na obou typech SPME vlákna a pomocí jednoho mletého typu růže, a to na růži *Rosa Mariyo*.

Tab. 3 Návrh experimentu

Pokus	Blok	Doba extrakce (min)	Teplota extrakce (°C)	Teoretická navážka (g)	Reálná navážka (g)
1	1	28	58	0,3800	0,3813
2	1	28	82	0,6200	0,6152
3	1	52	58	0,6200	0,6155
4	1	52	82	0,3800	0,3812
5(C)	1	40	70	0,5000	0,5033
6(C)	1	40	70	0,5000	0,5004
7	2	28	58	0,6200	0,6148
8	2	28	82	0,3800	0,3802
9	2	52	58	0,3800	0,3788
10	2	52	82	0,6200	0,6179
11(C)	2	40	70	0,5000	0,4931
12(C)	2	40	70	0,5000	0,4964
13	3	20	70	0,5000	0,4993
14	3	60	70	0,5000	0,4978
15	3	40	50	0,5000	0,4967
16	3	40	90	0,5000	0,4986
17	3	40	70	0,3000	0,2955
18	3	40	70	0,7000	0,7023
19(C)	3	40	70	0,5000	0,4994
20(C)	3	40	70	0,5000	0,4946

Vyhodnocení optimálních podmínek bylo provedeno pomocí softwaru Statistika 12 a bylo zkoumáno z pohledu počtu a sumy plochy všech detekovaných píků v jednotlivých chromatogramech, a to pro oba druhy vláken.

Porovnání chromatogramů extraktů pro obě vlákna, 50/30 μm DVB/CAR/PDMS a 100 μm PDMS vlákno, je uvedeno na obrázku Obr. 26. Na záznamu chromatogramu je znázorněno srovnání extrakce sloučenin pro obě vlákna pro mletou formu vzorku. V první polovině chromatogramů je možné pozorovat extrakci těkavějších sloučenin (účinnější pomocí 50/30 μm DVB/CAR/PDMS vlákna) a v druhé polovině méně těkavější sloučeniny (účinnější pomocí 100 μm PDMS vlákna). I přes to je patrné, že dochází k extrakci několika stejných sloučenin jak za použití DVB/CAR/PDMS vlákna, tak i PDMS vlákna. Například lze uvést sloučeniny jako 2-ethyl-hexan-1-ol, benzylalkohol, linalool, nonanal, eugenol, safranal, α -terpineol ad. V případě srovnání ploch píků extrahovaných sloučenin, lze konstatovat, že plochy píků byly obecně větší v případě použití DVB/CAR/PDMS vlákna než při aplikaci PDMS vlákna (Tab. 4). Těkavější sloučeniny zaujímaly větší plochu píků při nižší teplotě, kdežto pro méně těkavé sloučeniny byla plocha píků vyšší v případě vyšší teploty.



Obr. 26 Porovnání chromatogramů extraktů pro 50/30 μm DVB/CAR/PDMS (růžová) a 100 μm PDMS vlákno (černá) pro vzorek Rosa Mariyo. Podmínky analýzy: SLB-5ms kolona (délka 30 m, průměr 0,25 mm a tloušťka stacionární fáze 0,25 μm). Teplotní program: 40 $^{\circ}\text{C}$ (5 min), nárůst po 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ do 280 $^{\circ}\text{C}$ (15 min). Extrakce sloučenin při teplotě 90 $^{\circ}\text{C}$ po dobu 60 min s navázkou vzorku 0,7 g.

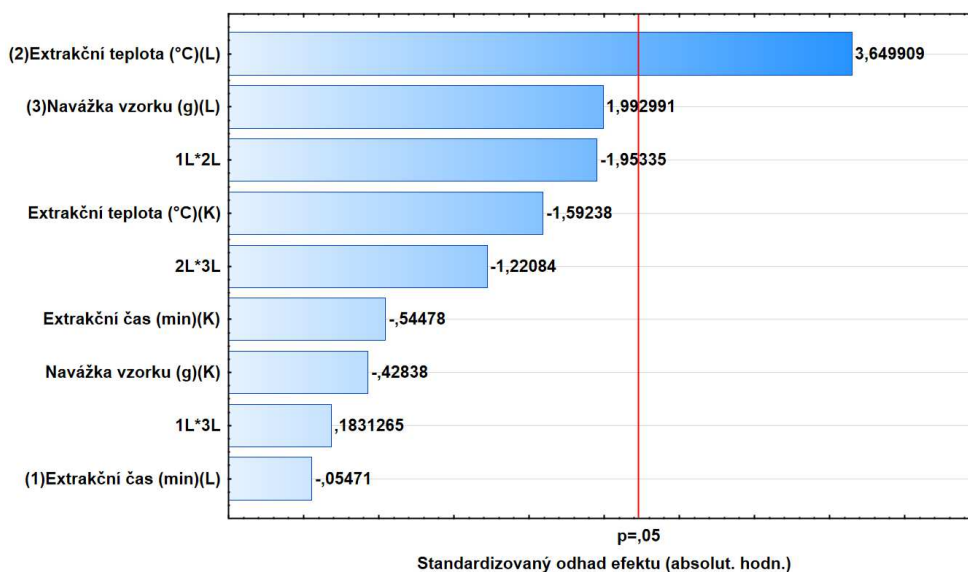
Tab. 4 uvádí vyhodnocení počtu píků a souhrnou plochu detekovaných píků získaných extrakcí sloučenin za stejných podmínek. Z výsledků uvedených ve zmiňované tabulce je patrné, že lepší výsledky vykazovalo DVB/CAR/PDMS vlákno, jak už v počtu, tak i v celkovém součtu ploch všech detekovaných píků. Kromě srovnání počtu a ploch píků byla provedena analýza rozptylu (Anova tabulka) a Paretův graf efektů pro obě vlákna. Metoda analýzy rozptylu byla použita za účelem ověření, zdali vybrané parametry (teplota extrakce, doba extrakce a navážka vzorku) mají statistický význam. Součástí analýzy rozptylu je i tzv. p-hodnota. Zhodnocením velikosti p-hodnoty se určuje, zda je výsledek testu významný či nikoliv. Nejčastěji bývá p-hodnota porovnávána s hodnotou 0,05 (nejběžnější hladina testu). Statisticky významný parametr nabývá p-hodnoty menší než 0,05. Tabulky vyjadřující významnost a analýzu rozptylu modelu pro jednotlivá vlákna jsou uvedeny v příloze (Tab. 1-4).

Tab. 4 Výsledky optimalizace pro PDMS a DVB/CAR/PDMS vlákna

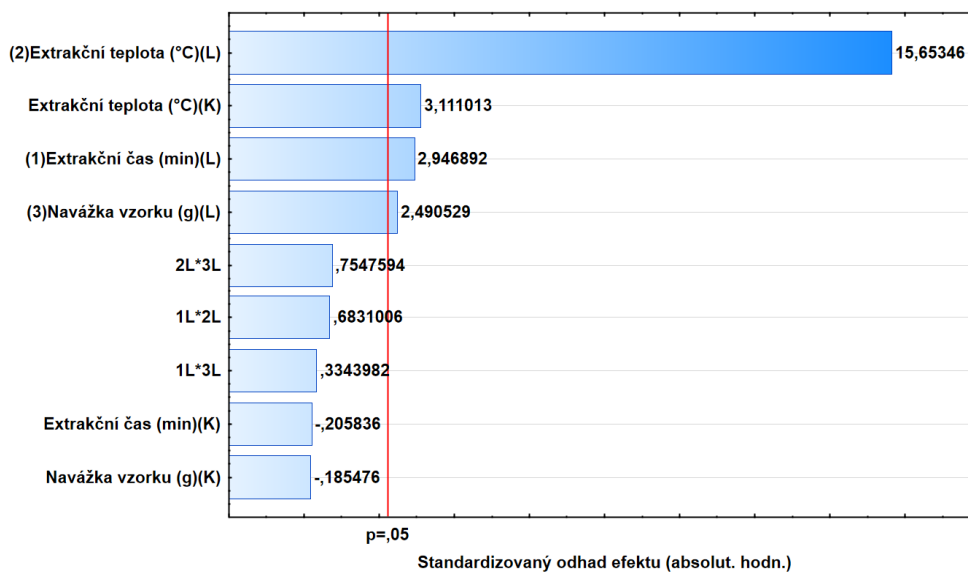
Pokus	Doba extrakce (min)	Teplota extrakce (°C)	Počet píků		Suma ploch všech píků	
			PDMS	DVB/CAR/PDMS	PDMS	DVB/CAR/PDMS
1	28	58	156	120	1,41E+08	3,02E+08
2	28	82	119	163	5,13E+08	8,62E+08
3	52	58	138	150	1,85E+08	4,40E+08
4	52	82	126	151	6,36E+08	8,48E+08
5(C)	40	70	131	157	3,00E+08	4,88E+08
6(C)	40	70	121	161	2,92E+08	5,21E+08
7	28	58	102	153	1,01E+08	2,59E+08
8	28	82	136	189	3,72E+08	6,38E+08
9	52	58	78	153	1,55E+08	2,52E+08
10	52	82	128	167	6,53E+08	9,00E+08
11(C)	40	70	122	167	1,67E+08	5,37E+08
12(C)	40	70	120	171	2,62E+08	5,85E+08
13	20	70	107	158	1,77E+08	4,03E+08
14	60	70	112	159	3,66E+08	5,74E+08
15	40	50	91	131	8,18E+07	1,82E+08
16	40	90	123	168	7,96E+08	1,10E+09
17	40	70	115	140	2,71E+08	4,47E+08
18	40	70	124	179	3,77E+08	5,31E+08
19(C)	40	70	123	153	3,52E+08	4,55E+08
20(C)	40	70	124	172	3,44E+08	4,79E+08

Paretův graf efektů, znázorňující význam jednotlivých experimentálních proměnných, je pro obě vlákna na Obr. 27 až Obr. 30. V případě DVB/CAR/PDMS vlákna můžeme pozorovat rozdíly v obou zkoumaných případech, tj. z pohledu počtu detekovaných píků (Obr. 27) i celkové plochy píků (Obr. 28). Jako statisticky významný parametr (p-hodnota < 0,05) se v případě počtu detekovaných píků prokázal pouze lineární člen parametru extrakční teplota. Vyhodnocením souhrnné plochy detekovaných píků byly z analýzy získány významné parametry, a to extrakční teplota, kvadratický člen parametru extrakční teplota, extrakční čas a navážka vzorku. Stejným způsobem byly vyhodnoceny i výsledky získané pro PDMS vlákno. Z pohledu počtu detekovaných píků zde byla významná dvoufaktorová interakce mezi hlavními lineárními efekty (extrakční čas a navážka vzorku) (Obr. 29). Na základě vyhodnocení celkové plochy detekovaných píků byly určeny jako významné

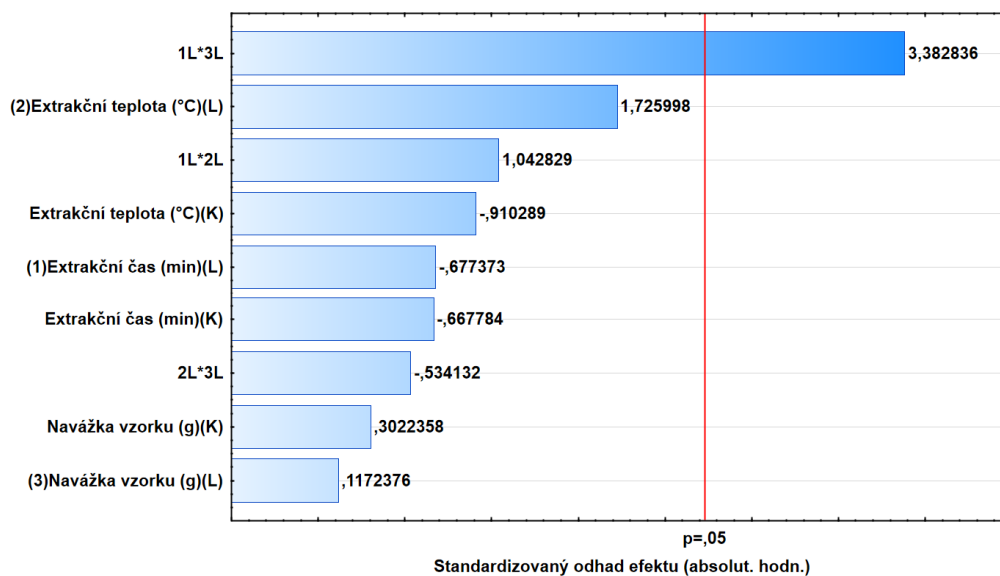
parametry extrakční teplota, kvadratický člen parametru extrakční teplota a extrakční doba (Obr. 30). Navážka vzorku byla v tomto případě vyhodnocena jako statisticky nevýznamná.



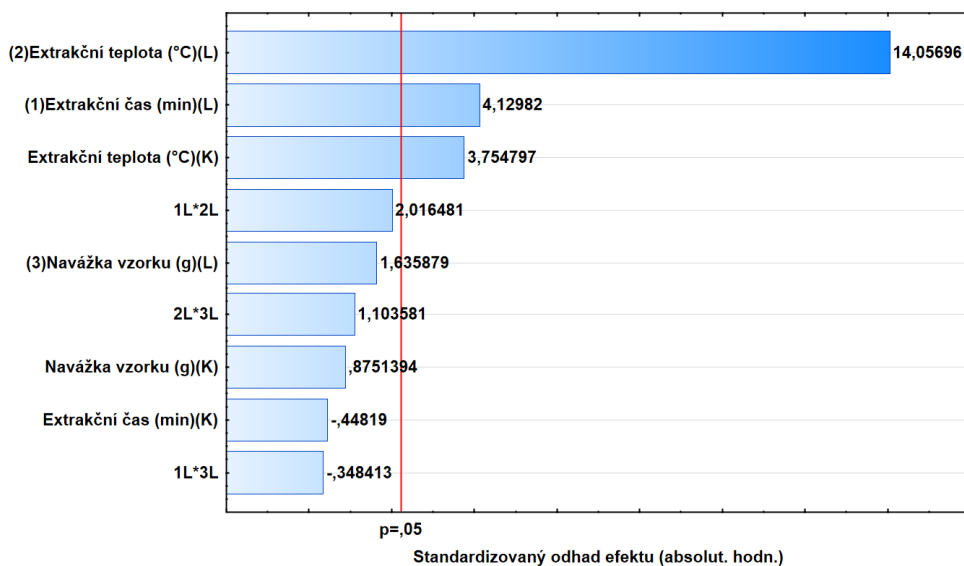
Obr. 27 Paretův graf efektů pro DVB/CAR/PDMS vlákno. Vyhodnoceno z počtu detekovaných píků.



Obr. 28 Paretův graf efektů pro DVB/CAR/PDMS vlákno. Vyhodnoceno ze sumy ploch detekovaných píků.



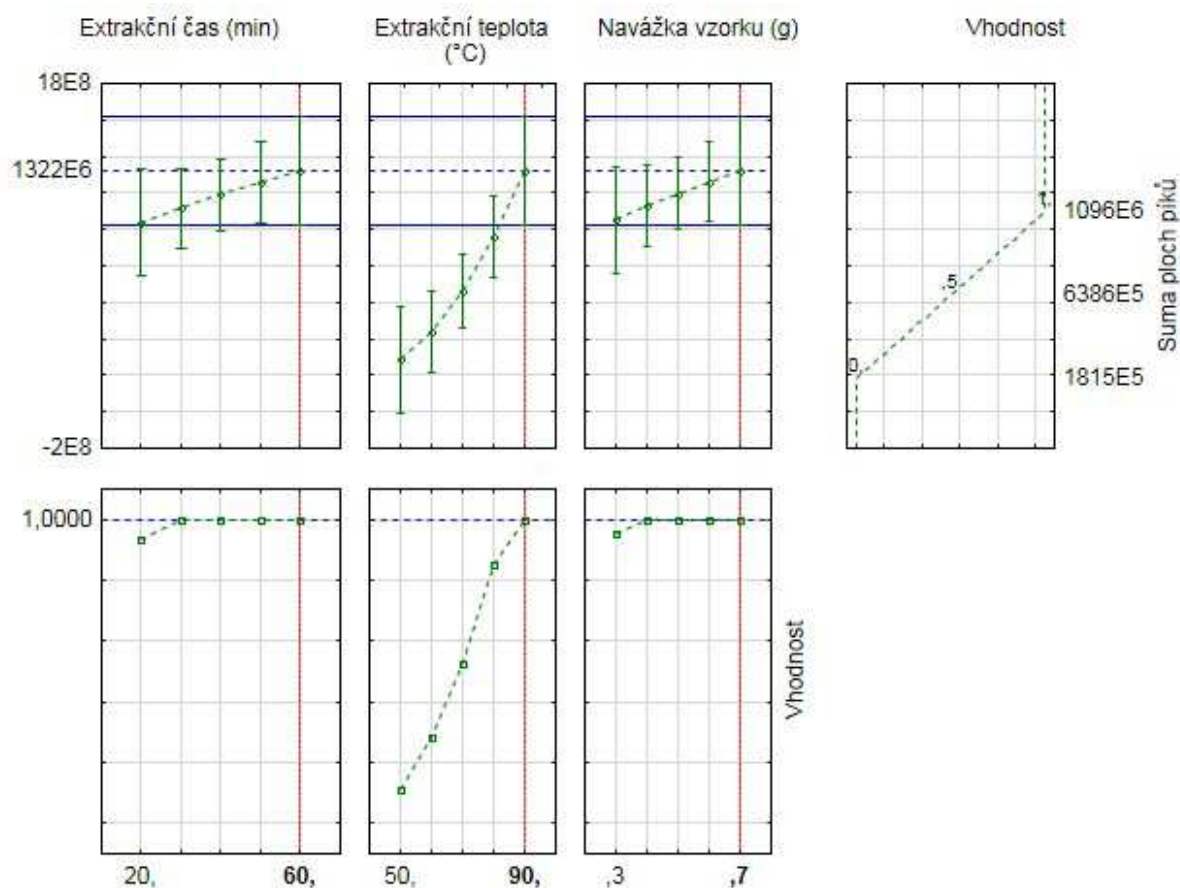
Obr. 29 Paretův graf efektů pro PDMS vlákno. Vyhodnoceno z počtu detekovaných píků.



Obr. 30 Paretův graf efektů pro PDMS vlákno. Vyhodnoceno ze sumy ploch detekovaných píků.

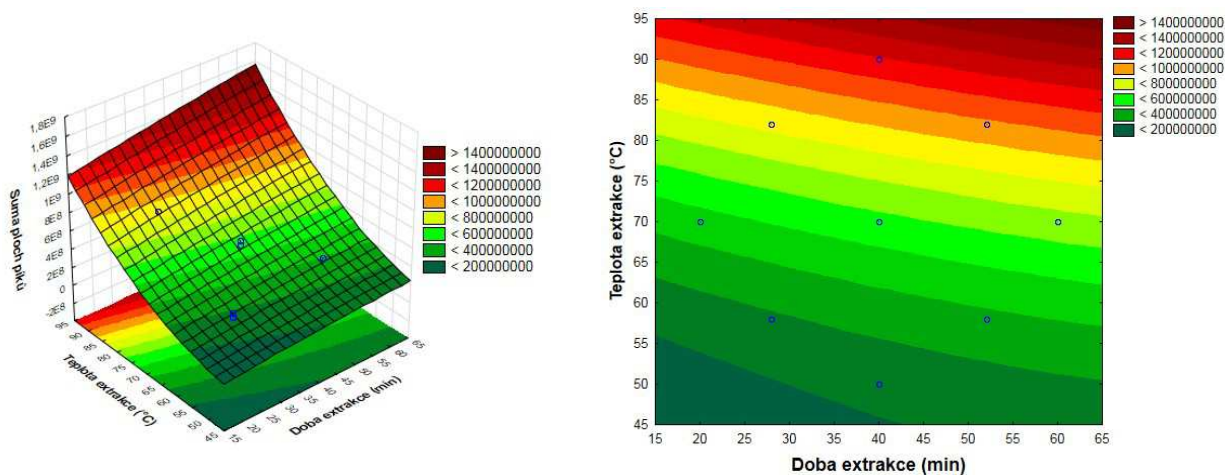
Z porovnání Paretových grafů vyplývá, že pro PDMS vlákno (v případě počtu extrahovaných látek) není extrakční teplota, tak významným parametrem jako u DVB/CAR/PDMS vlákna. Při správném nastavení teploty extrakce lze v tomto parametru dosáhnout s DVB/CAR/PDMS vláknem lepších výsledků (vyextrahováním vyššího počtu sloučenin) než u PDMS vlákna, což také potvrzuje Tab. 4. Na základě výsledků bylo pro proměření reálných vzorků dále použito pouze DVB/CAR/PDMS vlákno.

Dalším krokem v optimalizaci bylo nalezení optimální úrovně testovaných parametrů. K tomu byly použity profily pro předpovědi a vhodnost jednotlivých faktorů (Obr. 31). Profily pro předpovědi poskytly výsledky– extrakční teplota 90 °C, doba extrakce 60 min a navážka vzorku 0,7 g.



Obr. 31 Profily pro předpovědi a vhodnost jednotlivých faktorů pro DVB/CAR/PDMS vlákno. Vyhodnoceno z odezvy sumy ploch piků.

Výsledky potvrzují, že faktory extrakční doba (min; X1), extrakční teplota (°C, X2) a navážka vzorku (g; X3) jsou pro daný experiment významné a tyto proměnné výrazně ovlivňují extrakci těkavých sloučenin. Z proloženého povrchu odezvy a profilů grafů (Obr. 32) dochází k nejučinnější extrakci sloučenin při vyšších teplotách, delší době extrakce a vyšších navážkách. Všechny kombinace experimentálních proměnných jsou uvedeny v příloze (Obr. 13).



Obr. 32 Metoda odezvy plochy ve 3D (vlevo) a 2D (vpravo) pro DVB/CAR/PDMS vlákno (celková plocha extrahovaných látek) pro navážku vzorku 0,7 g.

Spolehlivost modelu, který zahrnuje lineární hlavní efekty, lineární a kvadratické hlavní efekty a interakce mezi lineárními efekty, byla vyjádřena hodnotou R^2 , která vyjadřuje podíl proměnlivosti odezvy vyjádřené aktuálním modelem. R^2 pro DVB/CAR/PDMS vlákno pro celkovou plochu píků nabývalo hodnoty $R^2 = 0,96443$ (příloha Tab. 2). V případě pro počty píků byla hodnota R^2 menší ($R^2 = 0,71749$) (příloha Tab. 1) ve srovnání s hodnotou pro plochu píků. Vzhledem k hodnotám R^2 byl pro stanovení optimálních podmínek použit model podle ploch píků.

Pro výpočet pozorovaných hodnot sumy ploch píků (SPP) byla použita rovnice polynomu (1):

$$\begin{aligned}
 SPP = & 1.079 \times 10^9 - 3.737 \times 10^6 X_1 - 2.330 \times 10^4 X_1^2 - 3.742 \times 10^7 X_2 \\
 & + 3.521 \times 10^5 X_2^2 - 4.383 \times 10^8 X_3 - 2.099 \times 10^8 X_3^2 + 1.024 \times 10^5 X_1 X_2 \\
 & + 5.012 \times 10^6 X_1 X_3 + 1.131 \times 10^7 X_2 X_3
 \end{aligned} \quad (1)$$

kde nezávislé proměnné (X) jsou zde X1 doba extrakce (min), X2 teplota extrakce (°C) a X3 hmotnost vzorku (g). V Tab. 5 jsou uvedeny hodnoty pro jednotlivé experimentální podmínky, včetně korelace mezi predikovanými a předpovídanými hodnotami pro sumu

ploch píků. Podle p-hodnot se nejvýznamnějším faktorem jevila extrakční teplota (p-hodnota $< 0,05$ s hladinou spolehlivosti 95 %).

Tab. 5 Centrální kompozitní plán. Kódované nezávislé proměnné (x_1 , x_2 , x_3) odpovídající experimentálním podmínkám (X_1 , X_2 , X_3) a výsledky odpovídající celkové ploše píků v chromatogramu pro 50/30 μm DVB/CAR/PDMS vlákno. (C) – centrální bod.

Pořadí experimentu	Extrakční doba [min]	Extrakční teplota [$^{\circ}\text{C}$]	Hmotnost vzorku [g]	Celková plocha píků Předpovídaná	Celková plocha píků Pozorovaná
	x_1 (X_1)	x_2 (X_2)	x_3 (X_3)		
1	-1 (28)	-1 (58)	-1 (0,38)	$3,02 \times 10^8$	$2,43 \times 10^8$
2	-1 (28)	1 (82)	1 (0,62)	$8,62 \times 10^8$	$8,00 \times 10^8$
3	1 (52)	-1 (58)	1 (0,62)	$4,40 \times 10^8$	$3,61 \times 10^8$
4	1 (52)	1 (82)	-1 (0,38)	$8,48 \times 10^8$	$8,13 \times 10^8$
5 (C)	0 (40)	0 (70)	0 (0,50)	$4,88 \times 10^8$	$5,10 \times 10^8$
6 (C)	0 (40)	0 (70)	0 (0,50)	$5,21 \times 10^8$	$5,10 \times 10^8$
7	-1 (28)	-1 (58)	1 (0,62)	$2,59 \times 10^8$	$2,78 \times 10^8$
8	-1 (28)	1 (82)	-1 (0,38)	$6,38 \times 10^8$	$7,00 \times 10^8$
9	1 (52)	-1 (58)	-1 (0,38)	$2,52 \times 10^8$	$2,97 \times 10^8$
10	1 (52)	1 (82)	1 (0,62)	$9,00 \times 10^8$	$9,42 \times 10^8$
11 (C)	0 (40)	0 (70)	0 (0,50)	$5,37 \times 10^8$	$5,10 \times 10^8$
12 (C)	0 (40)	0 (70)	0 (0,50)	$5,85 \times 10^8$	$5,10 \times 10^8$
13	$-\alpha$ (20)	0 (70)	0 (0,50)	$4,03 \times 10^8$	$4,19 \times 10^8$
14	α (60)	0 (70)	0 (0,50)	$5,74 \times 10^8$	$5,82 \times 10^8$
15	0 (40)	$-\alpha$ (50)	0 (0,50)	$1,82 \times 10^8$	$2,18 \times 10^8$
16	0 (40)	α (90)	0 (0,50)	$1,10 \times 10^9$	$1,08 \times 10^9$
17	0 (40)	0 (70)	$-\alpha$ (0,30)	$4,47 \times 10^8$	$4,33 \times 10^8$
18	0 (40)	0 (70)	α (0,70)	$5,31 \times 10^8$	$5,70 \times 10^8$
19 (C)	0 (40)	0 (70)	0 (0,50)	$4,55 \times 10^8$	$5,10 \times 10^8$
20 (C)	0 (40)	0 (70)	0 (0,50)	$4,79 \times 10^8$	$5,10 \times 10^8$

3.1.2.2 Reálné vzorky

Analýzou těkavé frakce šesti různých druhů usušených růží (*Rosa Mariyo*, *Rosa Rhodos*, *Rosa Sudoku*, *Rosa Tara*, *Rosa Tacazzi* a *Rosa Deep Purple*) bylo celkem identifikováno 211 sloučenin. Tab. 6 klasifikuje sloučeniny podle chemického složení (alkoholy, estery, ketony apod.) a uvádí průměrné relativní procento plochy píku pro jednotlivé sloučeniny. Nicméně, relativně velký počet píků nebyl identifikován, což mohlo být způsobeno absencí hmotnostních spekter sloučenin v knihovnách. Součástí tabulky jsou vypočítané hodnoty van den Doolových a Kratzových indexů, jež byly počítány dle rovnice 4 (kapitola 2.11).

Leffingwell [159] uvádí seznam látek identifikovaných v růžovém esenciálním oleji. Hlavní zastoupení zaujímá citronellol (38 % oleje), parafíny C14-C16 (16 %), geraniol (14

%), nerol (7 %), fenylethyl alkohol (2,8 %), methyl ether eugenolu (2,4 %), eugenol (1,2 %), farnesol (1,2 %), linalool (1,4 %), rose oxid (0,46 %), karvon (0,41 %), rose furan (0,16 %), β -damascenon (0,14 %) a β -ionon (0,03 %). Dále uvádí, že příspěvek vonné kompozice (rel. % jednotek pachu) poskytuje rozdíl ve srovnání s procentuálním obsahem dané sloučeniny v oleji. I přes velmi nízký obsah sloučeniny, může sloučenina projevit výraznou vůni. Například, β -damascenon tvoří až 70 % vonné kompozice, nebo β -ionon 19,2 % ve srovnání s 4,3 % citronellolu.

Tab. 6 Složení extraktů růžových plátků. Prům. rel. plocha píků v %, n = 3, n.i. = není identifikován. Výpočet RI dle van den Doola a Kratze: $RI = 100z + 100 \cdot [(RT(x) - RT(z))/(RT(z + 1) - RT(z))]$, kde $RT(x)$ je retenční čas neznámé sloučeniny, $RT(z)$ retenční čas n -alkanu eluovaného před sloučeninou "x", $RT(z + 1)$ retenční čas n -alkanu eluovaného po sloučenině "x".

Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{vyp}	Rel. plocha v %					
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>
Alkoholy								
2-propen-1-ol	107 - 18 - 6	693	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.
3-methylbutan-1-ol	123 - 51 - 3	737	n.i.	n.i.	0,02	0,01	0,01	0,01
4-methyl-pentan-2-ol	108 - 11 - 2	754	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.
pentan-1-ol	71 - 41 - 0	768	0,03	0,04	n.i.	0,02	0,02	0,02
(Z)-2-penten-1-ol	1576 - 95 - 0	771	n.i.	n.i.	0,01	0,01	n.i.	n.i.
2-methyl-2-buten-1-ol	556 - 82 - 1	778	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
butane-2,3-diol	513 - 85 - 9	799	n.i.	0,01	0,01	n.i.	0,15	0,01
hexan-2-ol	626 - 93 - 7	803	n.i.	n.i.	0,14	n.i.	n.i.	0,15
(Z)-3-hexen-1-ol	928 - 96 - 1	855	0,40	n.i.	n.i.	0,17	n.i.	n.i.
furfurylalkohol	98 - 00 - 0	856	n.i.	0,64	0,60	0,10	0,23	0,24
(Z)-2-hexen-1-ol	928 - 94 - 9	867	0,08	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.
(E)-2-hexen-1-ol	928 - 95 - 0	868	n.i.	0,03	n.i.	0,02	0,08	n.i.
hexan-1-ol	111 - 27 - 3	870	0,32	0,12	0,03	0,11	0,12	0,11
1-butoxypropan-2-ol	5131 - 66 - 8	942	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	0,02
heptan-1-ol	111 - 70 - 6	973	0,02	0,06	n.i.	n.i.	0,04	0,02
1-octen-3-ol	3391 - 86 - 4	981	n.i.	n.i.	0,33	n.i.	n.i.	n.i.
2-ethyl-hexan-1-ol	104 - 76 - 7	1030	0,15	0,15	n.i.	0,14	0,05	0,15
benzylalkohol	100 - 51 - 6	1036	0,33	2,18	2,49	0,34	0,51	0,44
oktan-1-ol	111 - 87 - 5	1074	n.i.	0,23	0,04	n.i.	n.i.	0,21
2,6-dimethylcyclohexan-1-ol	5337 - 72 - 4	1109	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.
2-fenylethanol	60 - 12 - 8	1117	6,69	0,82	0,21	4,31	0,70	1,01

Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{VP}	Rel. plocha v %					
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>
nonan-1-ol	143 - 08 - 8	1174	n.i.	0,12	0,08	n.i.	0,04	0,04
menthol	1490 - 04 - 6	1180	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.
<i>p</i> -cymen-8-ol	1197 - 01 - 9	1188	n.i.	0,25	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
2-fenoxyethanol	122 - 99 - 6	1220	0,23	0,46	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
2,6-dimethyl-2,7-oktadiene-1,6-diol	64142 - 78 - 5	1363	n.i.	n.i.	n.i.	0,11	n.i.	n.i.
dodekan-1-ol	112 - 53 - 8	1475	0,03	0,08	0,01	0,10	n.i.	0,05
tetradekan-1-ol	112 - 72 - 1	1677	n.i.	n.i.	n.i.	1,88	n.i.	n.i.
pentadekan-1-ol	629 - 76 - 5	1774	n.i.	n.i.	n.i.	1,08	n.i.	n.i.
hexadekan-1-ol	36653 - 82 - 4	1880	n.i.	n.i.	0,11	28,27	0,15	0,26
heptadekan-1-ol	1454 - 85 - 9	1975	n.i.	n.i.	n.i.	3,50	n.i.	n.i.
(E)-9-Oktadecen-1-ol	506 - 42 - 3	2062	n.i.	0,06	0,28	0,62	n.i.	n.i.
(Z)-9-Oktadecen-1-ol	143 - 28 - 2	2062	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,27	n.i.
oktadekan-1-ol	112 - 92 - 5	2087	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,45	n.i.
Součet v %			8,29	5,25	4,43	40,89	2,84	2,74
Alicyklické uhlovodíky								
5-(1,1-dimethylethyl)-1,3-cyklopentadiene	35059 - 40 - 6	840	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.
Tricyklo[5.3.0.0(4,8)]dekan	19485 - 20 - 2	998	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
α -Cedren	469 - 61 - 4	1409	n.i.	1,96	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Cyklotetradekan	295 - 17 - 0	1677	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,16	n.i.
Součet v %			0,00	2,00	0,00	0,00	0,17	0,00
Alifatické uhlovodíky								
heptan	142 - 82 - 5	700	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
tetradekan	629 - 59 - 4	1399	0,07	0,15	0,06	0,06	n.i.	0,15
pentadekan	629 - 62 - 9	1499	0,21	n.i.	0,22	0,15	0,07	0,09

Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{VP}	Rel. plocha v %					
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>
3-methyl-pentadekan	2882 - 96 - 4	1570	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
hexadekan	544 - 76 - 3	1599	0,25	0,21	0,46	0,25	0,21	0,35
heptadekan	629 - 78 - 7	1699	0,83	0,06	0,59	1,32	0,32	0,20
6,9-heptadekadiene	81265 - 03 - 4	1724	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,34	n.i.
3-methyl-heptadekane	6418 - 44 - 6	1770	n.i.	0,10	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
oktadec-1-ene	112 - 88 - 9	1793	0,04	0,08	0,03	0,11	n.i.	n.i.
oktadekan	593 - 45 - 3	1798	0,38	0,48	0,37	0,44	0,18	0,41
1-nonadecen	18435 - 45 - 5	1880	n.i.	0,18	0,05	0,28	0,04	n.i.
nonadekan	629 - 92 - 5	1899	n.i.	2,48	2,86	2,48	0,77	0,90
cetyl ethylen	3452-07-1	1987	0,20	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
eicosen	27400 - 78 - 8	1994	0,09	n.i.	n.i.	0,17	n.i.	n.i.
ikosan	112 - 95 - 8	1999	1,89	1,00	3,49	2,14	0,57	0,39
henkosan	629 - 94 - 7	2102	7,72	5,30	11,49	7,14	6,18	3,62
dokosan	629 - 97 - 0	2198	n.i.	0,21	0,64	0,30	0,33	0,31
(Z)-9-trikosen	27519 - 02 - 4	2289	n.i.	n.i.	0,50	n.i.	n.i.	n.i.
trikosan	638 - 67 - 5	2299	1,78	2,14	3,66	1,31	3,11	2,98
tetrakosan	646 - 31 - 1	2398	0,09	0,11	0,37	0,11	0,16	0,18
pentakosan	629 - 99 - 2	2498	n.i.	0,70	1,57	0,44	1,09	1,28
hexakosan	630 - 01 - 3	2598	n.i.	0,04	0,10	0,02	0,07	0,07
heptakosan	593 - 49 - 7	2698	n.i.	0,69	1,16	0,40	1,22	1,35
oktakosan	630 - 02 - 4	2797	n.i.	0,03	0,05	0,01	0,04	0,03
nonakosan	630 - 03 - 5	2897	n.i.	0,14	0,14	0,06	0,26	0,16
Součet v %			13,58	14,13	27,81	17,19	14,96	12,47
Aromatické uhlovodíky								
toluen	108 - 88 - 3	762	0,01	0,02	0,01	0,01	0,03	0,02

Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{VP}	Rel. plocha v %						
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>	
1,7-diisopropylnafthalen	94133 - 80 - 9	1725	n.i.	n.i.	0,16	n.i.	n.i.	n.i.	
2,6-diisopropylnafthalen	24157 - 81 - 1	1726	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,20	
1-butyl-octylbenzen	2719 - 63 - 3	1730	n.i.	0,02	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	
Součet v %			0,01	0,04	0,17	0,02	0,03	0,22	
Estery									
2-propenyl-acetát	591 - 87 - 7	694	n.i.	0,08	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
methyl-pentanoát	624 - 24 - 8	824	0,01	n.i.	0,02	n.i.	0,02	n.i.	
methyl-hexanoát	106 - 70 - 7	924	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
hexyl-methanoát	629 - 33 - 4	929	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
furfuryl-acetát	623 - 17 - 6	993	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,09	
hexyl-acetát	142 - 92 - 7	1013	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
benzyl-methanoát	104 - 57 - 4	1077	n.i.	0,06	0,13	n.i.	n.i.	n.i.	
methyl-octanoát	111 - 11 - 5	1123	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	
fenylmethyl-acetát	140 - 11 - 4	1163	0,06	0,10	0,34	0,06	0,05	n.i.	
2-fenylethylester kys. mravenčí	104 - 62 - 1	1175	0,51	n.i.	n.i.	0,58	n.i.	n.i.	
2-fenylethyl-acetát	103 - 45 - 7	1254	1,11	n.i.	n.i.	0,76	n.i.	n.i.	
methyl-dekanoát	110 - 42 - 9	1323	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	0,02	
2-ethyl-3-hydroxyhexyl-2-methyl-propanoát	74367 - 31 - 0	1372	n.i.	0,98	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
2-fenylethyl-3-methyl-butanoát	140 - 26 - 1	1491	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
methyl-dodekanoát	111 - 82 - 0	1522	0,38	0,41	0,37	0,21	0,25	0,35	
fenylethyl-hexanoát	6290 - 37 - 5	1641	0,13	n.i.	n.i.	0,15	n.i.	n.i.	
<i>cis</i> -methyl-dihydro-jasmonát	39647 - 11 - 5	1649	0,10	0,20	0,10	n.i.	n.i.	0,15	
dihydromethyl-jasmonát	24851 - 98 - 7	1650	n.i.	n.i.	n.i.	0,21	n.i.	n.i.	
triethyl-citrát	77 - 93 - 0	1653	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	

Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{YYP}	Rel. plocha v %					
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>
methylnetra-dekanoát	124 - 10 - 7	1723	n.i.	n.i.	0,06	n.i.	n.i.	n.i.
methylester kys. hexadekanové	112 - 39 - 0	1924	n.i.	0,45	0,31	n.i.	0,27	0,46
dibutylftalát	84 - 74 - 2	1954	n.i.	n.i.	0,18	1,27	0,17	n.i.
methyl-linoleát	112 - 63 - 0	2090	n.i.	n.i.	n.i.	0,30	0,06	0,16
methyl-oktadekanoát	112 - 61 - 8	2125	0,05	0,04	0,04	0,03	n.i.	n.i.
Součet v %			2,42	2,32	1,57	3,62	0,82	1,25
Aldehydy								
pentanal	110 - 62 - 3	701	0,08	0,74	0,78	0,09	0,75	0,51
pyrrol	109 - 97 - 7	746	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.
2-methyl-pentanal	123 - 15 - 9	755	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.
hexanal	66 - 25 - 1	802	0,04	0,26	0,16	0,07	0,16	0,17
3-furaldehyd	498 - 60 - 2	831	n.i.	3,40	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
furfural	98 - 01 - 1	840	n.i.	0,18	1,33	0,23	0,50	1,90
heptanal	111 - 71 - 7	902	n.i.	0,25	0,03	n.i.	0,36	0,44
(E)-hept-2-enal	18829 - 55 - 5	958	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
benzaldehyd	100 - 52 - 7	961	0,36	n.i.	n.i.	0,39	n.i.	n.i.
5-methyl-furfural	620 - 02 - 0	961	n.i.	2,72	1,09	n.i.	0,95	2,02
octanal	124 - 13 - 0	1005	n.i.	1,07	n.i.	n.i.	0,65	n.i.
2,4- <i>trans,trans</i> -heptadienal	3194 - 15 - 8	1006	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05
pyrrole-2-carboxaldehyd	1003 - 29 - 8	1020	n.i.	n.i.	1,30	0,51	1,25	2,82
fenylacetaldehyd	122 - 78 - 1	1043	0,51	1,99	0,83	0,37	0,94	1,37
1-ethyl-1H-pyrrole-2-carboxaldehyd	2167 - 14 - 8	1048	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.
nonanal	124 - 19 - 6	1107	0,23	3,32	0,72	n.i.	3,49	1,98
(E)-non-2-enal	18829 - 56 - 6	1161	n.i.	0,07	0,05	n.i.	n.i.	n.i.

Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{VYP}	Rel. plocha v %					
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>
decanal	112 - 31 - 2	1206	0,04	0,71	0,35	0,08	0,41	0,62
hydroxy methyl furfural	67 - 47 - 0	1227	n.i.	0,29	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
2-fenyl-crotonaldehyd	4411 - 89 - 6	1269	0,24	0,87	0,29	0,11	0,45	0,50
undecanal	112 - 44 - 7	1307	n.i.	0,17	n.i.	n.i.	n.i.	0,14
dodecanal	112 - 54 - 9	1409	n.i.	n.i.	0,19	n.i.	n.i.	0,07
florhydral	125109 - 85 - 5	1429	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,28	n.i.
tridecanal	10486 - 19 - 8	1511	n.i.	0,15	n.i.	n.i.	n.i.	0,05
α -hexyl-cinnamaldehyd	101 - 86 - 0	1747	0,12	n.i.	n.i.	0,15	n.i.	0,08
Součet v %			1,62	16,2	7,15	2,00	10,22	12,72
Ketony								
pentan-2-one	107 - 87 - 9	690	n.i.	n.i.	0,17	n.i.	n.i.	n.i.
1-hydroxy-2-propanon	116 - 09 - 6	698	n.i.	n.i.	n.i.	0,09	0,17	0,40
pentan-2,3-dione	600 - 14 - 6	700	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.
3-hydroxybutan-2-one	513 - 86 - 0	712	n.i.	n.i.	0,01	0,01	n.i.	n.i.
3-penten-2-on	625 - 33 - 2	738	0,01	n.i.	0,06	0,01	n.i.	n.i.
4-hexen-3-on	2497 - 21 - 4	767	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.
4-methyl-3-penten-2-on	141 - 79 - 7	800	n.i.	0,02	0,01	0,02	0,04	n.i.
4-cyclopentene-1,3-dion	930 - 60 - 9	880	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	0,04	n.i.
heptan-2-on	110 - 43 - 0	890	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
oct-3-en-2-on	1669 - 44 - 9	1039	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	0,01	n.i.
furaneol	3658 - 77 - 3	1071	n.i.	2,33	n.i.	0,25	n.i.	n.i.
pyrrole- α -methylketon	1072 - 83 - 9	1073	2,12	0,44	3,05	1,67	4,51	4,06
nonan-3-on	925 - 78 - 0	1087	n.i.	n.i.	n.i.	0,20	n.i.	n.i.
3,5-octadien-2-on	30086 - 02 - 3	1094	n.i.	n.i.	0,17	n.i.	n.i.	n.i.

Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{VP}	Rel. plocha v %						
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>	
6-methyl-heptadi-3,5-en-2-on	1604 - 28 - 0	1104	n.i.	n.i.	n.i.	0,19	n.i.	n.i.	
pyranon	28564 - 83 - 2	1149	n.i.	n.i.	3,10	0,94	3,91	n.i.	
theaspiran	36431 - 72 - 8	1299	n.i.	0,19	n.i.	n.i.	0,47	1,44	
hexahydro-8a-methyl-cis-1,8(2H,5H)-naftalenedion	83406 - 41 - 1	1519	n.i.	0,46	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
1-(2,3,6-fenyl)- 3-buten-2-on	54789 - 45 - 6	1608	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,17	n.i.	
benzofenon	119 - 61 - 9	1630	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
α -Iso E Super	68155 - 66 - 8	1694	0,02	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
hexadecanolát-16-on	109 - 29 - 5	1934	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
Součet v %			2,22	3,51	6,64	3,45	9,32	5,90	
Kyseliny									
2-methylpropanová kyselina	79 - 31 - 2	775	n.i.	n.i.	0,01	0,02	0,01	n.i.	
butanová kyselina	107 - 92 - 6	794	n.i.	n.i.	0,11	n.i.	0,05	0,03	
isovalerová kyselina	503 - 74 - 2	847	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
2-methylbutanová kyselina	116 - 53 - 0	860	n.i.	0,02	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	
2-methylbutanová kyselina	540 - 42 - 1	862	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
pentanová kyselina	109 - 52 - 4	904	0,29	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	
hexanová kyselina	142 - 62 - 1	992	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	
3-methylpentanová kyselina	105 - 43 - 1	1002	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,14	0,09	
N-methyl-2-furohydroxamová kyselina	109531 - 96 - 6	1081	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,43	
heptanová kyselina	111 - 14 - 8	1097	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	
2-ethylhexanová kyselina	149 - 57 - 5	1130	n.i.	0,11	n.i.	0,03	0,01	n.i.	
oktanová kyselina	124 - 07 - 2	1182	n.i.	0,29	n.i.	n.i.	0,29	0,12	
fenyloctová kyselina	103 - 82 - 2	1251	n.i.	n.i.	0,11	n.i.	n.i.	n.i.	

Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{VP}	Rel. plocha v %					
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>
3-nonenová kyselina	4124 - 88 - 3	1280	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	0,10	n.i.
nonanová kyselina	112 - 05 - 0	1284	n.i.	0,44	0,80	n.i.	0,94	1,66
dekanová kyselina	334 - 48 - 5	1373	n.i.	0,30	0,76	0,42	1,02	1,00
undekánová kyselina	112 - 37 - 8	1463	n.i.	n.i.	0,10	n.i.	n.i.	n.i.
dodekanová kyselina	143 - 07 - 7	1564	n.i.	n.i.	0,43	1,19	0,25	0,63
tetradekánová kyselina	544 - 63 - 8	1760	n.i.	0,30	0,16	n.i.	n.i.	0,16
hexadekánová kyselina	57 - 10 - 3	1961	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,44	n.i.
Součet v %			0,33	1,46	2,50	1,80	3,25	4,12
Monoterpeny								
limonen	138 - 86 - 3	1028	n.i.	0,10	n.i.	0,03	n.i.	0,14
γ -terpinen	99 - 85 - 4	1058	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.
<i>p</i> -cymen	1195 - 32 - 0	1089	0,03	0,28	n.i.	n.i.	0,06	0,08
Součet v %			0,03	0,38	0,00	0,05	0,06	0,22
Seskviterpeny								
α -muurolen	10208 - 80 - 7	1500	n.i.	0,68	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
(<i>E,E</i>)- α -farnesen	502 - 61 - 4	1503	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Součet v %			0,02	0,68	0,00	0,00	0,00	0,00
Oxidované monoterpeny								
linalool	78 - 70 - 6	1100	0,03	0,10	n.i.	0,10	n.i.	0,22
α -terpineol	98 - 55 - 5	1196	0,07	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	0,10
<i>cis</i> -geraniol	106 - 25 - 2	1226	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,18
karvakrol	499 - 75 - 2	1292	0,04	n.i.	0,38	n.i.	n.i.	n.i.
Součet v %			0,14	0,17	0,38	0,10	0,00	0,50
Oxidované diterpeny								
6,10,14-trimethyl-2-pentadecanon	502 - 69 - 2	1840	n.i.	0,12	1,03	0,17	0,11	0,08

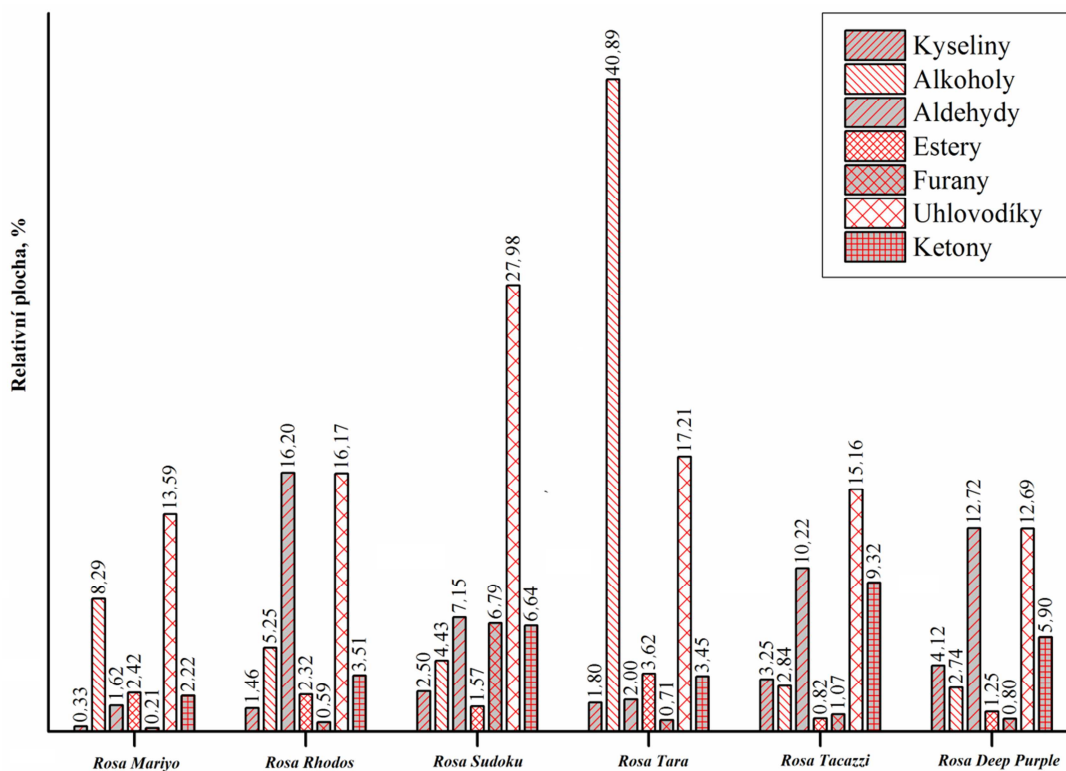
Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{VP}	Rel. plocha v %					
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>
fytol	150-86-7	2109	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.
Součet v %			0,00	0,12	1,07	0,17	0,11	0,08
Oxidované seskviterpeny								
(E)-nerolidol	40716 - 66 - 3	1560	0,20	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
fokienol	33440 - 00 - 5	1596	0,08	n.i.	n.i.	n.i.	0,10	n.i.
Součet v %			0,28	0,00	0,00	0,00	0,10	0,00
Fenolické deriváty								
1-ethenyl-4-methoxy-benzen	637 - 69 - 4	1153	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.
4-vinyl-guaiacol	7786 - 61 - 0	1309	0,08	n.i.	0,11	0,12	n.i.	n.i.
<i>o</i> -methyl-orcinol	3209 - 13 - 0	1322	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	0,09	n.i.
eugenol	97 - 53 - 0	1357	0,51	n.i.	0,28	0,39	n.i.	2,36
Součet v %			0,64	0,00	0,39	0,51	0,13	2,36
Apokarotenoidy								
isophoron	78 - 59 - 1	1122	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.
safranal	116 - 26 - 7	1199	0,09	0,06	0,10	0,21	0,12	n.i.
(E)- β -damascenon	23726 - 93 - 4	1380	0,12	0,16	0,21	0,13	n.i.	n.i.
(E)- α -ionon	127 - 41 - 3	1423	0,08	n.i.	n.i.	0,11	n.i.	n.i.
4-(2,6,6-trimethyl-1,3-cyclohexadien-1-yl)-2-butanon	20483 - 36 - 7	1430	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,92
dihydro- β -ionol	3293 - 47 - 8	1444	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,15	1,61
geranylaceton	3796 - 70 - 1	1447	0,33	0,67	n.i.	0,33	n.i.	n.i.
nerylaceton	3879 - 26 - 3	1447	n.i.	n.i.	0,50	n.i.	0,18	0,62
(E)- β -ionon	79 - 77 - 6	1480	18	0,50	0,12	0,23	n.i.	0,27
Součet v %			0,80	1,39	0,93	1,01	0,47	3,42

Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{VP}	Rel. plocha v %					
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>
Pyraziny								
2-methyl-pyrazin	109 - 08 - 0	826	0,06	n.i.	n.i.	0,02	0,07	0,04
2,5-dimethyl-pyrazin	123 - 32 - 0	915	0,06	0,08	0,05	0,05	0,45	0,13
2-ethyl-pyrazin	13925 - 00 - 3	917	0,04	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	0,07
2,3-dimethyl-pyrazin	5910 - 89 - 4	920	0,01	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
2-ethyl-6-methyl-pyrazin	13925 - 03 - 6	999	0,04	0,07	0,04	0,02	0,16	0,17
2-acetyl-pyrazin	22047 - 25 - 2	1022	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	0,10	n.i.
2-acetyl-6-methyl-pyrazin	22047 - 26 - 3	1120	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,08	n.i.
Součet v %			0,25	0,22	0,09	0,09	0,86	0,41
Furany								
2-methyl-tetrahydro-furan-3-on	3188 - 00 - 9	808	0,04	0,03	0,03	0,02	0,09	0,11
5-methyl-2(3H)-furanon	591 - 12 - 8	866	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
2-acetyl-furan	1192 - 62 - 7	909	n.i.	0,30	n.i.	n.i.	0,63	0,48
2-pentyl-furan	3777 - 69 - 3	989	0,17	0,25	0,27	0,18	0,35	0,21
2,3-dihydro-benzofuran	496 - 16 - 2	1221	n.i.	n.i.	6,49	0,43	n.i.	n.i.
3-fenyl-furan	13679 - 41 - 9	1223	n.i.	n.i.	n.i.	0,08	n.i.	n.i.
Součet v %			0,21	0,59	6,79	0,71	1,07	0,80
Laktony								
2,5-dihydrofuranon	497 - 23 - 4	912	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	n.i.	n.i.
butyrolakton	96 - 48 - 0	913	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	0,43	0,26
γ -pentalakton	108 - 29 - 2	953	n.i.	0,08	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
γ -nonalakton	104 - 61 - 0	1360	0,11	n.i.	0,14	n.i.	n.i.	n.i.
dihydroactindiolid	17092 - 92 - 1	1531	n.i.	n.i.	n.i.	0,29	n.i.	n.i.
Součet v %			0,11	0,08	0,14	0,39	0,43	0,26

Název sloučeniny	CAS číslo	RI ^{VYP}	Rel. plocha v %					
			<i>Mariyo</i>	<i>Rhodos</i>	<i>Sudoku</i>	<i>Tara</i>	<i>Tacazzi</i>	<i>D. Purple</i>
Sulfidy								
dimethyl disulfid	624 - 92 - 0	739	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	0,06	0,09
dimethyl trisulfid	3658 - 80 - 8	966	0,02	n.i.	0,06	0,03	0,08	0,18
methyl tetrasulfid	5756 - 24 - 1	1216	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.
Součet v %			0,02	0,00	0,09	0,03	0,14	0,27
Ostatní								
ethylacetamid	625 - 50 - 3	819	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.
2-butoxy-ethanol	111 - 76 - 2	907	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,15	n.i.
N-furfuryl pyrrole	1438 - 94 - 4	1179	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,12
diethyl ftalát	84 - 66 - 2	1587	n.i.	0,38	n.i.	0,36	0,11	n.i.
di-sec-butyl ftalát	0 - 00 - 0	1908	n.i.	n.i.	n.i.	4,20	2,04	n.i.
procymidon	32809 - 16 - 8	2080	n.i.	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Součet v %			0,00	0,45	0,01	4,58	2,30	0,12

Charakteristika květinové vůně růže je zásadně ovlivněna několika sloučeninami. Hlavní sloučeninou v růžích a růžových olejích je izomer *cis*-rose oxid. Další sloučenina, která se významně podílí na vůni růží je již výše zmíněný β -damascenon známý jako tzv. růžový keton (rose ketone). V menší míře přispívají *trans*-geraniol, nerol, citronellol, farnesol a linalool [160]. Běžně se esenciální růžové oleje připravují z čerstvých okvětních lístků. V případě analýzy téžavé frakce sušených a mletých okvětních lístků, *cis*-rose oxid, *trans*-geraniol, citronellol a farnesol nebyly vůbec detekovány. Tento fakt je možné si vysvětlit v rozdílu složení esenciálního oleje a usušených okvětních růžových lístků, jedná se v podstatě o dvě rozdílné matrice.

Analýzou usušených okvětních lístků ukázalo, že nejvíce zbyly zastoupeny skupiny jako alkoholy, karbonyly a uhlovodíky, a to zejména parafíny. Přehled obsahu jednotlivých skupin uvádí Obr. 33.



Obr. 33 Chemické složení okvětních lístků v %.

Jak je vidět na Obr. 34, který znázorňuje aroma-profilu pomocí retenčních indexů a relativní plochy píků identifikovaných sloučenin, složení všech vzorků je velmi podobné v některých částech, a to zejména v eluci uhlovodíků ($C_{21}H_{44}$ až $C_{29}H_{60}$) ve všech vzorcích až na vzorek růže *Rosa Mariyo*. Uhlovodíky s lichým počtem atomů uhlíků byly hojněji zastoupeny ve srovnání s uhlovodíky se sudým počtem. Například ve vzorku *Rosa Sudoku*

bylo zastoupení henkosan 11,49 % ($C_{21}H_{44}$); dokosan 0,64 % ($C_{22}H_{46}$); trikosan 3,66 % ($C_{23}H_{48}$); tetrakosan 0,37 % ($C_{24}H_{50}$); pentakosan 1,57 % ($C_{25}H_{52}$); hexakosan 0,10 % ($C_{26}H_{54}$); heptakosan 1,16 % ($C_{27}H_{56}$); oktakosan 0,05 % ($C_{28}H_{58}$) a nonakosan 0,14 % ($C_{29}H_{60}$). Dva vyšší uhlovodíky, henkosan a trikosan, byly identifikovány s relativní plochou ve všech vzorcích v rozmezí 3,62 – 11,49 % pro henekosan a 1,31 – 3,66 % pro trikosan. Heptadekan, ikosen, nonadekan, ikosan a henkosan byly identifikovány v esenciálním oleji získaného z růže *R. Brunonii* Lindl [161].

Vyšší odezva akoholů, přesněji odezva hexadekanolu byla pozorována ve vzorku *Rosa Tara* (28,27 %) ve srovnání se vzorky *Rosa Sudoku* (0,11 %), *Rosa Tacazzi* (0,15 %) a *Rosa Deep Purple* (0,26 %). Hexadekanol nebyl identifikován ve vzorcích *Rosa Mariyo* a *Rosa Rhodos*. Další identifikované alkoholy s vyšším obsahem než 1 % byl benzylalkohol v *Rosa Rhodos* (2,318 %) a *Rosa Sudoku* (2,49 %); fenylethylalkohol v *Rosa Mariyo* (6,69 %), *Rosa Tara* (4,31 %) a *Rosa Deep Purple* (1,01 %); tetradekanol (1,88 %), pentadekanol (1,08 %) a heptadekanol (3,50 %) v *Rosa Tara*.

Přítomnost karbonylových sloučenin se výrazně lišila v jednotlivých vzorcích. Obsah aldehydů se pohyboval v rozmezí od 1,62 – 16,20 % a ketony od 2,22 – 9,32 %. Sloučeniny 3-furaldehyd a nonanal byly detekovány ve vzorcích *Rosa Rhodos* a *Rosa Tacazzi*. Obsah 3-furaldehydu ve vzorku *Rosa Rhodos* byl 3,40 %. Obsah nonanalů ve vzorku *Rosa Rhodos* byl 3,32 % a v *Rosa Tacazzi* 3,49 %. Jako dominantní keton ve srovnání s ostatními ketony zde byl 2-acetylpyrrol až na výjimku s nízkým obsahem v růži *Rosa Rhodos*. Obsah 2-acetylpyrrolu byl v rozmezí 1,67 – 4,51 % a ve vzorku *Rosa Rhodos* pouze 0,44 %.

Významným nositelem vůně květin jsou estery. Kromě esterů, terpeny a fenolové deriváty jsou rovněž zodpovědné za vůni, obzvláště u hybridních růží. Estery, jako jsou geranyl-acetát a 2-fenylethyl-acetát tvoří hlavní podíl vůně v růžích [162, 163]. Geranyl-acetát nebyl identifikován v analyzovaných vzorcích růží. Ve velmi nízkém obsahu, tj. od 0,73 – 1,11 %, byl detekován 2-fenylethyl-acetát. Nepřítomnost, anebo velmi malou v případě 2-fenylethyl-acetátu, si lze vysvětlit na základě vývoje vůně. Ta se totiž mění během vývoje květu (různá vůně poupěte, jiná v případě dokvétajícího květu) a podle počasí (například jinak v dusnu před bouřkou, jinak po dešti). Některé květy otevírající se večer voní až v tuto dobu, a tím lákají např. noční motýly.

Další skupinou, která přispívá k aroma květin je skupina apokarotenoidů, zejména *p*-cyklocitral, β -ionon, geranial, geranyl aceton, theaspiro, α - a β -damascenon [164]. Ve vzorcích sušených růžových lístků byly nalezeny apokarotenoidy v různém obsahu v jednotlivých vzorcích: 0,47 % v extraktu růže *Rosa Tacazzi*; 0,8 % v extraktu růže *Rosa*

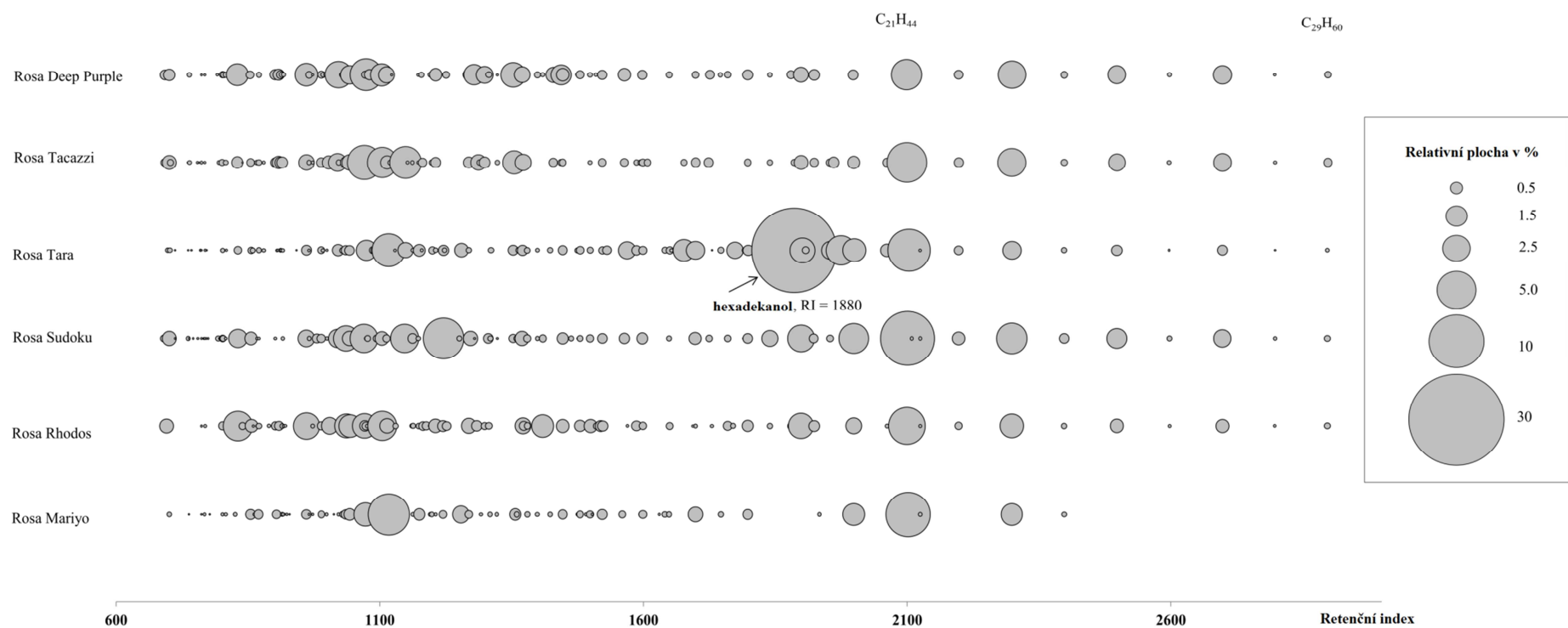
Mariyo; 0,93 % v extraktu růže *Rosa Sudoku*; 1,01 % v extraktu růže *Rosa Tara*; 3,42 % v extraktu růže *Rosa Deep Purple* a 1,39 % v extraktu růže *Rosa Rhodos*. (*E*)- β -damascenon byl detekován v množství od 0,12 – 0,21 %. (*E*)- β -damascenon patří mezi nejvíce aromatické sloučeniny [12], které se obvykle používají při výrobě parfémů [165].

Terpeny a jejich oxidované formy, které obvykle vytvářejí převážnou část složení esenciálních olejů v aromatických rostlinách, byly detekovány v rozmezí 0,27 – 1,45 %. Monoterpeny (0,03 – 0,14 % limonen; 0,02 % γ -terpinen a 0,03 – 0,28 % *p*-cymen) byly zjištěny ve velmi nízkém obsahu. V čínském růžovém oleji [166] byl limonen nalezen v podobném obsahu (tj. 0,02 %) jako u analyzovaných vzorků růží. Podobné zastoupení, jako v čínském růžovém oleji a v analyzovaných vzorcích, byl pozorován i obsah seskviterpenů (0,38 % α -muroleu a 0,02 % (*E, E*)- α -farnesenu), oxidovaných monoterpenů (0,03 – 0,22 % linaloolu; 0,07 – 0,1 % α -terpineolu; 0,18 % *cis*-geraniolu a 0,04 – 0,38 % karvakrolu), oxidovaných diterpenů (0,08 – 1,03 % 6,10, 14-trimethyl-2-pentadekanonu; 0,04 % fytolu) a oxidovaných seskviterpenů (0,2 % nerolidolu; 0,08 – 0,1 % fofienolu).

Fenolové deriváty byly přítomné v rozmezí 0,28 – 2,36 %. Mezi zástupce fenolových derivátů patří eugenol, který byl identifikován v extraktu růže *Rosa Deep Purple* v poměrně vysokém množství, tj. 2,36 %. Maciąg a kol. [167] stanovili ve frakci plátků růží *Rugosa* (*Rosa rugosa* Thunb.) obsah eugenolu v rozsahu 0,1 – 3,0 %. V práci se dále zabývali i analýzou připraveného esenciálního oleje. Ve srovnání s okvětními lístky, eugenol nebyl přítomen v esenciálním oleji.

Extrakty růžových lístků se vyznačovaly i obsahem kyselin (0,33 – 4,12 %) a z menší části i furany (0,21 – 6,79 %), pyraziny (0,09 – 0,86 %), laktony (0,08 – 0,43 %), sulfidy (0,02 – 0,27 %) a ostatními sloučeniny (0,01 – 4, 58 %). Mezi ostatní přítomné sloučeniny (uvedeno v Tab. 16) patřily i látky považující se za znečištění matrice. Například, di-sec-butylftalát s obsahem 4,2 %, toluen s obsahem menším než 0,05 %, ftaláty (<0,05 %) a diisopropylftaláty v zastoupení 1,7- a 2,6-diisopropylnaftalenu. Diisopropylnaftaleny se používají v zemědělství jako regulátory růstu rostlin nebo jako rozpouštědla při výrobě tištěných materiálů, v nichž mohou být růže skladovány nebo přepravovány [168]. Ve vzorcích *Rosa Mariyo* a *Rosa Rhodos* byly identifikovány i izomerní formy α -iso E super. Tato syntetická sloučenina je komerčně dostupná a používána např. pro výrobu parfémů. Detekce této sloučeniny ve vzorcích se dá považovat za kontaminant. Procymidon (RI = 2080), který patří do skupiny fungicidů [169], byl přítomen ve velmi nízkém obsahu v extraktu růže *Rosa Rhodos*. Většina těkavých organických sloučenin byla detekována ve

velmi nízkých koncentracích. Představovaly méně než 1 % z celkového součtu relativní plochy všech detekovaných sloučenin.



Obr. 34 Aroma-profily jednotlivých extraktů růží. Oblast bublin představuje relativní plochy píků v %.

3.2 Alkoholické nápoje I – ovocné destiláty

3.2.1 Experimentální část

3.2.1.1 Chemikálie

Byla použita homologická řada *n*-alkanů C₈-C₂₀ (*n*-hexan, konc. 40 mg/l) a *n*-alkanů C₂₁-C₄₀ (toluen, konc. 40 mg/l) (obojí od Sigma Aldrich, Praha, ČR). Byl použit chlorid sodný (p.a.) od Lach-Ner (Neratovice, ČR). Helium (čistota 5.0) byl použit od Linde Gas a.s. (Praha, ČR). Byla použita deionizovaná voda (Milli Q A10 Gradient/Elix Systém) od Millipore (CA, USA). SPME vlákna 100 μm PDMS a 50/30 μm StableFlex DVB/CAR/PDMS byly zakoupeny od Sigma-Aldrich (Praha, ČR).

3.2.1.2 Vzorky

Všechny vzorky byly domácíky vyrobené ovocné destiláty (ovocné pálenky). Pro výrobu pálenek bylo použito výhradně ovoce pěstované v České republice. Vzorky byly získány od místních výrobců, kteří zaručili pravost destilátů (jednoduché složení ovocných kvasů). Žádné z analyzovaných destilátů nebyly skladovány v dřevěných sudech.

Celkem bylo analyzováno 24 ovocných destilátů (Tab. 7) vždy připravených z jednoho druhu ovoce. Z toho bylo 6 vzorků jablekvice, 5 vzorků švestkovic, 4 vzorky hruškovice, 4 vzorky mirabelkovic, 2 vzorky malinovic, 2 vzorky meruňkovic a 1 vzorek třešňovic. Všechny vzorky byly analyzovány v srpnu 2015.

Tab. 7 Vzorky ovocných destilátů

Číslo vzorku	Druh ovoce	Rok výroby	Etiketa vzorku
1	švestka	2014	3 - švestka 2014
2	švestka	2012	14 - švestka 2012
3	švestka	2013	15 - švestka 2013
4	švestka	2014	25 - švestka 2014
5	švestka	2013	26 - švestka 2013
6	mirabelka	2014	6 - mirabelka 2014
7	mirabelka	2012	12 - mirabelka 2012
8	mirabelka	2013	17 - mirabelka 2013
9	mirabelka	2014	30 - mirabelka 2014
10	třešeň	2007	19 - třešeň 2007
11	meruňka	2013	16 - meruňka 2013

12	meruňka	2011	20 - meruňka 2011
13	jablko	2014	4 - jablko 2014
14	jablko	2014	5 - jablko 2014
15	jablko	2014	8 - jablko 2014
16	jablko	2014	9 - jablko 2014
17	jablko	2015	37 - jablko 2015
18	jablko	2015	38 - jablko 2015
19	hruška	2014	7 - hruška 2014
20	hruška	2009	10 - hruška 2009
21	hruška	2012	11 - hruška 2012
22	hruška	2014	18 - hruška 2014
23	malina	2014	2 - malina 2014
24	malina	2014	31 - malina 2014

3.2.1.3 Příprava vzorku

3.2.1.3.1 HS-SPME

Každý vzorek byl připraven následujícím postupem: 2 ml vzorku destilátu bylo smícháno s předem připraveným roztokem NaCl pro přípravu roztoku o celkovém objemu 10 ml o celkové koncentraci 28,5 % (w/V). Takto připravený roztok byl odebrán do 20 ml vzorkovacích nádobek, které byly uzavřeny víčkem s teflonovým septem. Připravené vzorky byly inkubovány při teplotě 45 °C po dobu 20 minut k získání ustálených podmínek extrakce. Pro extrakci těkavých látek bylo použito 100 µm PDMS vlákno. Sorbce sloučenin probíhala při teplotě 45 °C po dobu 60 minut. Látky byly desorbovány z vlákna do plynového chromatografu při teplotě nástřiku 250 °C. Před zahájením další extrakce bylo SPME vlákno tepelně čištěno při teplotě 250 °C po dobu 15 minut.

3.2.1.4 GC-MS

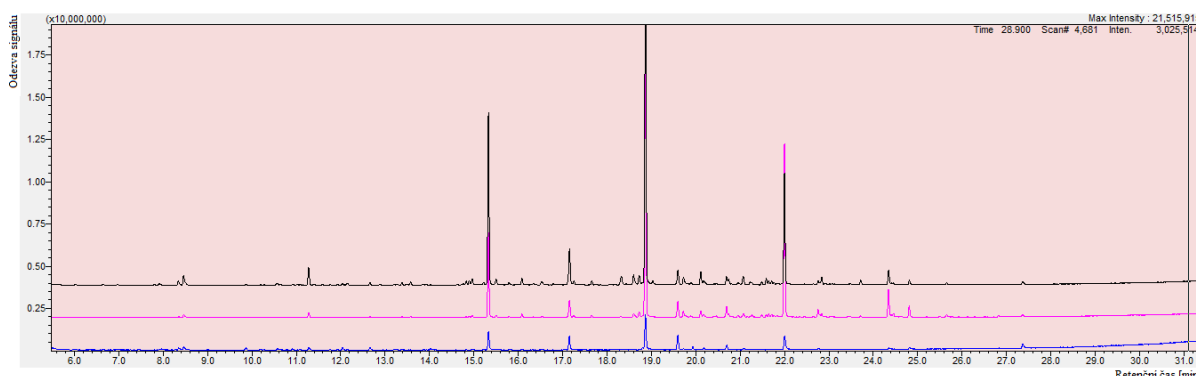
GC-MS systém se skládal z plynového chromatografu GC-2010 Plus, hmotnostního detektoru TQ 8030 a automatického dávkovače AOC 5000 Plus (vše od Shimadzu, Kyoto, Japonsko). Pro separaci sloučenin byla použita nepolární kolona SLB-5ms (délka 30 m, průměr 0,25 mm a tloušťka stacionární fáze 0,25 µm) (Supelco, Bellefonte, PA, USA). Nosným plynem bylo helium 5.0 s nastavenou konstantní lineární rychlostí 30 cm/s. Teplota nástřiku byla 200 °C a teplota převodníku do MS byla rovněž nastavena na 200 °C. Desorpce látek z vlákna probíhala po dobu 15 sekund. Nástřik byl v režimu splitu 1:20. Teplotní

program pro analýzu byl následující – 40 °C (3 min), nárůst po 2 °C/min do 250 °C (12 min). Hmotnostní spektrometr byl nastaven v režimu elektronové ionizace 70 eV ve skenovacím módu a byly měřeny ionty s m/z 33-500. Pro výpočet retenčních indexů sloučenin byla aplikována směs *n*-alkanů (C8-C20, C21-C40) pomocí výše uvedeného teplotního programu. Identifikace složek byla provedena srovnáním hmotnostních spekter uložených v databázích knihoven NIST 11 a FFNSC 2. Před zahájením další extrakce bylo SPME vlákno tepelně čištěno při teplotě 250 °C po dobu 15 minut.

3.2.2 Výsledky a diskuze

3.2.2.1 Optimalizace HS-SPME podmínek

Součástí experimentu bylo i uvážení možného zředění lihovin vodou pro posunutí rovnováhy a tedy podpoření přechodu těkavých látek do plynného prostoru. Obecně se aromatické látky lépe rozpouštějí v organických rozpouštědlech, ale částečně se mohou rozpouštět i ve vodě. Rovněž byl uvážěn i přírůstek soli za účelem zvýšení iontové síly a tím i zvýšení výtěžku extrakce, především u polárních a těkavých látek. Na Obr. 35 je možné vidět zvýšení odezvy detektoru na chromatogramech získaných analýzou extraktů ze vzorků ředěných vodou a také s přírůstkem NaCl.



Obr. 35 GC-MS chromatogram jablkovice (vzorek č. 9). Čistá pálenka (modrá linie), vzorek ředěný vodou (2,5 ml/10 ml; růžová linie), vzorek ředěný vodou včetně přírůstku NaCl (20 % w/V; černá linie). Podmínky analýzy: Teplotní program 40 °C (3 min), nárůst po 8 °C/min do 270 °C (5 min). Kolona SLB-5ms (30 m × 0,25 mm × 0,25 μm tloušťka stacionární fáze).

Dále byly vybrány a porovnány dvě různá SPME vlákna. Byla zvolena dvě SPME vlákna, která jsou výrobcem doporučena pro extrakci těkavých sloučenin - 100 μm PDMS a 50/30 μm StableFlex DVB/CAR/PDMS. DVB/CAR/PDMS vlákno je charakteristické pro extrakci těkavých a středně těkavých látek v rozsahu molekulových hmotností MW 40-275. Nepochárné PDMS vlákno je rovněž použitelné pro extrakci těkavých sloučenin (MW 60-275).

U získaných extraktů se porovnávaly záznamy z pohledu celkové plochy píků a počtu píků. Výsledky z HS-SPME/GC-MS analýzy jsou uvedeny v Tab. 8. Z této tabulky je zřejmé, že PDMS vlákno poskytovalo celkový vyšší signál a současně i vyšší počet píků, než DVB/CAR/PDMS vlákno. Z těchto důvodů bylo vybráno PDMS vlákno pro extrakci těkavých sloučenin přítomných v reálných vzorcích.

Tab. 8 Výsledky HS-SPME/GC-MS analýzy pro dvě SPME vlákna.

Podmínky extrakce (finální objem vzorku, konc. NaCl ve vzorku, extrakční teplota a extrakční čas)	100 μm PDMS Počet píků / Celková plocha	50/30 μm DVB/CAR/PDMS Počet píků / Celková plocha
2 ml, 0 % w/V, 60 °C, 60 min	60 / 0,9E+07	23 / 0,1E+07
2 ml, 30 % w/V, 60 °C, 10 min	74 / 1,1E+07	28 / 1,7E+07
6 ml, 15 % w/V, 48 °C, 35 min	109 / 3,6E+07	65 / 1,2E+07
10 ml, 0 % w/V, 60 °C, 60 min	105 / 4,9E+07	96 / 2,9E+07
10 ml, 30 % w/V, 60 °C, 10 min	109 / 3,6E+07	65 / 1,2E+07

Pozn. Finální objem vzorku vždy obsahoval 2 ml destilátu. Celkový objem vzorku byl složen, jak je uvedeno ve výše uvedené tabulce: 1. řádek (2 ml, 0 % w/V, 60 °C, 60 min) se skládal pouze ze vzorku destilátu-bez přídavku soli či vody; 2. řádek (2 ml, 30 % w/V, 60 °C, 10 min) byl složen z destilátu a soli; 3. a 5. řádek (6 ml, 15 % w/V, 48 °C, 35 min; 10 ml, 30 % w/V, 60 °C, 10 min) byl složen z destilátu a solného roztoku; 4. řádek (10 ml, 0 % w/V, 60 °C, 60 min) obsahoval destilát a vodu.

Pro optimalizaci podmínek byl použit ovocný destilát z jablek (vzorek č. 9). Mezi zvolené extrakční proměnné patřily množství zředěného vzorku do 20 ml head-space nádobek (2-10 ml), množství přidaného NaCl (0-30 % w/V), extrakční teplota (35-60 °C) a doba extrakce (10-60 min; X_4 , x_4). Preinkubace probíhala 20 min při teplotě extrakce.

Pro optimalizaci extrakčních podmínek byla zvolena metoda centrálně kompozitního plánování. Návrh experimentu (Tab. 9) obsahuje 30 experimentálních bodů, které byly proměřeny pro vyhodnocení vlivu jednotlivých parametrů na účinnost extrakce. Účinnost extrakce se hodnotila podle počtu píků (primární závislá proměnná). Pro vyhodnocení získaných dat byla použita metoda odezvové plochy (RSM) a statistický software Statistika 12.

Tab. 9 Centrální kompozitní plán kódovaných nezávislých proměnných (x_1 , x_2 , x_3 , x_4) odpovídající experimentálním podmínkám (X_1 , X_2 , X_3 , X_4) pro 100 μm PDMS vlákno. (C) – centrální bod.

Pokus	Objem vzorku [mL] x_1 (X_1)	NaCl [% w/V] x_2 (X_2)	Extrakční teplota [$^{\circ}\text{C}$] x_3 (X_3)	Doba extrakce [min] x_4 (X_4)	Počet píků	
					Předpovídané	Pozorované
1	-1 (2)	-1 (0)	-1 (35)	1 (60)	76	74
2	-1 (2)	-1 (0)	1 (60)	-1 (10)	69	68
3	-1 (2)	1 (30)	-1 (35)	-1 (10)	61	61
4	-1 (2)	1 (30)	1 (60)	1 (60)	70	61
5	1 (10)	-1 (0)	-1 (35)	-1 (10)	64	69
6	1 (10)	-1 (0)	1 (60)	1 (60)	109	105
7	1 (10)	1 (30)	-1 (35)	1 (60)	118	115
8	1 (10)	1 (30)	1 (60)	-1 (10)	98	97
9 (C)	0 (6)	0 (15)	0 (47,5)	0 (35)	107	106
10 (C)	0 (6)	0 (15)	0 (47,5)	0 (35)	107	103
11	-1 (2)	-1 (0)	-1 (35)	-1 (10)	48	47
12	-1 (2)	-1 (0)	1 (60)	1 (60)	85	92
13	-1 (2)	1 (30)	-1 (35)	1 (60)	86	92
14	-1 (2)	1 (30)	1 (60)	-1 (10)	56	60
15	1 (10)	-1 (0)	-1 (35)	1 (60)	91	91
16	1 (10)	-1 (0)	1 (60)	-1 (10)	93	91
17	1 (10)	1 (30)	-1 (35)	-1 (10)	95	92
18	1 (10)	1 (30)	1 (60)	1 (60)	110	115
19 (C)	0 (6)	0 (15)	0 (47,5)	0 (35)	107	106
20 (C)	0 (6)	0 (15)	0 (47,5)	0 (35)	107	109
21	-1 (2)	0 (15)	0 (47,5)	0 (35)	84	80
22	1 (10)	0 (15)	0 (47,5)	0 (35)	112	115
23	0 (6)	-1 (0)	0 (47,5)	0 (35)	99	97
24	0 (6)	1 (30)	0 (47,5)	0 (35)	106	108
25	0 (6)	0 (15)	-1 (35)	0 (35)	97	95
26	0 (6)	0 (15)	1 (60)	0 (35)	103	105
27	0 (6)	0 (15)	0 (47,5)	-1 (10)	95	94
28	0 (6)	0 (15)	0 (47,5)	1 (60)	115	115
29 (C)	0 (6)	0 (15)	0 (47,5)	0 (35)	107	109
30 (C)	0 (6)	0 (15)	0 (47,5)	0 (35)	107	113

Software Statistika 12 umožňuje vytvářet různé polynomické modely, kdy mohou být až třetího řádu v případě vyšších proměnných. V našem případě se jedná o model druhého řádu, jež obsahuje lineární i kvadratické členy. Na základě těchto polynomických modelů druhého řádu je možné předpovídat odezvu závisle proměnné (počet píků) na nezávisle proměnných parametrech (experimentálních podmínkách):

$$PP = -102.705 + 7.843X_1 - 0.607X_1^2 + 2.135X_2 - 0.021X_2^2 + 5.219X_3 - 0.046X_3^2 + 1.200X_4 - 0.004X_4^2 + 0.073X_1X_2 + 0.043X_1X_3 - 0.004X_1X_4 - 0.034X_2X_3 - 0.002X_2X_4 - 0.009X_3X_4 \quad (5)$$

kde PP je počet píků, X1, X2, X3, X4 jsou hodnoty nezávislých proměnných (viz. Tab. 9).

Druhá mocnina korelačního koeficientu modelu (R^2) zahrnující lineární a kvadratické efekty, a dvoufaktorové interakce mezi lineárními efekty je 0,9674. To znamená, že pouze méně než 4 % variací není popsáno modelem. Je tedy nezbytné zahrnout všechny podmínky modelu, jelikož bez dvoufaktorových interakcí mezi lineárními efekty dochází ke snížení koeficientu R^2 na hodnotu 0,8589 a v případě zahrnutí pouze lineárních efektů klesne hodnota R^2 až na 0,5419. Mezi významné faktory (p -hodnota < 0,05 s hladinou spolehlivosti 95 %) rovnice patří X_1^2 , X_2 , X_3 , X_3^2 , X_4 , X_1X_2 , X_2X_3 , X_3X_4 . Hodnoty predikované modelem dobře korelují s experimentálními hodnotami (viz. Tab. 9).

Kritické hodnoty nezávislých proměnných byly stanoveny v maximu odezvy plochy modelu (Tab. 10) Získané hodnoty byly objem vzorku 9,4 mL, množství přidaného NaCl 28,5 % w/V, teplota extrakce 42,2 °C a doba extrakce 81,9 min. Za těchto podmínek byl počet píků roven 124. Avšak, kritická hodnota doby extrakce se nenacházela ve zkoumané oblasti v rozsahu 10 – 60 min. S ohledem na tuto skutečnost byla vybrána max. hodnota doby extrakce ze zkoumaného rozsahu, tj. 60 min, a za použití rovnice (5) byly hodnoty ostatních proměnných nastaveny tak, aby závislá proměnná (počet píků) dosahovala co nejvyšších hodnot a zároveň aby příprava vzorku k analýze (ředění vzorku) bylo pokud možno jednoduše proveditelné. Touto úpravou se hodnoty parametrů extrakce změnily na následující hodnoty: 10 mL vzorku, 28,5 % w/V, extrakční teplota 45 °C a doba extrakce 60 min pro výslednou hodnotu PP = 122. Rozdíl mezi hodnotami PP vypočítaných z kritických hodnot modelu (124) a upravených hodnot (122) byl minimální až zanedbatelný.

Tab. 10 Analýza centrálního kompozitního experimentu – kritické hodnoty. Proměnná: počet píků, řešení v maximu (předpovězená hodnota v řešení 123, 89).

Faktor	Pozorované minimum	Kritické hodnoty	Pozorované maximum
Objem vzorku [mL]	2,00	9,40	10,00
NaCl [% w/V]	0,00	28,54	30,00
Extrakční teplota [°C]	35,00	42,20	60,00
Doba extrakce [min]	10,00	81,88	60,00

3.2.2.2 Reálné vzorky

Kombinací metod HS-SPME/GC-MS bylo ve všech reálných vzorcích separováno a identifikováno celkem 271 těkavých sloučenin (Tab. 11 a Tab. 12).

Pro určení vzájemných vazeb mezi proměnnými byla použita metoda hlavních komponent (PCA). Jednotlivé sloučeniny byly rozděleny do skupin dle chemického složení a pro vyhodnocení byly použity sumy relativních ploch píků v procentech. Sloučeniny byly zařazeny do skupin: acetalý, kyseliny, vyšší alkoholy, aldehydy a ketony, apokarotenoidy, estery, laktony, terpeny (mono- a seskviterpeny), oxidované formy terpenů (oxidované mono- a seskviterpeny) a fenoly a fenolické ethery (Tab. 13).

Tab. 11 Těkavé sloučeniny identifikované v aroma-profilu ovocných destilátů vyrobených z peckovin: švestky (vzorky č. 1-5), mirabelky (vzorky č. 6-9), trešně (vzorek č. 10) a meruňky (vzorky č. 11-12). Pro srovnání těkavých sloučenin v různých destilátech byla použita procenta rel. plochy, * retenční indexy vypočítané podle Van den Doola a Kratze, n. i. – nebyla identifikována

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Acetaly														
Isobutanal diethyl acetal	860	1741-41-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	<0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01
Isovaleraldehyd diethyl acetal	956	3842-03-3	0,05	0,02	n.i.	0,01	0,03	n.i.	0,03	0,03	0,01	0,09	0,06	0,04
Acetaldehyd ethyl amyl acetal	975	13442-89-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	0,02	0,01	n.i.	n.i.	0,01
Valeraldehyd diethyl acetal	996	3658-79-5	0,05	n.i.	0,01	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Hexanal diethyl acetal	1092	3658-93-3	0,32	0,09	0,16	0,01	0,14	0,06	0,08	0,14	0,02	n.i.	n.i.	n.i.
Heptanal diethyl acetal	1189	688-82-4	0,12	0,04	0,09	0,02	0,10	n.i.	0,05	0,06	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Benzaldehyd diethylacetal	1224	774-48-1	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.
Octanal diethyl acetal	1285	54889-48-4	0,05	0,04	0,05	0,01	0,15	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Fenylacetaldehyd diethyl acetal	1319	6314-97-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.
Nonanal diethyl acetal	1383	54815-13-3	3,47	2,75	3,66	3,86	3,33	1,23	2,72	1,80	0,20	0,04	0,28	n.i.
Dekanal diethyl acetal	1479	34764-02-8	0,13	0,22	0,06	0,04	0,10	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	0,05
Undekanal diethyl acetal	1576	53405-97-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,13	0,09
Tridekanal diethyl acetal	1771	72934-16-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.
Kyseliny														
Kyselina 3-methylbutanová	852	503-74-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01
Kyselina 2-methylbutanová	860	116-53-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.
Kyselina oktanová	1181	124-07-2	n.i.	0,74	0,75	0,36	0,08	0,39	0,27	0,31	0,03	0,44	0,10	0,26
Kyselina nonanová	1273	112-05-0	n.i.	0,23	0,14	0,02	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Kyselina dekanová	1373	334-48-5	1,29	8,96	7,27	2,53	0,39	11,59	4,60	4,97	0,66	10,19	4,05	5,32
Kyselina dodekanová	1568	143-07-7	n.i.	2,91	1,44	0,86	0,20	1,69	1,66	0,95	n.i.	0,45	n.i.	n.i.
Vyšší alkoholy														
2-Methyl-butan-1-ol	749	137-32-6	0,66	0,43	0,71	0,88	0,42	1,21	1,55	1,65	1,04	0,16	0,34	0,29
Pentan-1-ol	777	71-41-0	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	<0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %												
			Číslo vzorku												
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
(Z)-3-Hexene-1-ol	862	928-96-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl alkohol	875	111-27-3	0,13	0,24	0,29	0,18	0,07	0,28	0,71	0,73	0,13	0,04	0,47	0,23	
Heptan-1-ol	977	111-70-6	0,02	0,05	0,05	0,02	0,02	n.i.	0,07	0,06	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
Benzyl alkohol	1040	100-51-6	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	<0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	
1-Oktanol	1076	111-87-5	0,07	0,11	0,19	0,10	0,06	0,05	0,17	0,14	0,06	n.i.	0,05	0,04	
2-Nonanol	1104	628-99-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	0,02	n.i.	
Fenylethyl alkohol	1113	60-12-8	0,04	0,05	0,03	0,05	0,02	0,08	0,05	0,05	0,02	0,03	0,02	0,03	
(Z)-3-Nonen-1-ol	1157	10340-23-5	n.i.	0,06	0,08	0,02	0,01	0,04	0,07	0,07	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	
Nonan-1-ol	1175	143-08-8	0,54	1,08	1,94	0,41	0,37	0,25	1,15	0,65	0,17	n.i.	n.i.	0,08	
cis-4-Decen-1-ol	1260	57074-37-0	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	
Dekan-1-ol	1275	112-30-1	0,17	0,28	0,23	0,13	0,19	n.i.	0,15	0,09	0,10	0,04	0,08	0,10	
Undekan-4-ol	1291	4272-06-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,16	0,22	
2,6-Dimethyl-2,6-undecadien-10-ol	1450	53837-34-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,31	0,14	
Dodekanol	1476	112-53-8	0,18	0,16	0,12	0,08	0,07	0,10	0,08	0,07	0,24	0,05	0,17	0,21	
(Z)-9-Tetradecen-1-ol	1660	35153-15-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,34	0,29	0,41	0,54	n.i.	n.i.	n.i.	
Tetradekan-1-ol	1679	112-72-1	n.i.	0,15	0,06	0,04	0,03	n.i.	0,28	n.i.	0,13	0,08	n.i.	n.i.	
Aldehydy a ketony															
Hexanal	802	66-25-1	n.i.	n.i.	0,16	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Furfural	837	98-01-1	0,01	0,02	0,02	n.i.	<0,01	n.i.	0,03	0,02	n.i.	n.i.	0,02	0,01	
Heptanal	904	111-71-7	0,02	0,05	0,06	n.i.	0,01	n.i.	0,06	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
Benzaldehyd	964	100-52-7	0,24	0,20	0,15	0,49	0,14	0,66	0,42	0,38	0,21	0,84	0,15	0,07	
Oktanal	1005	124-13-0	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
Fenylacetaldehyd	1042	122-78-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	
Pelargonaldehyd	1105	124-19-6	0,72	0,52	1,16	0,11	0,37	0,39	0,58	0,36	0,04	n.i.	0,02	n.i.	
3-Nonen-2-one	1139	14309-57-0	0,01	n.i.	0,04	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,02	
(E)-2-Nonenal	1164	18829-56-6	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %												
			Číslo vzorku												
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
Dekanal	1207	112-31-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
(E)-2-Decenal	1264	3913-81-3	0,01	n.i.	0,01	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
Heptyl propyl keton	1272	14476-37-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,12	
2,6-di-tert-Butylquinon	1460	719-22-2	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,14	n.i.	n.i.	
Tridekanal	1511	10486-19-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,10	0,14	
Tetradekanal	1613	124-25-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,01	
(7Z,10Z)-Hexadekadienal	1653	56829-23-3	0,11	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	1,87	0,80	1,63	1,49	n.i.	n.i.	
Hexadekanal	1816	629-80-1	0,03	0,05	0,04	n.i.	0,02	n.i.	0,07	0,05	n.i.	0,08	0,02	0,01	
Farnesylaceton	1907	1117-52-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	
2,4-Dimethyl-1-hepten	842	19549-87-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	
Dodekan	1200	112-40-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
Tridekan	1300	629-50-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	0,03	
Tetradekan	1400	629-59-4	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
Pentadekan	1500	629-62-9	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	0,02	
Pentadekanal	1715	2765-11-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,40	n.i.	0,12	
Oktadekan	1799	593-45-3	0,04	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,13	n.i.	n.i.	
Henkosan	2099	629-94-7	0,09	0,04	0,04	0,02	n.i.	n.i.	0,12	0,11	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	
Apokarotenoidy															
6-Methyl-5-hepten-2-ol	997	1569-60-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	
β-Cyklocitral	1218	432-25-7	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	
Vitispiran	1278	65416-59-3	n.i.	0,12	n.i.	0,02	0,01	0,20	0,05	0,12	0,03	n.i.	0,17	0,19	
1,5,8-Trimethyl-1,2-dihydronaftalen	1352	4506-36-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,16	0,27	
3,4-Dehydroionen	1352	30364-38-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	
(E)-β-Damascenon	1378	23726-93-4	0,11	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
(E)-α-Ionon	1422	127-41-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	
β-Ionol	1432	22029-76-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,19	0,13	

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Dihydro- β -ionol	1443	3293-47-8	n.i.	0,04	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,62	0,33
(E)- β -ionon	1479	79-77-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,20	n.i.	n.i.	n.i.	0,25	n.i.
Vinylbenzen	891	100-42-5	0,02	0,01	0,02	n.i.	0,08	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01
1,3-Di-tert-butylbenzen	1248	1014-60-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,26	n.i.	n.i.	n.i.
Estery														
Ethyl-isobutyřát	765	97-62-1	n.i.	0,01	n.i.	0,01	<0,01	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,10
Isobutyl-acetát	779	110-19-0	n.i.	0,02	<0,01	0,02	0,01	0,05	0,02	n.i.	0,01	n.i.	0,04	0,06
Ethyl-butyřát	803	105-54-4	0,11	0,14	n.i.	0,04	0,05	0,09	0,14	0,20	0,04	0,03	0,02	0,07
Ethyl-laktát	816	97-64-3	0,04	0,30	0,03	0,40	0,11	0,03	0,19	0,12	0,04	0,05	0,30	0,06
Ethyl-(E)-krotonát	849	623-70-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-2-methylbutyřát	853	7452-79-1	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	0,01	0,03	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	0,14	0,31
Ethyl-isovalerát	858	108-64-5	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,12
2-methylbutyl-acetát	876	624-41-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,54	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	0,05	0,08
Isoamyl-acetát	880	123-92-2	0,05	0,23	0,16	0,07	0,09	0,12	0,24	0,60	0,26	0,06	0,25	0,21
Ethyl-valerát	903	539-82-2	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01
Methyl-kapronát	928	106-70-7	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	0,01	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	<0,01
Ethyl-2-hydroxyisovalerát	969	2441-06-7	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-kapronát	1000	123-66-0	0,69	0,55	0,72	0,09	0,44	0,75	0,68	1,30	0,71	0,28	0,19	0,39
Ethyl-hex-(3Z)-enoát	1002	64187-83-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,08	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-hex-(3E)-enoát	1006	2396-83-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl-acetát	1016	142-92-7	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,05	n.i.	n.i.	0,03	0,02
Isoamyl-butanoát	1060	106-27-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-2-hydroxykapronát	1060	6946-90-3	n.i.	0,02	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-2-hydroxy-4-methyl-pentanoát	1066	10348-47-7	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,01
Isoamyl-laktát	1071	19329-89-6	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,01	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.
Methyl-benzoát	1094	93-58-3	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Ethyl-heptanoát	1098	106-30-9	n.i.	0,02	0,01	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-sorbát	1099	2396-84-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.
Methyl-kaprylát	1127	111-11-5	0,07	0,02	0,06	0,02	0,08	0,04	0,04	0,07	0,03	n.i.	0,01	0,04
Hexyl-isobutyrát	1151	2349-07-7	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	<0,01	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.
Benzyl-acetát	1165	140-11-4	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	n.i.	n.i.
Ethyl-benzoát	1171	93-89-0	0,90	1,14	1,41	1,27	0,48	0,73	1,21	0,61	0,39	0,49	0,18	0,17
Diethyl-sukcinát	1182	123-25-1	0,08	0,39	n.i.	n.i.	0,04	0,09	0,11	0,09	0,03	n.i.	0,01	0,06
Ethyl-(E)-4-oktanoát	1189	78989-37-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	0,02	0,02
Methyl-salicylát	1191	119-36-8	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl-butanoát	1193	2639-63-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,08	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-kaprylát	1197	106-32-1	8,18	3,64	6,07	2,08	6,73	7,76	6,60	6,78	7,93	1,54	3,11	4,21
Octyl-acetát	1212	112-14-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl-2-methylbutyrát	1238	10032-15-2	0,06	0,12	0,07	0,01	0,24	0,10	0,12	0,10	0,09	0,01	<0,01	0,03
Ethyl-fenyl-acetát	1244	101-97-3	n.i.	0,03	0,02	0,02	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl-krotonát	1245	19089-92-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isoamyl-kaproát	1252	2198-61-0	0,02	n.i.	0,02	0,01	0,09	n.i.	0,03	0,05	0,05	n.i.	0,01	0,03
2-Methylbutyl-kaproát	1255	2601-13-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Fenylethyl-acetát	1256	103-45-7	n.i.	0,11	0,07	0,04	n.i.	0,25	0,03	0,10	0,09	0,10	0,15	0,01
Ethyl-salicylát	1269	118-61-6	0,05	0,14	0,13	0,09	0,07	0,06	0,19	0,05	0,01	<0,01	0,02	0,01
Ethyl-(3E)-3-nonenoát	1290	91213-30-8	n.i.	0,02	0,02	n.i.	0,01	n.i.	0,02	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	0,01
Propyl-oktanoát	1292	624-13-5	n.i.	0,04	0,04	0,02	0,08	n.i.	0,05	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-pelargonát	1296	123-29-5	0,52	0,63	0,64	0,33	1,22	0,56	0,70	0,35	0,39	0,09	0,18	0,21
Pelargonyl-acetát	1311	143-13-5	0,01	0,05	0,04	0,03	0,10	n.i.	0,03	n.i.	0,06	n.i.	0,01	0,01
Methyl-kaprát	1325	110-42-9	0,17	0,10	0,19	0,39	0,71	0,13	0,17	0,11	0,16	0,04	0,30	0,56
Isobutyl-benzoát	1328	120-50-3	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-3-fenyl-propionát	1348	2021-28-5	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	n.i.	n.i.

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Isobutyl-kaprylát	1349	5461-06-3	0,03	n.i.	0,04	0,06	0,14	0,04	0,05	0,04	0,09	n.i.	0,08	0,12
Neryl-acetát	1358	141-12-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	n.i.
Ethyl ester kyseliny 4-dekenové	1387	76649-16-6	n.i.	n.i.	0,41	n.i.	0,97	0,44	1,22	1,10	0,35	n.i.	1,17	0,98
Ethyl ester kyseliny 9-dekenové	1387	67233-91-4	0,29	0,73	n.i.	0,42	0,87	n.i.	0,54	0,26	0,48	0,18	n.i.	n.i.
Ethyl-kaprát	1395	110-38-3	17,24	12,22	16,64	22,90	33,87	18,41	17,74	15,03	25,45	10,25	25,86	33,12
Decyl-acetát	1410	112-17-4	0,03	n.i.	0,03	0,03	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	0,04	0,05
Ethyl-isopentyl-sukcinát	1428	28024-16-0	n.i.	0,10	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isoamyl-benzoát	1438	94-46-2	0,06	0,09	0,07	0,21	0,10	0,06	0,11	0,06	0,03	n.i.	0,03	0,04
β-Fenylethyl-butyřát	1439	103-52-6	0,06	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
3-methylbutyl-oktanoát	1447	2035-99-6	0,33	0,24	0,41	0,82	1,66	0,40	0,40	0,41	0,67	0,20	0,92	1,00
2-methylbutyl-oktanoát	1450	67121-39-5	0,11	0,08	0,14	0,23	0,49	0,09	0,11	0,09	0,13	n.i.	0,24	0,30
Ethyl-(E,E)-2,4-dekadienoát	1457	7328-34-9	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	0,05	0,06	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
(E)-Ethyl-cinnamát	1467	4192-77-2	0,38	0,91	0,38	1,05	0,30	n.i.	0,13	n.i.	n.i.	0,05	0,19	n.i.
Ethyl-(E,Z)-2,4-dekadienoát	1471	3025-30-7	n.i.	0,33	n.i.	n.i.	0,63	0,33	0,10	0,25	0,12	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl ester kyselina 10-undekenové	1487	692-86-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isopentyl-fenylacetát	1487	102-19-2	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Propyl-dekanoát	1490	30673-60-0	0,04	0,08	0,10	0,19	0,50	0,06	0,08	0,02	0,03	0,03	0,37	0,70
Ethyl-undekanoát	1494	627-90-7	0,02	0,05	0,05	0,09	0,20	n.i.	0,04	n.i.	0,10	0,05	0,18	0,22
Methyl-laurát	1524	111-82-0	0,15	0,11	0,30	0,97	0,89	0,10	0,12	0,08	0,16	0,10	0,72	1,01
Ethyl-3-hydroxy-tridekanoát	1534	107141-15-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,20	0,04
Isobutyl-kaprát	1546	30673-38-2	0,11	0,07	0,15	0,41	0,49	0,09	0,13	0,09	0,13	0,08	0,44	0,51
Isopentyl-nonanoát	1548	7779-70-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl-benzoát	1578	6789-88-4	n.i.	n.i.	n.i.	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl-oktanoát	1581	1117-55-1	0,04	0,05	0,06	0,06	0,17	n.i.	0,08	n.i.	n.i.	n.i.	0,09	0,14
Butyl-kaprát	1586	30673-36-0	n.i.	n.i.	0,08	0,16	0,16	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,16
Ethyl-laurát	1594	106-33-2	18,48	10,17	16,99	26,22	22,78	10,24	11,79	9,47	16,54	17,50	25,43	25,23

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Lauryl-acetát	1608	112-66-3	n.i.	n.i.	0,02	0,05	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	0,07	0,05
Fenylethylkaprát	1640	6290-37-5	3,32	1,25	2,11	1,92	2,14	0,43	0,56	1,19	0,58	3,37	0,05	0,06
3-methylbutyl-dekanoát	1645	2306-91-4	0,93	0,48	0,80	1,77	1,45	0,46	0,71	0,55	0,67	1,38	1,51	1,11
2-methylbutyl-dekanoát	1647	68067-33-4	0,30	0,12	0,24	0,50	0,43	0,10	0,20	0,15	0,28	0,33	0,45	0,38
Propyl-laurát	1689	3681-78-5	n.i.	n.i.	n.i.	0,18	0,06	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,18
Ethyl-tridekanoát	1693	28267-29-0	n.i.	n.i.	n.i.	0,09	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,12	0,14
Methyl-myristát	1724	124-10-7	0,21	0,09	0,13	0,37	0,16	n.i.	0,03	0,04	n.i.	0,12	0,13	0,15
Isobutyl-laurát	1744	37811-72-6	0,07	0,04	0,07	0,15	0,04	n.i.	0,10	0,05	n.i.	0,09	0,08	0,08
Hexyl-kaprát	1779	10448-26-7	0,11	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	0,09	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Z-5-Tetradecenyl-acetát	1783	35153-13-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,07	n.i.	n.i.	n.i.
Butyl-laurát	1785	106-18-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02
Ethyl-myristát	1793	124-06-1	12,76	5,45	6,94	7,07	3,41	3,39	5,03	5,38	1,60	10,43	3,68	3,15
2,3-Dihydrofarnesyl-acetát	1800	58130-58-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	0,03	n.i.
Myristyl-acetát	1808	638-59-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	0,01
Isopropyl-myristát	1824	110-27-0	0,07	0,11	0,07	0,04	n.i.	0,18	0,12	0,12	0,02	0,09	0,04	0,02
Farnesyl-acetát	1832	29548-30-9	0,05	0,14	0,05	0,14	0,03	n.i.	0,10	0,04	0,18	0,08	0,09	0,03
Fenylethyl-oktanoát	1844	5457-70-5	6,59	2,91	5,79	4,12	2,46	1,32	2,05	3,63	1,78	8,27	0,22	0,19
Isoamyl-laurát	1846	6309-51-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,03
2-Methylbutyl-laurát	1846	93815-53-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,08	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Diisobutyl-ftalát	1857	84-69-5	0,05	0,11	0,03	0,02	n.i.	0,09	0,08	0,09	0,20	0,39	0,03	0,02
Nonyl-oktanoát	1875	7786-48-3	0,05	n.i.	0,09	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-pentadekanoát	1893	41114-00-5	0,16	0,29	0,14	0,11	0,06	0,12	0,21	0,13	n.i.	0,41	0,23	0,16
Methyl-palmitát	1925	112-39-0	0,27	0,43	0,33	0,29	0,11	0,16	0,25	0,26	0,09	0,51	0,37	0,22
Dibutyl-ftalát	1952	84-74-2	0,27	0,67	0,29	0,12	n.i.	0,65	0,52	0,68	0,10	0,50	0,17	0,05
Ethyl-9,12-hexadekadienoát	1956	---	0,05	0,16	0,10	0,02	0,02	0,40	0,16	0,25	0,63	n.i.	0,06	0,04
Ethyl-(E)-9-hexadecenoát	1965	54546-22-4	0,10	0,14	0,09	0,04	0,02	0,08	0,13	0,15	0,49	2,56	0,07	0,05

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Ethyl-(Z)-9-hexadecenoát	1970	56219-10-4	0,61	1,65	0,69	0,69	0,23	0,77	0,74	0,39	0,02	0,13	0,76	0,48
Ethyl-palmitát	1992	628-97-7	8,19	11,13	8,21	4,16	1,79	7,15	9,40	10,33	0,34	14,83	6,53	4,17
Methyl-linoleát	2090	112-63-0	0,02	0,09	0,05	0,03	0,01	n.i.	0,07	0,04	n.i.	n.i.	0,03	0,04
Ethyl-linoleát	2158	544-35-4	1,41	2,25	2,02	0,80	0,31	1,70	1,89	2,62	0,06	1,57	1,24	0,50
Ethyl-linolenát	2164	1191-41-9	0,71	1,11	0,84	0,44	0,14	1,06	n.i.	1,41	0,13	1,72	0,90	0,30
Ethyl-oleát	2165	111-62-6	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	0,06	n.i.	n.i.	0,02	0,04
Ethyl-stearát	2193	111-61-5	0,06	0,10	0,09	0,02	n.i.	0,10	0,07	0,14	n.i.	0,09	0,04	0,02
Laktony														
γ-Decalakton	1465	706-14-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,26	0,39
γ-Dodekalakton	1676	2305-05-7	0,71	0,60	0,34	0,05	0,13	0,97	0,85	0,79	n.i.	0,07	1,71	1,31
Monoterpeny														
α-Pinen	935	80-56-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
β-Myrcen	991	123-35-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
p-Cymen	1025	99-87-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	0,24	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Limonen	1031	138-86-3	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	0,06	n.i.	n.i.	3,26	n.i.	n.i.	0,07	0,04
(Z)-β-Ocimen	1036	3338-55-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,01
(E)-β-Ocimen	1050	3779-61-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	<0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,01
γ-Terpinen	1061	99-85-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,36	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Terpinolen	1086	586-62-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	0,06	n.i.	n.i.	0,03	0,04
Oxidované monoterpeny														
Bois de Rose oxid	972	7392-19-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	0,04	0,06
(E)-Anhydrolinalool oxid	989	54750-70-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,02
(Z)-Dehydroxy linalool oxid	1005	54750-69-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,02
1,8-Cineol	1034	470-82-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.
(Z)-Linalool furanoxid	1073	5989-33-3	n.i.	0,01	n.i.	0,04	0,01	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	0,04
(E)-Linalool furanoxid	1088	34995-77-2	n.i.	0,04	n.i.	0,05	0,01	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	0,04

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Linalool	1100	78-70-6	0,08	0,11	0,13	0,09	0,08	0,31	0,34	0,29	0,06	0,13	0,73	0,44
(E)-Ocimenol	1154	5986-38-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,01
Isomenthone	1166	491-07-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.
4-Terpineol	1181	562-74-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.
Dill ether	1185	74410-10-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01
α -Terpineol	1195	98-55-5	0,02	0,13	0,06	0,07	0,02	0,26	0,12	0,07	0,04	0,05	0,72	0,48
1-p-Menthen-9-al, isomer 2	1220	29548-14-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02
Nerol	1225	106-25-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,02
Citronellol	1230	106-22-9	0,09	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,19	0,75	0,67	0,03	0,05	0,07	0,05
Geraniol	1254	106-24-1	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	0,25	0,14	n.i.	n.i.	0,08	n.i.
Phellandral	1276	21391-98-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.
(E)-Nerolidol	1561	40716-66-3	0,11	1,39	0,08	0,86	0,07	0,59	0,52	0,31	0,45	0,39	0,44	0,18
(E)-2,3-Dihydrofarnesol	1686	27745-36-4	n.i.	n.i.	n.i.	0,14	n.i.	n.i.	0,37	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
(2E,6E)-Farnesol	1715	106-28-5	0,16	0,89	n.i.	1,50	n.i.	0,29	0,72	n.i.	0,09	n.i.	n.i.	n.i.
Fenoly a fenolické deriváty														
p-Vinylanisol	1154	637-69-4	0,18	0,08	0,15	0,47	0,10	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Eugenol	1353	97-53-0	0,27	0,75	0,29	n.i.	n.i.	0,25	0,31	0,22	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
2,4-Di-tert-butylfenol	1508	96-76-4	n.i.	n.i.	n.i.	0,28	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,15	n.i.	0,07	0,13
Nonylfenol	1717	25154-52-3	0,48	1,41	0,44	n.i.	n.i.	0,61	0,90	1,25	0,17	0,47	0,27	0,09
4-(2,2,3,3-Tetramethylbutyl)fenol	1727	54932-78-4	0,03	0,20	0,03	0,01	n.i.	0,10	0,11	0,10	n.i.	0,08	0,02	n.i.
Seskviterpeny														
β -Caryophyllen	1417	87-44-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
α -Muurolen	1497	10208-80-7	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	0,21
(E,E)- α -Farnesen	1503	502-61-4	0,03	0,27	0,01	0,74	0,43	0,07	0,20	0,04	n.i.	0,08	0,05	0,31
δ -Cadinen	1518	483-76-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
α -Calacoren	1541	21391-99-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %												
			Číslo vzorku												
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
Další terpenické sloučeniny															
Linalool ethyl ether	1169	72845-33-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	0,12	0,27
Geranyl ethyl ether	1283	40267-72-9	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,26
α -Bisabolol oxid B	1653	26184-88-3	n.i.	n.i.	0,03	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,10	0,05	n.i.
Phyton	1839	502-69-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01

Tab. 12 Těkavé sloučeniny identifikované v aroma-profilu ovocných destilátů vyrobených z peckovin: jablka (vzorky č. 13-18) a hrušek (vzorky č. 19-22), z bobulovin: malina (vzorky č. 23, 24). Pro srovnání těkavých sloučenin v různých destilátech byla použita procenta rel. plochy, * retenční indexy vypočítané podle Van den Doola a Kratze, n. i. – nebyla identifikována

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %												
			Číslo vzorku												
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	
Acetaly															
Isobutanal diethyl acetal	860	1741-41-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,08
Isovaleraldehyd diethyl acetal	956	3842-03-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,02	0,03	0,04	0,03	0,07
Acetaldehyd ethyl amyl acetal	975	13442-89-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,10
Hexanal diethyl acetal	1092	3658-93-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Benzaldehyd diethylacetal	1224	774-48-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Fenylacetaldehyd diethyl acetal	1319	6314-97-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Nonanal diethyl acetal	1383	54815-13-3	1,08	0,15	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,19	0,25	0,38	0,28	0,16	n.i.
Dekanal diethyl acetal	1479	34764-02-8	n.i.	0,03	n.i.	0,01	0,02	0,02	0,03	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Hydroxycitronellal diethyl acetal	1526	7779-94-4	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,08	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Kyseliny															
Kyselina 3-methylbutanová	852	503-74-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Kyselina 2-methylbutanová	860	116-53-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Kyselina hexanová	985	142-62-1	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,03	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Kyselina oktanová	1181	124-07-2	0,27	0,37	0,99	0,92	0,56	0,68	n.i.	0,23	0,41	0,16	0,22	n.i.
Kyselina nonanová	1273	112-05-0	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Kyselina dekanová	1373	334-48-5	8,63	7,44	15,17	13,58	8,21	8,31	2,78	4,35	9,83	3,68	5,51	n.i.
Kyselina dodekanová	1568	143-07-7	0,56	1,92	4,09	3,30	2,42	1,64	n.i.	0,25	3,06	0,16	1,45	n.i.
Vyšší alkoholy														
2-Methyl-butan-1-ol	749	137-32-6	1,28	1,39	0,82	0,46	1,18	1,02	1,27	0,28	1,05	0,85	1,27	3,21
Hexyl alkohol	875	111-27-3	1,04	1,09	0,73	0,62	1,53	1,59	2,50	0,79	0,86	1,67	0,11	0,03
Heptan-1-ol	977	111-70-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,03	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Octan-1-ol	1076	111-87-5	0,09	n.i.	0,03	0,04	0,10	0,16	0,20	0,06	0,09	0,16	n.i.	n.i.
Nonan-2-ol	1104	628-99-9	0,07	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.
Fenylethyl alkohol	1113	60-12-8	0,06	0,05	0,04	0,03	0,04	0,05	n.i.	0,03	0,08	0,05	0,11	0,11
Nonan-1-ol	1175	143-08-8	0,13	n.i.	0,12	0,14	0,12	0,29	0,65	0,11	0,24	0,53	n.i.	n.i.
cis-4-Decen-1-ol	1260	57074-37-0	0,03	n.i.	0,01	0,01	0,03	0,08	n.i.	0,03	0,03	n.i.	n.i.	n.i.
Dekan-1-ol	1275	112-30-1	0,09	0,02	0,05	0,05	0,03	0,09	0,07	0,06	0,05	0,11	n.i.	0,07
Undekan-2-ol	1303	1653-30-1	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Dodekan-1-ol	1476	112-53-8	0,24	0,04	0,09	0,09	n.i.	n.i.	n.i.	0,08	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Tetradekan-1-ol	1679	112-72-1	0,14	0,10	0,18	0,16	n.i.	n.i.	n.i.	0,09	n.i.	0,07	0,08	0,15
Aldehydy a ketony														
Furfural	837	98-01-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	<0,01	n.i.	0,04	<0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Benzaldehyd	964	100-52-7	0,05	0,08	0,07	0,06	0,14	0,16	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	0,17
Nonan-2-one	1092	821-55-6	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	n.i.
Pelargonaldehyd	1105	124-19-6	0,12	0,03	0,03	0,02	0,05	0,08	n.i.	0,06	0,11	0,07	0,05	n.i.
(E)-2-Nonenal	1164	18829-56-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Kapraldehyd	1207	112-31-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.
(E)-2-Decenal	1264	3913-81-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
(E,E)-2,4-Decanedienal	1319	25152-84-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Lauraldehyd	1409	112-54-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.
2,6-di-tert-Butylquinone	1460	719-22-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	n.i.	0,13
Tridekanal	1511	10486-19-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	n.i.
Myristaldehyd	1613	124-25-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	n.i.
(7Z,10Z)-Hexadecadienal	1653	56829-23-3	0,14	n.i.	0,11	0,10	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,46
Tridecyl methyl keton	1696	2345-28-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
α -Hexylcinnamaldehyd	1744	101-86-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,20	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Oxacyklohexadec-(12E)-en-2-one	1812	111879-80-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.
Palmitaldehyd	1816	629-80-1	0,10	0,04	0,04	0,04	0,02	n.i.	0,09	0,08	n.i.	n.i.	0,06	n.i.
Apokarotenoidy														
6-Methyl-5-hepten-2-one	989	110-93-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
6-Methyl-5-hepten-2-ol	997	1569-60-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Vitispiran	1278	65416-59-3	0,17	0,28	0,26	0,30	0,56	0,47	0,18	0,01	0,20	0,28	0,04	n.i.
(E)-Edulan	1308	41678-29-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
3,4-Dehydroionen	1352	30364-38-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,07	0,20
α -Ionol	1375	25312-34-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	1,06
(E)- β -Damascenon	1378	23726-93-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,26	n.i.	0,47	0,30	n.i.	n.i.
(E)- α -Ionon	1422	127-41-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,40	0,22
Dihydro- β -ionon	1433	17283-81-7	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,28	0,12
Dihydro-beta-ionol	1443	3293-47-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	0,16
(E)- β -ionon	1479	79-77-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,76	n.i.
Estery														
Ethyl-isobutyřát	765	97-62-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	0,06	0,05	n.i.	n.i.	0,05
Isobutyl-acetát	779	110-19-0	0,01	0,03	0,02	0,01	0,05	0,02	0,05	<0,01	0,09	0,04	0,02	n.i.
Ethyl-butyrát	803	105-54-4	0,03	0,04	0,04	0,03	0,05	0,04	0,06	0,03	0,07	0,05	0,05	0,05

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Ethyl-laktát	816	97-64-3	0,08	0,13	0,16	0,11	0,19	0,14	0,72	0,09	0,30	0,30	n.i.	0,08
Butyl acetate	818	123-86-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.
Ethyl-2-methylbutyrát	853	7452-79-1	n.i.	0,02	0,05	0,03	0,08	0,05	0,12	0,11	0,16	0,16	n.i.	n.i.
Ethyl-isovalerát	858	108-64-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,02	n.i.	0,08	0,05	n.i.	n.i.	n.i.
2-methylbutyl-acetát	876	624-41-9	0,28	0,36	0,24	0,19	0,52	0,37	0,41	0,10	0,82	0,49	n.i.	n.i.
Isoamyl-acetát	880	123-92-2	0,04	0,07	0,04	0,03	0,13	0,08	0,09	0,02	0,13	0,10	0,59	0,92
Ethyl-hexanoát	1000	123-66-0	0,38	0,47	0,42	0,43	0,61	0,47	0,46	0,45	0,71	0,69	1,36	1,71
Hexyl-acetát	1016	142-92-7	0,04	0,04	0,03	0,03	0,08	0,06	0,06	0,03	0,11	0,09	0,03	n.i.
Ethyl-2-hydroxykapronát	1060	6946-90-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,01	n.i.	0,02	0,09	0,06	n.i.	n.i.
Ethyl-2-hydroxy-4-methyl-pentanoát	1066	10348-47-7	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,09	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.
Isoamyl-laktát	1071	19329-89-6	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,01	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-heptanoát	1098	106-30-9	n.i.	n.i.	n.i.	<0,01	0,01	<0,01	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isopentyl 2-methyl-butanoát	1100	27625-35-0	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.
Methyl-kaprylát	1127	111-11-5	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,01	0,01	n.i.	0,03	0,04	n.i.	0,02	n.i.
Benzyl-acetát	1165	140-11-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,08
Ethyl-benzoát	1171	93-89-0	0,12	0,11	0,04	0,06	n.i.	0,11	0,27	0,72	0,42	0,31	0,17	0,12
Ethyl-benzoát	1182	123-25-1	0,05	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,13	n.i.	n.i.	0,09
Ethyl-(E)-4-oktenoát	1189	78989-37-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-kaprylát	1197	106-32-1	3,05	2,04	2,37	3,12	2,41	2,07	2,09	4,50	5,47	2,86	10,31	6,34
Octyl-acetát	1212	112-14-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl-2-methyl-butyrát	1238	10032-15-2	0,22	0,19	0,24	0,34	0,21	0,11	0,07	0,04	0,10	0,12	0,06	n.i.
Ethyl-fenyl-acetát	1244	101-97-3	0,02	0,03	0,05	0,05	0,06	0,11	0,10	0,05	0,09	0,07	n.i.	n.i.
Hexyl-krotonát	1245	19089-92-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isoamyl-kaproát	1252	2198-61-0	0,03	0,02	0,01	0,02	0,03	0,03	n.i.	0,02	0,03	n.i.	0,05	n.i.
Fenylethyl-acetát	1256	103-45-7	0,11	0,07	0,08	0,08	0,30	0,35	0,13	0,03	0,38	0,10	0,26	0,42
Ethyl-pelargonát	1296	123-29-5	0,19	0,08	0,08	0,11	0,12	0,12	0,13	0,34	0,36	0,17	0,42	0,23

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Pelargonyl-acetát	1311	143-13-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.
Methyl-kaprát	1325	110-42-9	0,04	0,02	0,04	0,05	0,03	0,03	n.i.	0,20	0,11	n.i.	0,07	n.i.
Isobutyl-benzoát	1328	120-50-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl ester kys. 2-methylkrotonové	1330	16930-96-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isobutyl-kaprylát	1349	5461-06-3	n.i.	0,03	0,02	0,03	0,02	0,01	n.i.	0,08	n.i.	n.i.	0,06	n.i.
Hexyl-kaproát	1386	6378-65-0	0,23	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl ester kyseliny 4-dekenové	1387	76649-16-6	0,20	0,22	0,10	0,05	0,38	0,36	0,08	0,30	0,29	0,11	n.i.	n.i.
Ethyl ester kyseliny 9-dekenové	1387	67233-91-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,27	0,45
Ethyl-kaprát	1395	110-38-3	11,71	12,05	12,10	12,12	9,25	8,51	5,75	24,20	15,46	7,31	25,36	18,22
Methyleugenol	1400	93-15-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Decyl-acetát	1410	112-17-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-isopentyl-sukcinát	1428	28024-16-0	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	0,01	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isoamyl-benzoát	1438	94-46-2	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,24	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
β-Fenylethyl-butyrát	1439	103-52-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,09	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
3-methylbutyl-oktanoát	1447	2035-99-6	0,40	0,31	0,37	0,43	0,34	0,31	0,07	0,43	0,20	0,11	0,49	0,30
2-methylbutyl-oktanoát	1450	67121-39-5	0,12	0,08	0,11	0,12	0,09	0,10	n.i.	0,08	n.i.	n.i.	0,11	n.i.
Ethyl-(E,E)-2,4-dekadienoát	1457	7328-34-9	0,15	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,17	0,32	n.i.	n.i.	n.i.
(E)-Ethyl-cinnamát	1467	4192-77-2	n.i.	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	0,24
Ethyl-(E,Z)-2,4-dekadienoát	1471	3025-30-7	0,76	0,17	0,19	0,23	0,03	0,04	n.i.	0,60	2,27	n.i.	n.i.	n.i.
Fenylethyl 2-methylbutyrát	1484	24817-51-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isopentyl-fenyl-acetát	1487	102-19-2	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	0,03	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-undekanoát	1494	627-90-7	n.i.	0,03	0,03	0,03	0,03	0,04	n.i.	0,14	0,10	0,37	0,04	0,01
Methyl-laurát	1524	111-82-0	0,11	0,12	0,14	0,15	0,16	0,13	n.i.	0,52	0,06	n.i.	0,05	n.i.
Ethyl-3-hydroxy-tridekanoát	1534	107141-15-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isobutyl-kaprát	1546	30673-38-2	0,17	0,29	0,23	0,29	0,16	0,13	n.i.	0,24	0,08	0,07	0,12	0,15
Hexyl-benzoát	1578	6789-88-4	0,18	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	0,06	0,53	0,95	0,23	0,68	n.i.	n.i.

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Hexyl-oktanoát	1581	1117-55-1	0,37	0,20	0,16	0,21	0,15	0,11	n.i.	0,22	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
2,2,4-Trimethyl-1,3-pentanediol diisobutyrate	1585	6846-50-0	0,16	0,12	0,07	0,11	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,11	0,14	0,05	n.i.
Butyl-kaprát	1586	30673-36-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,08	0,13	n.i.	0,18	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-laurát	1594	106-33-2	17,53	29,25	23,09	25,46	21,86	23,37	10,72	27,72	8,43	13,99	15,47	14,59
Fenylethylkaprát	1640	6290-37-5	1,62	0,84	1,18	1,07	0,78	1,05	0,31	n.i.	3,22	0,40	2,60	0,79
3-methylbutyl-dekanoát	1645	2306-91-4	1,62	1,79	1,68	2,04	1,39	1,24	0,56	1,00	0,30	0,57	0,94	0,84
2-methylbutyl-dekanoát	1647	68067-33-4	0,47	0,51	0,49	0,62	0,34	0,30	0,20	0,28	0,06	0,14	0,19	0,11
Hexyl-salicylát	1676	6259-76-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-tridekanoát	1693	28267-29-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Methyl-myristát	1724	124-10-7	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	0,12	0,06	0,12	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isobutyl-laurát	1744	37811-72-6	0,11	0,21	0,20	0,20	0,06	0,07	0,07	n.i.	n.i.	0,08	0,06	n.i.
Hexyl-kaprát	1779	10448-26-7	0,39	0,50	0,54	0,53	0,30	0,34	0,20	0,19	0,08	0,21	0,04	n.i.
Butyl-laurát	1785	106-18-3	0,05	n.i.	n.i.	0,03	0,03	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-myristát	1793	124-06-1	4,29	4,42	4,97	4,71	4,72	5,71	6,09	4,42	3,58	6,76	5,49	2,86
2,3-Dihydrofarnesyl-acetát	1800	58130-58-8	0,07	0,04	0,04	0,04	0,05	0,04	0,28	0,20	n.i.	0,28	n.i.	0,39
Myristyl-acetát	1808	638-59-5	n.i.	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Isopropyl-myristát	1824	110-27-0	0,10	0,05	0,05	0,06	0,01	n.i.	0,23	0,13	0,12	0,23	0,22	0,18
Farnesyl-acetát	1832	29548-30-9	0,27	0,24	0,35	0,32	0,48	0,42	0,20	0,13	0,12	0,16	0,12	0,55
Fenylethyl-oktanoát	1844	5457-70-5	2,21	2,86	2,75	2,36	1,81	2,11	2,41	n.i.	6,10	2,62	8,69	3,28
Isoamyl-laurát	1846	6309-51-9	n.i.	n.i.	0,16	0,10	n.i.	n.i.	n.i.	0,12	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Diisobutyl-ftalát	1857	84-69-5	0,08	0,07	0,06	0,08	0,03	0,04	0,13	0,12	0,13	0,13	n.i.	1,59
Nonyl-oktanoát	1875	7786-48-3	0,09	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-pentadekanoát	1893	41114-00-5	0,14	0,10	0,10	0,09	0,06	0,06	1,16	0,35	0,21	1,11	0,06	n.i.
Methyl-palmitát	1925	112-39-0	0,16	0,07	0,11	0,09	0,08	0,06	0,54	0,24	0,18	0,49	0,07	0,10
Dibutyl-ftalát	1952	84-74-2	0,31	0,13	0,19	0,20	0,15	0,12	0,53	0,18	0,84	0,55	0,47	1,06
Ethyl-9,12-hexadekadienoát	1956	---	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	0,02	0,22	n.i.	n.i.	0,33

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Ethyl-(E)-9-hexadecenoát	1965	54546-22-4	0,06	1,03	0,02	0,02	0,70	0,83	0,34	0,14	0,08	0,30	0,44	3,24
Ethyl-(Z)-9-hexadecenoát	1970	56219-10-4	0,77	0,05	1,08	0,91	n.i.	n.i.	2,09	0,61	1,25	1,79	0,15	0,61
Ethyl-palmitát	1992	628-97-7	6,95	5,71	6,21	4,98	3,63	3,72	21,27	5,29	7,35	15,65	5,77	3,89
Methyl-linoleát	2090	112-63-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,11	0,07	0,06	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-heptadekanoát	2092	14010-23-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,09	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Methyl-trans-9-oktadecenoát	2097	1937-62-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,39	0,10	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Methyl-oleát	2097	112-62-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,26	n.i.	n.i.
Ethyl-linoleát	2158	544-35-4	1,56	1,09	1,39	1,07	1,17	0,93	6,72	1,41	3,37	3,18	0,34	0,08
Ethyl-linolenát	2164	1191-41-9	n.i.	0,55	0,66	0,48	0,44	0,42	1,35	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,18
Ethyl-oleát	2165	111-62-6	0,59	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	2,53	0,72	1,23	1,70	0,47	n.i.
Ethyl(9E)-9-oktadecenoát	2171	6114-18-7	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,08	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Ethyl-stearát	2193	111-61-5	0,05	n.i.	n.i.	0,02	0,02	n.i.	0,22	0,04	0,04	0,07	0,08	n.i.
Monoterpeny														
α-Pinen	935	80-56-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.
β-Myrcen	991	123-35-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	n.i.
p-Cymen	1025	99-87-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,25	n.i.
Limonen	1031	138-86-3	n.i.	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,46	1,69	1,56	n.i.
γ-Terpinen	1061	99-85-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,33	n.i.
Terpinolen	1086	586-62-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,10	n.i.
Oxidované monoterpeny														
Bois de Rose oxid	972	7392-19-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,07
(Z)-Dehydroxy linalool oxid	1005	54750-69-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.
(Z)-Linalool furanoxid	1073	5989-33-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	<0,01	0,05	0,03	0,03	0,04	n.i.
(E)-Linalool furanoxid	1088	34995-77-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	0,04	0,02	0,03	n.i.	n.i.
Linalool	1100	78-70-6	0,01	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	0,01	n.i.	0,05	0,15
α-Terpineol	1195	98-55-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,05	0,12

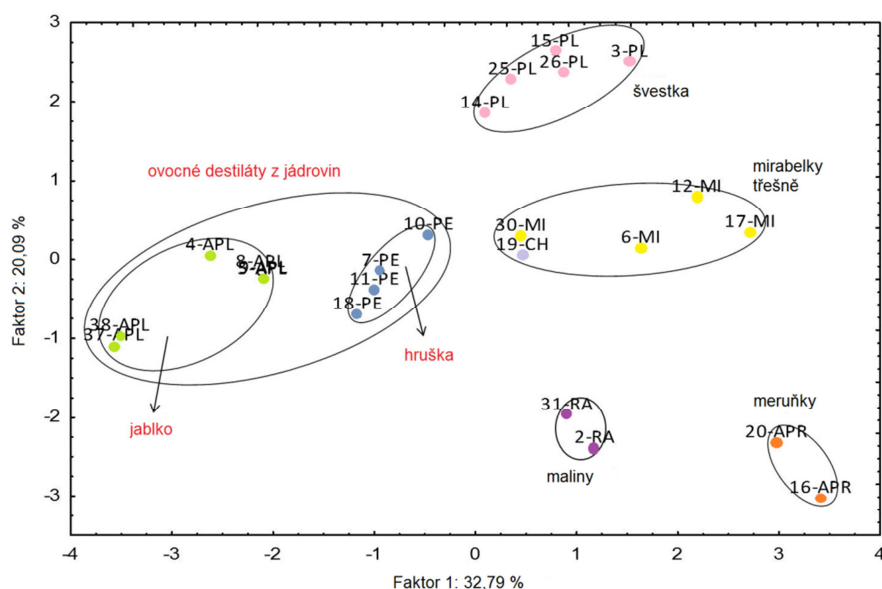
Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %											
			Číslo vzorku											
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Citronellol	1230	106-22-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.
Isocyklogeraniol	1230	68527-77-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	n.i.	n.i.	n.i.
Seskviterpeny														
β-Caryophyllen	1417	87-44-5	n.i.	0,03	0,03	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,35	n.i.
(E)-α-Bergamoten	1433	13474-59-4	n.i.	0,04	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
(E)-β-Farnesen	1453	18794-84-8	0,05	0,02	0,02	0,02	0,11	0,16	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
α-Caryophyllen	1454	6753-98-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,10	n.i.
β-Acoradien	1466	43219-80-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,06	0,06	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
(E)-β-Bergamoten	1483	15438-94-5	n.i.	0,06	n.i.	0,06	0,03	0,05	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
α-Zingiberen	1490	38738-45-3	0,31	0,68	0,31	0,45	1,12	1,16	0,37	0,81	0,08	0,54	n.i.	n.i.
(E,E)-α-Farnesen	1503	502-61-4	5,43	12,46	3,32	4,86	15,23	12,66	4,14	4,51	2,47	5,68	n.i.	n.i.
1R,3Z,9s-4,11,11-Trimethyl-8-methylenbicyclo[7,2,0]undec-3-ene	1507	---	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,07	n.i.
(E)-α-Bisabolol	1540	25532-79-0	0,08	0,04	0,04	0,03	0,09	0,09	0,11	0,08	0,03	0,18	n.i.	n.i.
Oxidované seskviterpeny														
Cabreuva oxid B	1457	107602-53-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	0,04	0,06	n.i.	n.i.	0,09	n.i.	n.i.
Cabreuva oxid D	1474	107602-52-8	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	0,05	0,07	n.i.	0,11	0,09	n.i.	n.i.
10,11-Epoxy-calamenen	1486	143785-42-6	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,10	n.i.	n.i.	0,14	n.i.	n.i.
(E)-Nerolidol	1561	40716-66-3	7,47	1,60	2,66	2,51	5,85	6,91	1,98	0,60	1,91	2,66	0,34	1,88
β-Atlantol	1606	38142-56-2	0,11	0,12	0,11	0,09	0,16	0,17	0,47	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
epi-α-Bisabolol	1684	23178-88-3	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,15	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
α-Bisabolol	1684	515-69-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,15	0,32	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
(E)-2,3-Dihydrofarnesol	1686	27745-36-4	0,69	0,09	0,25	0,28	n.i.	n.i.	1,65	0,66	0,58	1,59	0,06	0,39
(2E,6E)-Farnesol	1715	106-28-5	3,85	1,26	2,22	1,94	2,97	3,22	1,02	0,56	0,87	1,31	n.i.	n.i.
(2E,6E)-Farnesal	1736	502-67-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,10	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
Fenoly a fenolické deriváty														
p-Vinylanisol	1154	637-69-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	0,04	n.i.	0,06	n.i.	n.i.

Název sloučeniny	RI*	CAS	Relativní plocha v %												
			Číslo vzorku												
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	
p-Ethylguaiacol	1274	2785-89-9	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,09	0,07	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
Eugenol	1353	97-53-0	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,01	n.i.	n.i.	0,10	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
2,4-Di-tert-butylfenol	1508	96-76-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,60	
Nonylfenol	1717	25154-52-3	0,32	0,49	0,49	0,39	n.i.	n.i.	1,51	0,30	1,40	1,17	n.i.	1,27	
4-(2,2,3,3-Tetramethylbutyl)fenol	1727	54932-78-4	0,04	0,04	0,04	0,03	n.i.	n.i.	0,12	n.i.	0,18	0,12	0,05	0,21	
Další sloučeniny															
2,4-Dimethyl-1-hepten	842	19549-87-2	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,22
1,3-Di-tert-butylbenzen	1248	1014-60-4	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	1,27
Linalool ethyl ether	1169	72845-33-1	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,07	0,05
γ-Dodekalakton	1676	2305-05-7	0,05	0,04	0,05	0,06	0,03	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	
Henkosan	2099	629-94-7	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	0,14	n.i.	0,11	n.i.	
Trikosan	2298	638-67-5	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,02	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.	0,03	n.i.	

Tab. 13 Zastoupení skupin těkavých složek v aroma-profilů vzorků ovocných destilátů (rel. plocha v %). n.i. – není identifikováno, n = 3

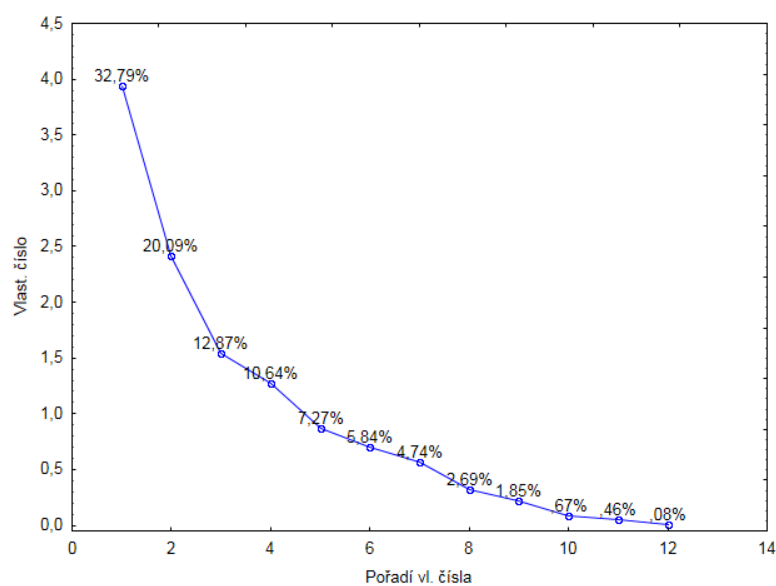
Ovocné destiláty z	Σ rel. plochy v %												
	Acetaly	Kyseliny	Vyšší alkoholy	Aldehydy a ketony	Apokarotenoidy	Estery	Laktony	Monoterpeny	Oxidované monoterpeny	Seskviterpeny	Oxidované seskviterpeny	Fenoly a fenolické der.	
Švestek	3,9 - 4,2	0,7 - 12,9	1,3 - 3,7	0,6 - 1,7	n.i. - 0,2	61,8 – 88,0	0,1 - 0,7	n.i. - 0,1	0,1 - 0,3	0,01 - 0,8	0,1 - 2,5	0,1 - 2,4	
Jablek	n.i. - 1,1	9,5 - 20,3	1,6 - 3,4	0,2 - 0,4	0,2 - 0,6	54,0 - 67,0	n.i. - 0,1	n.i. - 0,1	n.i. - 0,1	3,7 - 16,6	3,1 - 12,1	0,1 - 0,5	
Hrušek	0,3 - 0,4	2,8 - 13,3	1,6 - 4,7	0,1 - 0,4	<0,01 - 0,7	65,1 - 79,1	n.i.	n.i. - 1,7	n.i. - 0,1	2,6 - 6,4	1,8 - 5,9	0,4 - 1,6	
Mirabelek	0,3 - 3,0	0,7 - 13,7	2,4 - 4,6	1,8 - 2,9	0,1 - 0,4	59,8 - 66,2	n.i. - 1,0	n.i. - 4,0	0,2 - 1,6	n.i. - 0,2	0,3 - 1,6	0,3 - 1,6	
Malin	0,2 - 0,3	n.i. - 7,2	1,6 - 3,6	0,4 - 0,8	1,6 - 1,8	64,1 - 81,7	n.i.	n.i. - 2,3	0,3 - 0,4	n.i. - 0,5	0,4 - 2,3	0,1 - 2,1	
Meruňk	0,2 - 0,5	4,2 - 5,6	1,3 - 1,7	0,4	0,7 - 1,3	78,1 - 82,1	1,7 - 2,0	0,1	1,7 - 2,0	0,1 - 0,5	0,2 - 0,5	0,2 - 0,4	
Třešní	0,2	11,1	0,4	1,1	n.i.	78,1	0,1	n.i.	0,2	0,1	0,5	0,5	

PCA dat získaných analýzou ovocných destilátů je zobrazena pomocí rozptylového diagramu komponentního skóre (Scatterplot) na Obr. 36. Na Obr. 36 je tedy možné pozorovat podobnost objektů (vzorky ovocných destilátů) a vytváření různých shluků (druh ovoce). Objekty blízko sebe nás informují o tom, jak moc jsou si jednotlivé vzorky podobné či nikoliv.



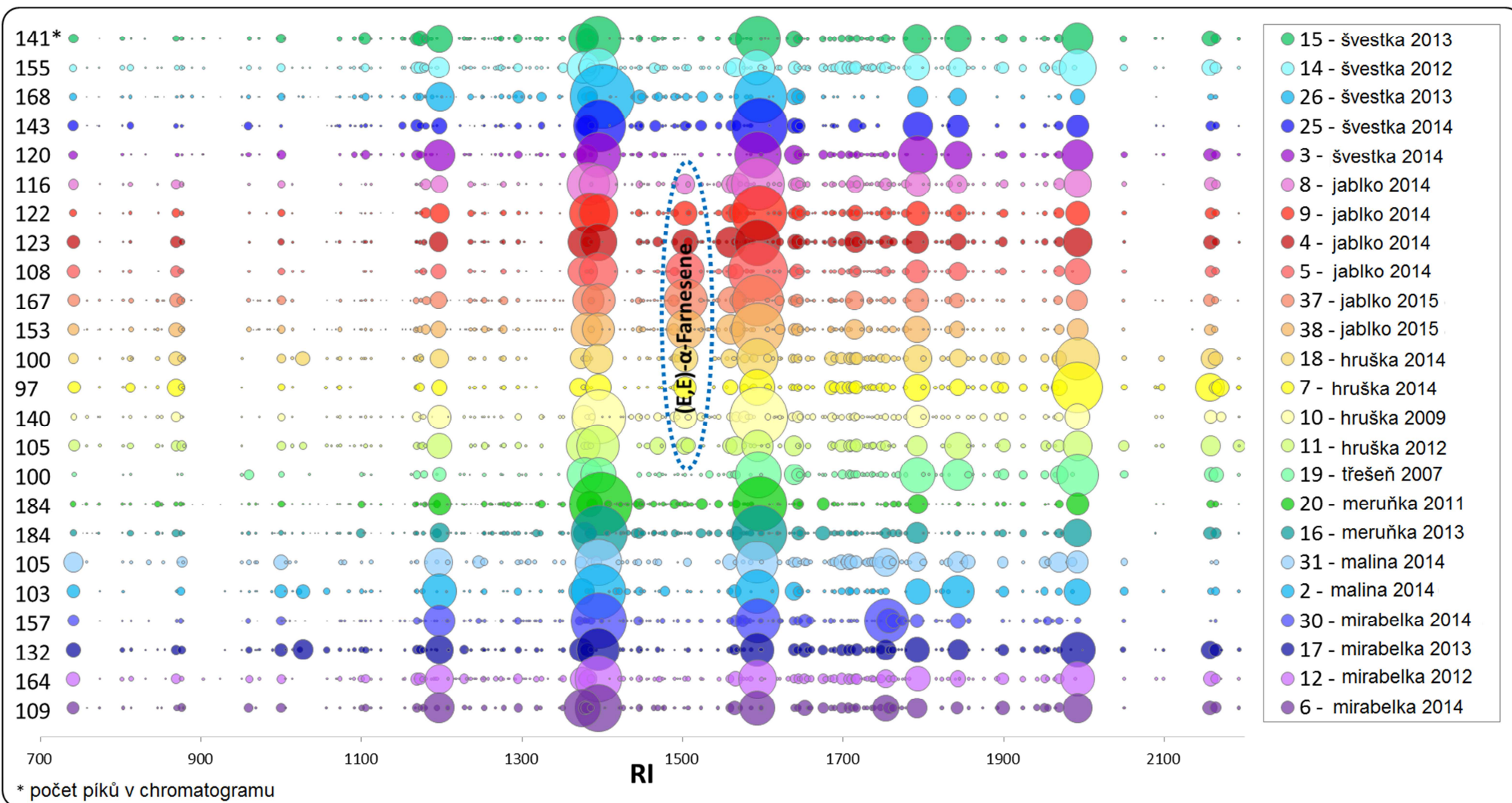
Obr. 36 PCA ovocných destilátů. Symbolika: jablko (APL), hruška (PE), švestka (PL), mirabelky (MI), třešně (CH), maliny (RA), meruňky (APR).

V případě PCA analýzy ovocných destilátů, celkem 4 faktory vysvětlují 76,4 % variability v datech pomocí Cattelova grafu, na Obr. 37.



Obr. 37 Catellův indexový graf úpatí vlastních čísel.

Faktor 1 (popisující 32,79 % variability dat) prokázal vysokou korelaci s oxidovanými seskviterpeny (-0,841), seskviterpeny (-0,821), oxidovanými monoterpeny (0,781) a laktony (0,723). Faktor 2 (20,1 %) ve vztahu s acetalny (0,825) a apokarotenoidy (0,784) rovněž odhalil vysokou korelaci dat. Faktor 3 a faktor 4 korelují s estery (-0,739) a skupinou fenolů a fenolických etherů (0,595). Přítomné seskviterpeny (F1) poukazují na rozdělení do skupin na destiláty z jádrovin a ostatní skupiny, tzn. skupiny, které korelují s F1 a vytvářejí rozdíl mezi jádrovinami a ostatním ovocem. Obsah seskviterpenů, zvláště obsah (E, E)- α -farnesenu, vytváří hlavní rozdíl mezi profily těkavých látek ovocných destilátů z jádrovin a ostatních analyzovaných lihovin. Relativní obsah (E, E)- α -farnesen byl 2,5 – 15,2 % u destilátů z jádrovin, zatímco u peckovin bylo jeho zastoupení pouze 0,74 %. Ve vzorku švestkového destilátu (č. 2) byl (E, E)- α -farnesen přítomen pouze ve stopovém množství. Pro popis vzájemných vazeb mezi proměnnými je dostačující použití prvních dvou faktorů. Rozdíly v těkavých profilech jsou zobrazeny na (Obr. 38), kde relativní plocha jednotlivých sloučenin odpovídá velikosti bublin.



Obr. 38 Srovnání aroma-profilů jednotlivých vzorků pomocí bublinového grafu, kde bubliny znázorňují relativní odezvu jednotlivých sloučenin.

V Tab. 13 je možné pozorovat dominanci esterů ve srovnání s ostatními skupinami sloučenin. Zejména ethylestery, hlavně ethyl-dekanoát (RI = 1395) nebo ethyl dodekanoát (RI = 1594) se výrazně podílejí na aroma-profilech všech analyzovaných vzorků. Vyšší obsah těchto dvou esterů ve vzorcích švestkových ovocných destilátů byl také stanoven v analýze ovocných destilátů srbského původu, jimž se zabýval Tešević a kol. [170]. Jednalo se o obsahy v rozmezí 10,25 – 33,87 % (relativní plocha) pro ethyl-dekanoát a 9,47 – 26,22 % pro ethyl-dodekanoát. Pro naše veškeré vzorky ovocných destilátů byl obsah určen v rozmezí 14,03 – 19,88 % v případě etyl-dekanoátu a nižší obsah 5,63 – 17,03 % pro ethyl-dodekanoát. Ethylestery jsou uváděny v řadě vědeckých publikací zabývajících se problematikou aroma-profilů ovocných destilátů [170–172].

Další skupinou analyzovaných vzorků jsou organické kyseliny, které se běžně vyskytují v ovoci a vznikají také činností kvasinek a bakterií během fermentace. Mezi kyseliny s vyšším zastoupením ve vzorcích destilátů byly kyselina dekanová (0,39 – 15,17 %), kyselina dodekanová (0,16 – 4,09 %) a kyselina oktanová (0,03 – 0,99 %).

Obsah vyšších alkoholů byl podobný ve všech analyzovaných vzorcích vyrobených ze stejného druhu ovoce. Vyšší alkoholy představují podstatnou část tzv. přiboudliny a dodávají ovocnému destilátu osobitý charakter. Z chemického hlediska je přiboudlina směs vyšších alkoholů (isoamylalkohol, amylalkohol, isobutanol, propanol), mastných kyselin, esterů, vody a jiných látek. Obsah přiboudliny v lihovinách se pouze koriguje ale nikdy se přiboudlina neodstraňuje během destilace celá.

Seskviterpeny byly zjištěny v poměrně velkém množství v ovocných destilátech vyrobených z jádovin (jablka, hrušky) v porovnání s jinými analyzovanými vzorky. V destilátu z jablek bylo obsaženo 3,7 – 16,6 % (rel. plochy) seskviterpenů. V téžavém profilu hruškových ovocných destilátů odpovídaly seskviterpeny v rozmezí 2,6 – 6,4 % (rel. plochy). Jeden ze seskviterpenů, přesněji (E, E)- α -farnesen, projevoval nejvyšší odezvu ze všech identifikovaných seskviterpenů. V destilátech vyrobených z jablek a hrušek byl jeho obsah stanoven v rozmezí 2,5 – 15,2 % a v ostatních typech vzorků se jeho obsah pohyboval od 0,01 – 0,7 %. Ze skupiny oxidovaných seskviterpenů byly nejčastěji přítomny sloučeniny (E)-nerolidol, (E)-2,3-dihydrofarnesol a (2E, 6E)-farnesol.

Mezi látky zodpovědné za vůni a chuť potravin (především zeleniny a ovoce) patří mimo jiné apokarotenoidy (sloučeniny C₉, C₁₀, C₁₁ a C₁₃). Tyto sloučeniny vznikají z karotenoidů působením oxidace nebo díky katabolismu, například při zrání ovoce nebo jeho zpracování. Mezi nejvýznamnější degradační produkty patří C₁₃ sloučeniny. Některé apokarotenoidy, např. α - a β -jonon, patří mezi významné vonné látky. Přítomnost těchto

vonných složek se dá očekávat v ovocných destilátech vyrobených z malin, švestek nebo třeba meruněk [12, 173]. V analyzovaných vzorcích se objevily apokarotenoidy hlavně v ovocných destilátech vyrobených z malin a meruněk. Ale například vitispiran byl přítomen v 19 z celkových 24 analyzovaných vzorků. Identifikované apokarotenoidy spadaly do skupiny C₁₃ sloučenin, s výjimkou β -cyklocitralu (C₁₀ sloučenina).

Další skupina látek, jež se podílí podstatným způsobem na sensorických vlastnostech ovocných destilátů, jsou aldehydy. Přítomné aldehydy pocházejí z použitých ovocných surovin (zejména z přezrálého ovoce) a také vznikají během procesu kvašení, destilace a stárnutí destilátů. Mezi zástupce aldehydů lze uvést například furfural, acetaldehyd nebo benzaldehyd. Furfural, jenž je přirozenou složkou ovocného kvasu, byl identifikován v téměř polovině analyzovaných vzorků. Benzaldehyd, vznikající během rozkladu amygdalinu obsaženého v jádrech ovoce [174], byl přítomen ve všech vzorcích, vyjma hruškových destilátů. Obsah benzaldehydu byl různý v jednotlivých typech testovaných destilátů. Destiláty ze švestek obsahovaly benzaldehyd v rozmezí 0,14 – 0,49 %, destiláty z mirabelek 0,21 – 0,66 %, z meruněk 0,07 – 0,15 % a z třešní 0,84 %. V jablečných destilátech byl obsah benzaldehydu v rozsahu 0,05 – 0,16 % a v malinových destilátech byl obsah téměř shodný, tj. 0,05 – 0,17 %. Ve všech vzorcích destilovaných nápojů byl identifikován ester ethylbenzoát. Jeho přítomnost si lze vysvětlit tím, že během stárnutí destilátů (na vzduchu) dochází k oxidaci benzaldehydu na kyselinu benzoovou, která se následně esterifikuje přítomným ethanolem na již zmíněný ethylbenzoát. Kromě benzaldehydu byly přítomny i další aldehydy, jako například nonanal detekovaný ve většině vzorků, s výjimkou 4 vzorků a to č. 10-třešeň, 12-meruňka, 19-hruška a 24-malina.

Reakcí aldehydů s přebytkem alkoholů (hlavně ethanolu) vznikají příjemně vonící acetyly, jež zjemňují ovocné destiláty. Acetyly, stejně jako estery, vznikají během destilace. Ve vzorcích ovocných destilátů byly identifikovány acetyly, s výjimkou vzorku destilátu č. 8 (jablka). Vyšší obsah acetalu byl přítomen ve švestkových destilátech (2,75 – 3,86 %), dále byl prokázán u meruňkových destilátů (0,2 – 0,5 %), mirabelkových destilátů (0,3 – 3,0 %), hruškových destilátů (0,3 – 0,4 %), malinových (0,2 – 0,3 %), jablekových (n.i. – 1,1 %) a třešňových (0,2 %).

Laktony se rovněž projevují velmi příjemným aroma a vyskytují se také v ovocných destilátech. Mezi zástupce této skupiny patří například γ -dodekalakton a γ -dekalakton. γ -dodekalakton byl přítomen v přibližně polovině analyzovaných vzorků, zejména v meruňkových destilátech. Na základě literárních zdrojů [175–177] by se dal δ -lakton očekávat v meruňkových destilátech, avšak nebyl detekován ani v jednom ze vzorků.

3.2.2.3 Srovnání aroma-profilů ovocných destilátů

Jak již bylo zmíněno, hlavním rozdílem mezi těkavými profily ovocných destilátů z jádrouvin a ostatních analyzovaných lihovin byl (E, E)- α -farnesen. Kromě toho, sloučeniny α -zingiberen (0,08 – 1,16 % TIC plochy) a (E)- α -bisabolen (0,03 – 0,18 % TIC plochy) byly také identifikovány pouze v destilátech vyrobených z jádrouvin. Rozdíly mezi analyzovanými vzorky destilátů z jádrouvin jsou na základě benzaldehydu, γ -dodekalaktonu, (E)- β -farnesenu (v aroma-profilech jablečných ovocných destilátů) a isovaleraldehyd diethylacetalu, který byl pozorován pouze v hruškových destilátech. Izomery *cis*- a *trans*-linalool furanoxidu byly pozorovány společně pro všechny destiláty z hrušek, a pouze v jednom vzorku jablečného destilátu byla pozorována *cis* izomerní forma s velmi nízkou odezvou.

Na rozdíl od destilátů z jádrouvin, destiláty z peckovin obsahovaly propyl-dekanoát (0,02 – 0,70 %) a ethyl-salicylát (0,01 – 0,19 %) stejně jako ve studii od Teševiče [170] zabývající se analýzou švestkových destilátů. Propyl-dekanoát a ethyl-salicylát se vyskytovaly pouze v aroma-profilech všech destilátů z peckovin. Propyl-dekanoát byl přítomen s relativně vyšší odezvou v meruňkových destilátech (0,37 – 0,70 %) ve srovnání s jinými druhy (0,02 – 0,50 %). Destiláty z peckovin a malin jsou charakteristické přítomností monoterpenoidu α -terpineolu v těkavé frakci. Pouze v meruňkových destilátech byly identifikovány sloučeniny (E)-anhydrolinalool oxid, (E)-ocimenol, nerol, (Z)- β -ocimen a γ -dodekalakton. Pouze v aroma-profilu destilátů z mirabelek byl detekován (Z)-9-tetradecen-1-ol. Dihydro- β -ionon, (E)- α -ionon a 3,4-dehydroionene byly pozorovány pouze v malinových destilátech.

3.3 Alkoholické nápoje II

3.3.1 Experimentální část

Během studijní odborné stáže v Gdaňsku (Polsko) byly analyzovány alkoholické nápoje za pomoci elektronického nosu, tzv. E-nosu.

3.3.1.1 Chemikálie

Byla použita deionizovaná voda (Milli Q A10 Gradient/Elix Systém) od Millipore (CA, USA) a vodík (čistota 5.0) od Linde Gas a.s. (Gdaňsk, Polsko).

3.3.1.2 Vzorky

Vzorky destilátů byly zakoupeny v tamních prodejnách v Gdaňsku v roce 2014. Jednalo se celkem o 13 druhů alkoholických nápojů (Obr. 39), přesněji o druhy: 1 druh bourbonu, 2 druhy brandy, 1 druh koňaku, 1 druh ginu, 6 druhů likérů (vyrobeny z hrušek), 1 druh ovocného destilátu (vyrobený z citronů) a 1 druh vodky.



Obr. 39 Ukázka některých analyzovaných nápojů pomocí E-nosu.

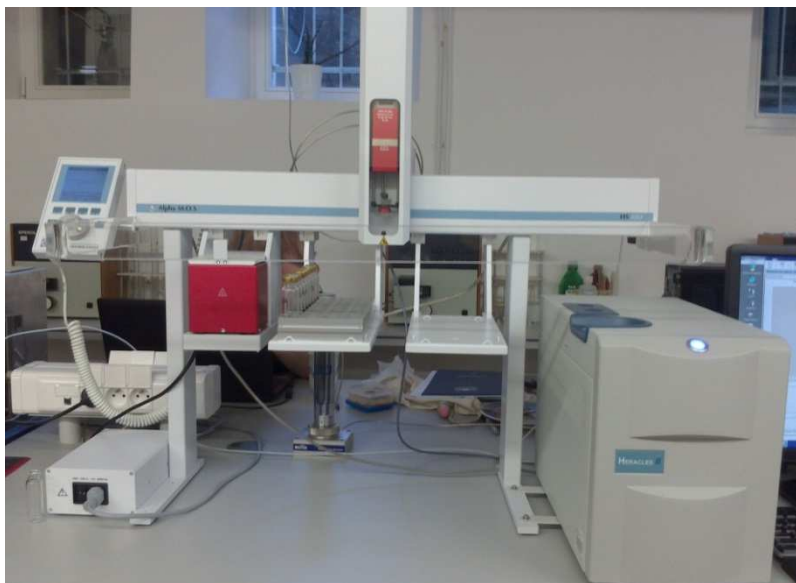
3.3.1.3 Příprava vzorku

Jednotlivé alkoholické nápoje byly upraveny následujícím způsobem: do 20 ml vzorkovacích nádobek bylo odebráno 1,75 ml alkoholu a 6,25 ml deionizované vody. Nádobky byly uzavřeny teflonovým septem. Každý vzorek byl připraven třikrát.

3.3.1.4 E-nos

Elektronický nos, systém založený na ultra rychlé plynové chromatografii (Heracles II Alpha MOS, Toulouse, Francie) byl použit k analýze destilátů (Obr. 40). Vzorky byly nejprve inkubovány po dobu 20 minut při teplotě 40 °C. Dávkování 2500 µl vzorku (z HS prostoru) probíhalo pomocí automatického dávkovače (Scanner HS 100, Alpha M.O.S., Toulouse, Francie). Vzorek byl dávkován do nástřikového portu, za kterým docházelo k adsorpci těkavých sloučenin na sorbent Tenax TA v sorpční pasti. Analyty byly desorbovány za zvýšené teploty do dvou paralelních kapilárních kolon rozdílné polarit, tj. nepolární MXT-5

(délka 10 m, průměr 0,18 mm a tloušťka stacionární fáze 0,4 μm) (Restek, Bellefonte, PA, USA) a semi-polární MXT 1701 (délka 10 m, průměr 0,18 mm a tloušťka stacionární fáze 0,4 μm) (Restek, Bellefonte, PA, USA). Po eluci z kolon byly látky detekovány dvěma citlivými plamenově-ionizačními detektory. Podmínky GC analýzy byly následující: teplota nástřiku 200 °C, teplotní program 40 °C (2 min) s nárůstem 3 °C/min do 270 °C, nárůst do 280 °C (18 s), teplota FID byla nastavena na 280 °C.



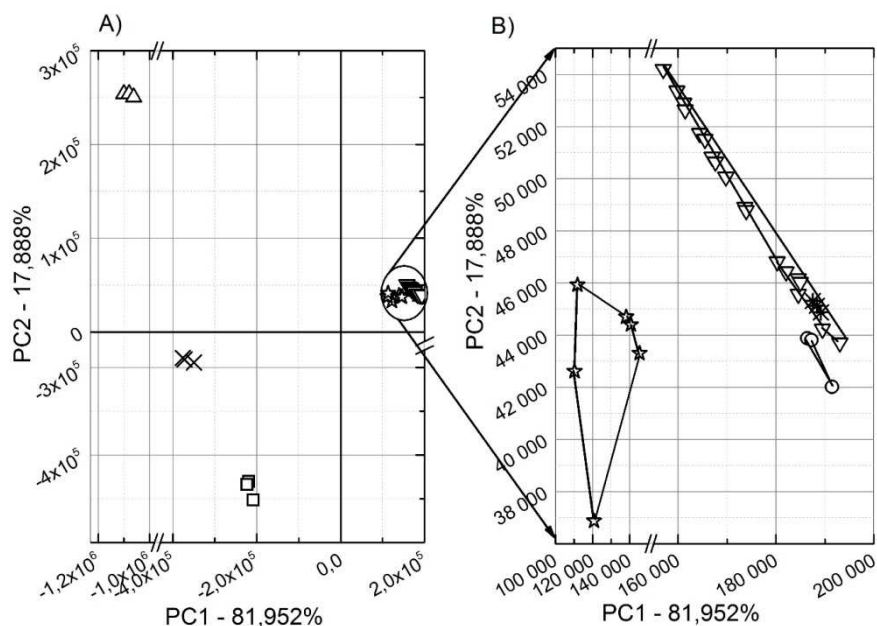
Obr. 40 E-nos (Heracles II Alpha MOS, Toulouse, Francie).

3.3.2 Výsledky a diskuze

Údaje získané z analýzy E-nosu byly analyzovány pomocí specializovaného softwaru, který zahrnuje různé chemometrické metody. Chemometrická analýza umožňuje extrahovat informace pro analýzu dat a podpořit interpretaci výsledků s větší jistotou a spolehlivostí. V této práci byly použity tři vícerozměrné statistické metody: analýza hlavních komponent (Principal Component Analysis – PCA), diskriminační analýza (Discrimination Factorial Analysis – DFA) a měkké nezávislé modelování třídy analogie (Soft Independent Modeling of Class Analogy – SIMCA). Výsledky uvedeny níže ukázaly, že tyto tři metody byly schopné oddělit jednotlivé typy alkoholických nápojů.

3.3.2.1 Analýza hlavních komponent

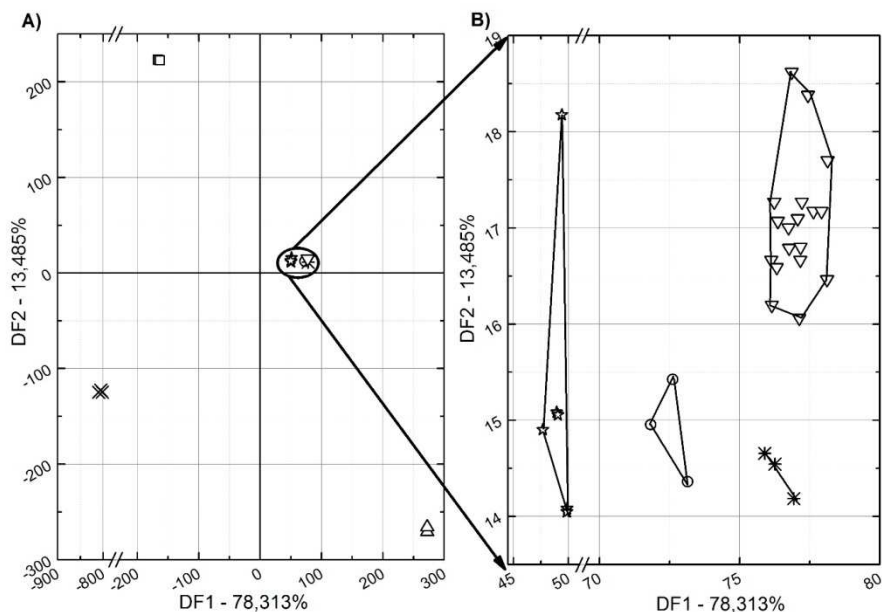
Obr. 41A znázorňuje graf komponentních vah rozlišující 4 skupiny, a to ovocné destiláty, bourbon, koňak a jednu větší skupinu obsahující brandy, vodku, gin a likéry. Poslední zmíněná skupina obsahující několik druhů alkoholických nápojů je zobrazena na Obr. 41B pro lepší rozlišení.



Obr. 41 PCA: × – bourbon, ☆ – brandy, □ – koňak, * – gin, ▽ – likéry, Δ – ovocné destiláty, ○ – vodka.

3.3.3 Diskriminační analýza

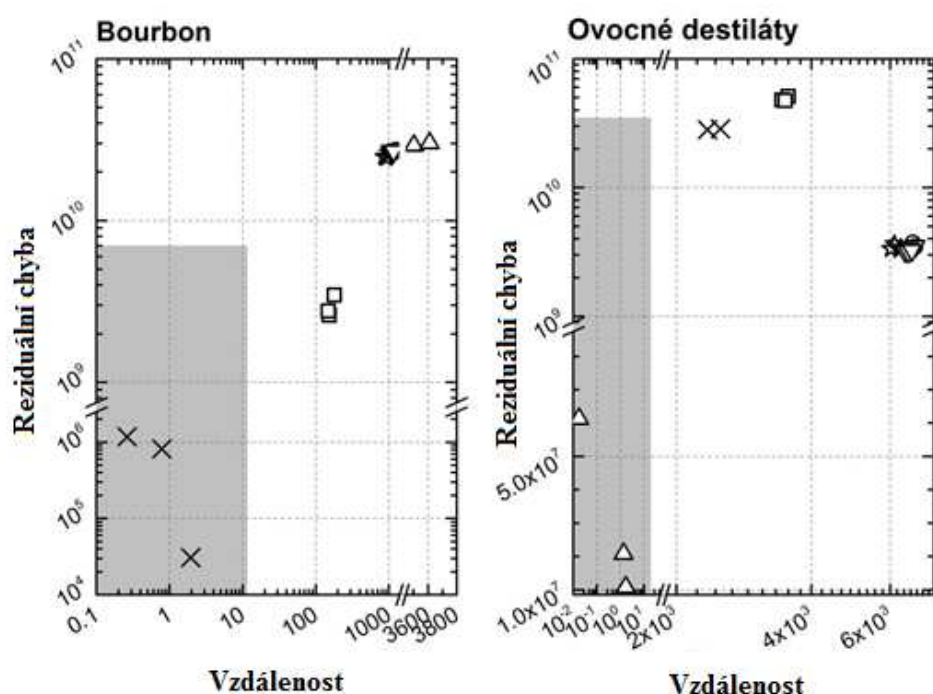
Podobné výsledky jako v případě PCA ukazuje i diskriminační analýza (Obr. 42A). Opět jsou zde zobrazeny 4 hlavní skupiny, a to bourbon, ovocné destiláty, koňak a shluk brandy, ginu, likéru a vodky. Nicméně, DFA umožnila lépe rozlišit shluk na jednotlivé separované skupiny (Obr. 42B).



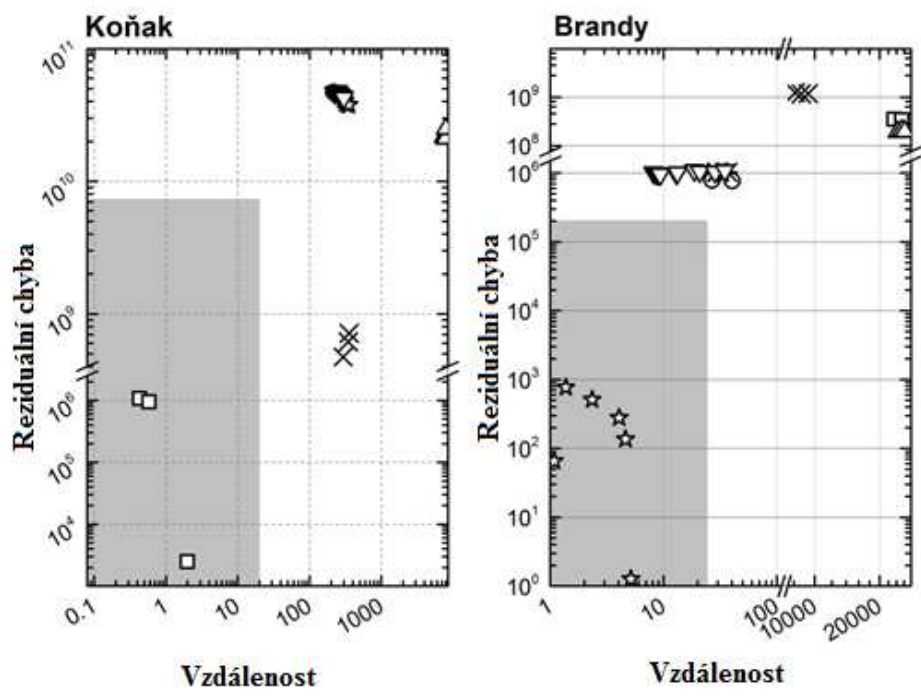
Obr. 42 DFA: × – bourbon, ☆ – brandy, □ – koňak, * – gin, ▽ – likéry, Δ – ovocné destiláty, ○ – vodka.

3.3.4 Měkké nezávislé modelování třídy analogie

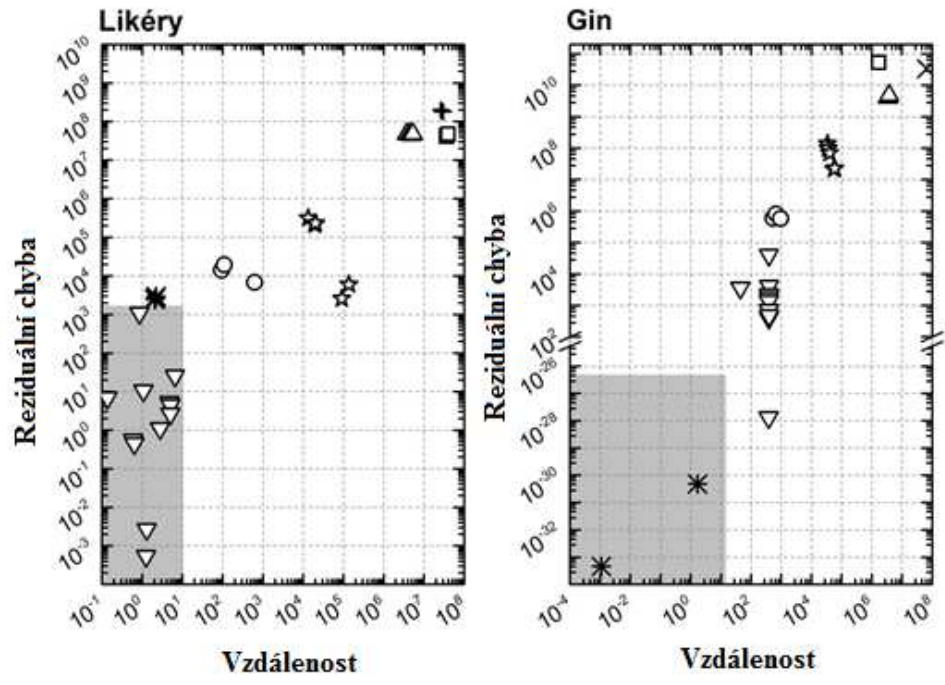
Další metoda, která byla použita pro klasifikaci jednotlivých druhů alkoholických nápojů je tzv. metoda měkkého nezávislého modelování třídy analogie (Soft Independent Modelling of Class Analogy, SIMCA). Výběrem referenční skupiny tato metoda umožňuje jasně separovat jednotlivé body patřící do příslušných skupin (Obr. 43 až Obr. 46). V případě referenční skupiny likéry (Obr. 45) je možné pozorovat, že jednotlivé body skupiny gin se nacházejí velmi blízko vymezené oblasti pro likéry a stejně je tomu i tak v opačném případě. V souvislosti s výsledky za použití dalších metod (PCA a DFA) je zřejmé, že mezi těmito dvěma druhy alkoholických nápojů je určitá podobnost.



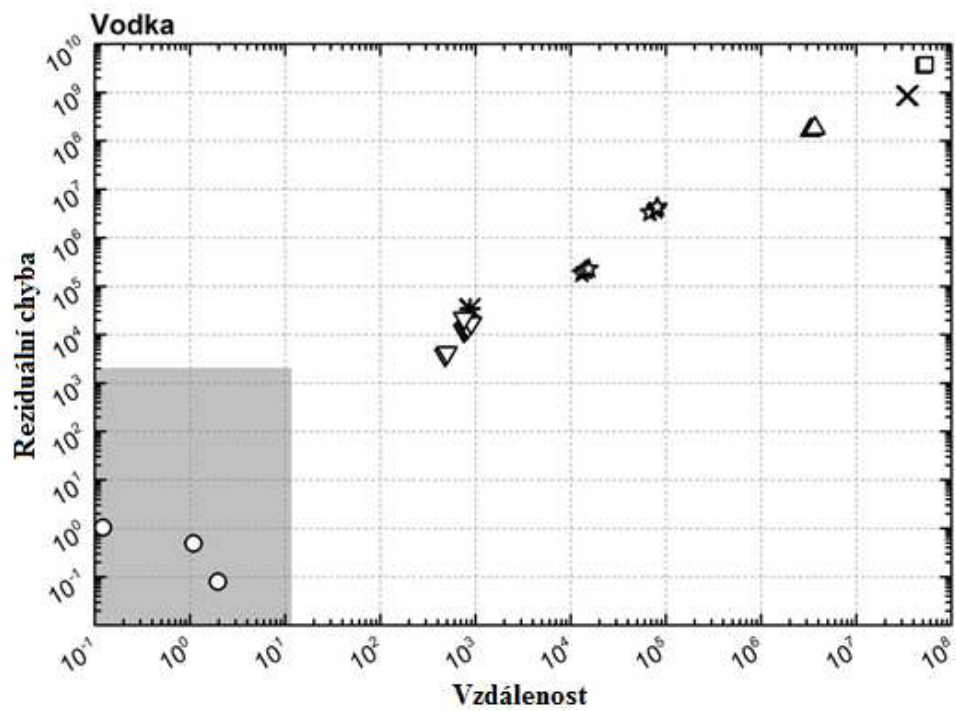
Obr. 43 SIMCA: × – bourbon (referenční skupina), ☆ – brandy, □ – koňak, * – gin, ∇ – likéry, Δ – ovocné destiláty (referenční skupina), ○ – vodka.



Obr. 44 SIMCA: × – bourbon, ☆ – brandy (referenční skupina), □ – koňak (referenční skupina), * – gin, ▽ – likéry, Δ – ovocné destiláty, ○ – vodka.



Obr. 45 SIMCA: × – bourbon, ☆ – brandy, □ – koňak, * – gin (referenční skupina), ▽ – likéry (referenční skupina), Δ – ovocné destiláty, ○ – vodka.



Obr. 46 SIMCA: × – bourbon, ☆ – brandy, □ – koňak, * – gin, ▽ – likéry, △ – ovocné destiláty, ○ – vodka (referenční skupina).

3.4 Tonkové boby

3.4.1 Experimentální část

3.4.1.1 Vzorky

Tonkové boby, původem z Jižní Ameriky, byly zakoupeny v lokálním obchodě na Mallorce (Baleárské ostrovy, Španělsko). Tonkové boby byly nastrohány a zhomogenizovány.

3.4.1.2 Chemikálie

Byla použita homologická řada *n*-alkanů C8-C40 (koncentrace jednotlivých alkanů 500 µg/ml, rozpuštěny v CS₂/CH₂Cl₂ v (3:1)) od firmy Restek (Bellefonte, PA, USA). Použitá organická rozpouštědla byla *n*-hexan (p.a.) a *n*-heptan (p.a.) od firmy Sigma Aldrich (Praha, ČR). Byly použity standardy Frangrance Material Test Mix (ethyl-butyrát, limonen, eukalyptol, geraniol, kyselina benzoová, (E)-cinnamaldehyd, hydroxycitronellal, thymol, cinnamylkohol, cinnamyl-acetát, vanillin, benzyl-salicylát) od firmy Restek (Bellefonte, PA, USA), dále menthol, α -terpineol, karvon a *p*-anisaldehyd firmy Sigma Aldrich (Praha, ČR). Použité plyny byly helium (čistota 5.0), oxid uhličitý potravinářský (čistota 4.5), oxid uhličitý potravinářský (čistota 2.8) a dusík (čistota 4.0) od firmy Linde Gas a.s. (Praha, ČR).

SPME vlákna 100 µm PDMS, 50/30 µm StableFlex DVB/CAR/PDMS a 85 µm Carboxen/PDMS byly zakoupeny od Sigma-Aldrich (Praha, ČR).

3.4.2 Příprava vzorku

3.4.2.1 HS-SPME

100 mg vzorku bylo naváženo do 20 ml vzorkovacích nádobek, uzavřené víčkem s teflonovým septem. Byly vyzkoušeny dva různé postupy HS-SPME. V prvním případě docházelo k extrakci látek při konstantní teplotě 62 °C po dobu 39 min. V druhém postupu se využívalo postupně klesající teploty od 100 °C do 30 °C, kdy při dosažení teploty 30 °C byla sorpce těkavých sloučenin ukončena. V obou typech HS-SPME procesu bylo použito vlákno 85 µm Carboxen/PDMS. Desorpce sloučenin, v nástřikovém portu GC, probíhala při teplotě 200 °C.

3.4.2.2 Simultánní destilace-extrakce

Byla použita aparatura Clevengerova typu (Kavalierglass a.s., Praha, ČR). Navážka 10 g vzorku a 500 ml demineralizované vody bylo vloženo do baňky objemu 1000 ml. Baňka byla vložena do topného hnízda a zahřívána po dobu 5 hodin. Pro průběžnou extrakci těkavých látek z kondenzátu byl použit 1 ml hexanu. Celý proces byl opakován třikrát.

3.4.2.3 Extrakce nadkritickou tekutinou

Extrakce sloučenin byla provedena v extraktoru SE-1 od firmy SEKO-K (Brno, ČR). Všechny experimenty byly provedeny za použití oxidu uhličitého (čistota 4.5) jako extrakční tekutiny. Vzorek (100 mg) byl navážen, smíchan se sklářským pískem a byl vložen do extrakční patry z nerezové oceli objemu 4,5 ml. Takto připravený vzorek byl vložen do extrakční cely. Extrakt byl kontinuálně zaváděn kapilárou z taveného křemene (průměru 50 μm a délce 15 cm) pod hladinu *n*-hexanu, kde byly jednotlivé složky zachytávány. Pro zamezení ucpávání nebo zamrznání konce kapiláry bylo potřeba záchytnou nádobku mírně zahřívat horkou vodou v kádince nebo pomocí vyhřívaného bloku, do kterého bylo možné vložit záchytnou nádobku (teplota 30 °C). Extrakce probíhaly v dynamickém módu při teplotě 103 °C, tlaku 31 MPa a celkovém objemu 5,2 litrů protékajícího CO₂. Získaný extrakt byl kvantitativně převeden do 2 ml odměrné baňky a doplněn hexanem po rysku. Extrakce byly vždy opakovány 3x.

3.4.2.4 GC-MS analýza

Získané extrakty byly analyzovány pomocí plynového chromatografu GC-2010 Plus ve spojení s hmotnostní detekcí TQ-8030 a automatickým dávkovačem AOC-5000 Plus (vše od Shimadzu, Kyoto, Japonsko). Analyty byly separovány nepolární kolonou SLB-5ms (délka 30 m, průměr 0,25 mm a tloušťka stacionární fáze 0,25 μm) (Supelco, Bellefonte, PA, USA). Nosným plynem bylo helium s nastavenou konstantní lineární rychlostí 30 cm/s. Teplota nástřiku, teplota převodníku do MS a teplota iontového zdroje byla 200 °C. Desorpce látek z vlákna probíhala po dobu 15 sekund. Teplotní program pro analýzu byl následující – 40 °C (3 min), nárůst po 2 °C/min do 250 °C (10 min). Hmotnostní spektrometr byl nastaven v režimu elektronové ionizace 70 eV ve skenovacím módu a byly měřeny ionty s *m/z* 33-500. Pro výpočet RI píků byla aplikována směs *n*-alkanů (C8-C20, C21-C40) pomocí výše uvedeného teplotního programu. Identifikace složek byla provedena srovnáním hmotnostních spekter uložených v databázích knihoven NIST 11 a FFNSC 2.

3.4.2.5 GC-FID analýza

Semikvantitativní vyhodnocení obsahu jednotlivých složek bylo provedeno na plynovém chromatografu GC-2010 ve spojení s FID detektorem GC-2010 (vše od Shimadzu, Kyoto, Japonsko). Teplota FID detektoru byla 270 °C. Další analytické podmínky (typ kolony, teplotní program, teplota nástřiku, nosný plyn, lineární rychlost plynu) byly stejné jako u GC-MS analýzy.

3.4.3 Výsledky a diskuze

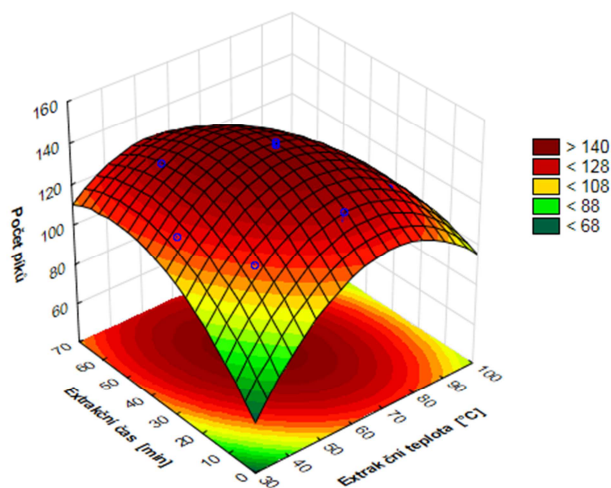
3.4.4 Optimalizace HS-SPME podmínek při konstantní teplotě

Pro účinnou izolaci těkavých sloučenin z extraktu je důležité správně zvolit typ sorbentu SPME vlákna. Proto byly testovány tři různá SPME vlákna, a to 100 μm PDMS (polydimethylsiloxan), 50/30 μm DVB/CAR/PDMS (divinylbenzen/carboxen/polydimethylsiloxan) a 85 μm CAR/PDMS (carboxen/polydimethylsiloxan). Výběr vhodného vlákna probíhal na základě celkového počtu píků detekovaných v chromatogramu po inkubaci (20 min) a extrakci (30 min) při třech rozdílných teplotách (40, 60 a 80 $^{\circ}\text{C}$). Z Tab. 14 vyplývá, že nejvhodnějším typem vlákna ze tří testovaných bylo vlákno 85 μm CAR/PDMS.

Tab. 14 Výsledky HS-SPME/GC-MS analýzy s použitím tří různých SPME vláken.

Extrakční teplota [$^{\circ}\text{C}$]	Počet píků		
	100 μm PDMS	50/30 μm DVB/CAR/PDMS	85 μm Carboxen/PDMS
40	52	106	93
60	47	96	144
80	33	96	127

Optimalizace parametrů HS-SPME byla provedena s použitím vlákna 85 μm CAR/PDMS. Mezi optimalizované faktory byly zvoleny extrakční teplota se zvoleným rozpětím teplot od 35 – 95 $^{\circ}\text{C}$ a extrakční doba s minimem 10 minut a maximem 60 minut. Stejně jako v případě výběru vhodného vlákna, doba inkubace byla 20 minut pro každou analýzu a teplota inkubace byla stejná jako extrakční teplota. Vyhodnocení podmínek optimalizace probíhalo na základě celkového počtu píků v jednotlivých chromatogramech metodou odezvové plochy (RSM) v softwaru Statistica 12 (StatSoft, Inc.). Kritické hodnoty nezávislých proměnných byly nalezeny v maximu povrchu modelu (Obr. 47). Optimální podmínky extrakce byly extrakční teplota 62 $^{\circ}\text{C}$ a doba extrakce 39 minut.



Obr. 47 Metoda odezvové plochy pro 85 µm CAR/PDMS vlákno.

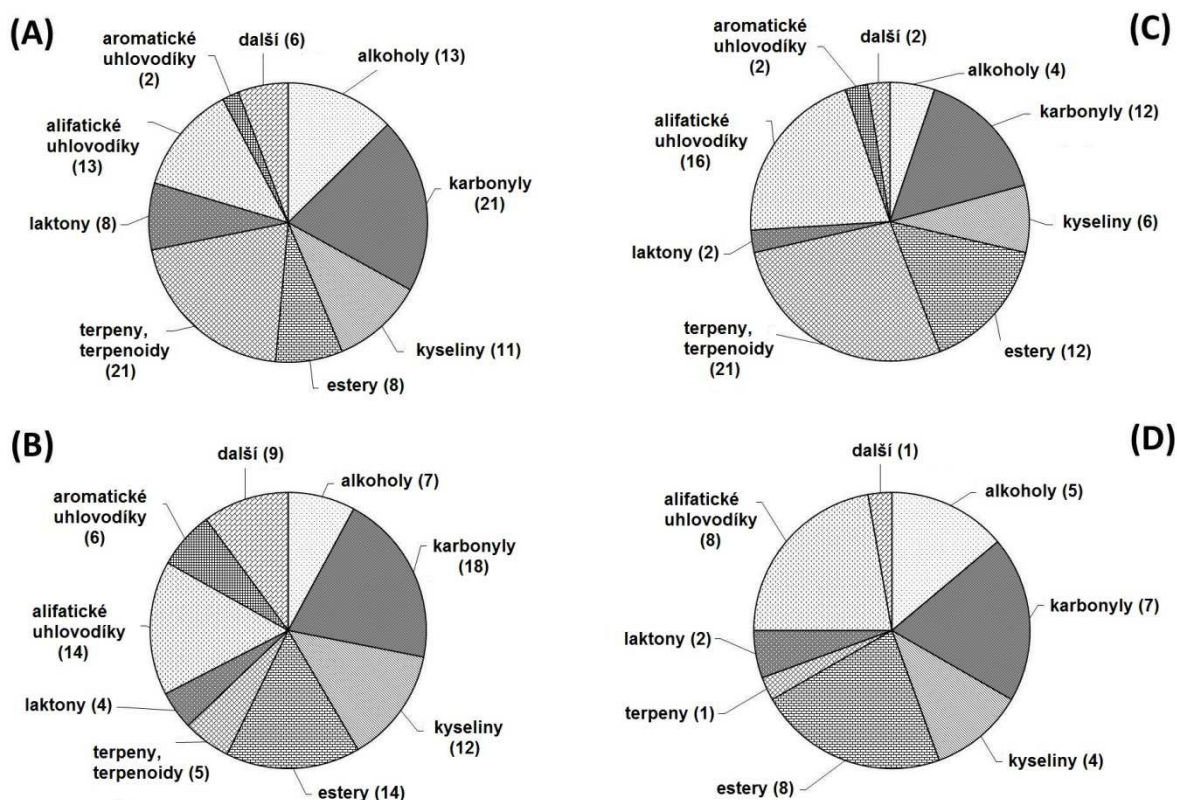
3.4.5 Optimalizace extrakce nadkritickou tekutinou

Jako extrakční činidlo byl použit oxid uhličitý. Byly hledány optimální podmínky extrakčního tlaku, extrakční teploty a objemu extrakčního rozpouštědla. Návrh optimalizace probíhal pomocí centrálně kompozitního designu (CCD) skládajícího se ze 17 experimentálních bodů, které byly proměřeny v rozsahu následujících podmínek: extrakční tlak 20–40 MPa, extrakční teplota 40–120 °C a objem proteklého oxidu uhličitého 1,0–6,0 litrů. Všechny extrakty byly následně proměřeny na GC-MS systému. Vyhodnocení optimálních podmínek bylo na základě celkové plochy píků metodou RSM v softwaru Statistica 12 (StatSoft, Inc.). Optimální podmínky SFE procesu byly určeny teplota extrakce 103 °C, extrakční tlak 31 MPa a objem CO₂ 5,2 litrů.

3.4.6 Aroma-profil extraktu tonkových bobů

V získaných extraktech bylo celkem identifikováno 191 sloučenin pomocí všech aplikovaných extrakčních technik. Úspěšně bylo identifikováno 36 karbonylových sloučenin, 27 esterů, 27 terpenů a terpenoidů, 26 alifatických uhlovodíků, 23 alkoholů, 20 organických kyselin, 10 laktonů, 7 aromatických uhlovodíků dalších 14 sloučenin, které jsou uvedeny v Tab. 16. Všechny analýzy měly pouze 5 látek společných, a to kumarin, 3,4-dihydrokumarin, limonen, nonanal a dekanal. V HS-SPME extraktech bylo identifikováno 156 těkavých sloučenin, a z toho 103 sloučenin v extraktech získaných při konstantní teplotě 62 °C a 89 sloučenin v extraktech získaných extrakcí při pozvolném poklesu teploty. V extraktech získaných metodou simultánní destilace-extrakce bylo identifikováno 77 sloučenin. Nejméně sloučenin bylo identifikováno v extraktech získaných extrakcí

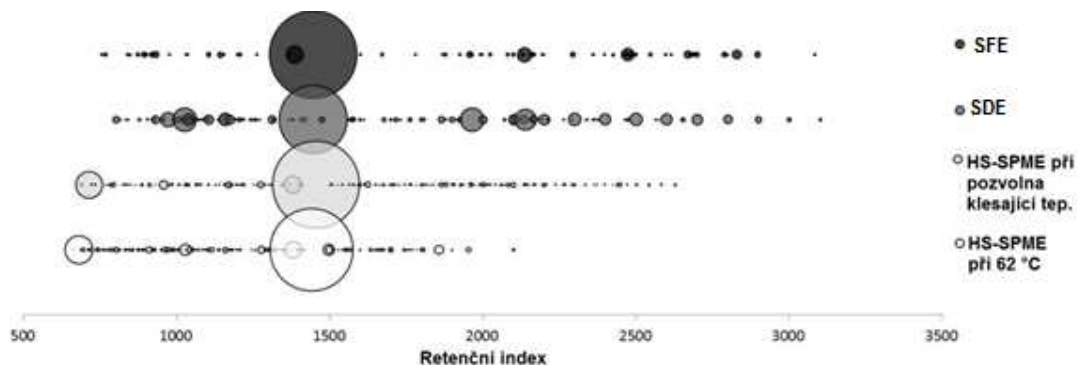
nadkritickou tekutinou (SFE), a to celkem 36 sloučenin. 91 sloučenin bylo identifikováno pouze jednou ze všech použitých extrakčních metod. Kategorizace přiřazených sloučenin v různých extraktech je na Obr. 48.



Obr. 48 Skupiny identifikovaných těkavých sloučenin v extraktech získaných použitím metod: (A) HS-SPME při teplotě 62 °C; (B) HS-SPME při pozvolna se snižující teplotě; (C) simultánní destilace-extrakce (SDE); (D) extrakce nadkritickou tekutinou (SFE). Čísla v závorce uvádějí počet identifikovaných sloučenin.

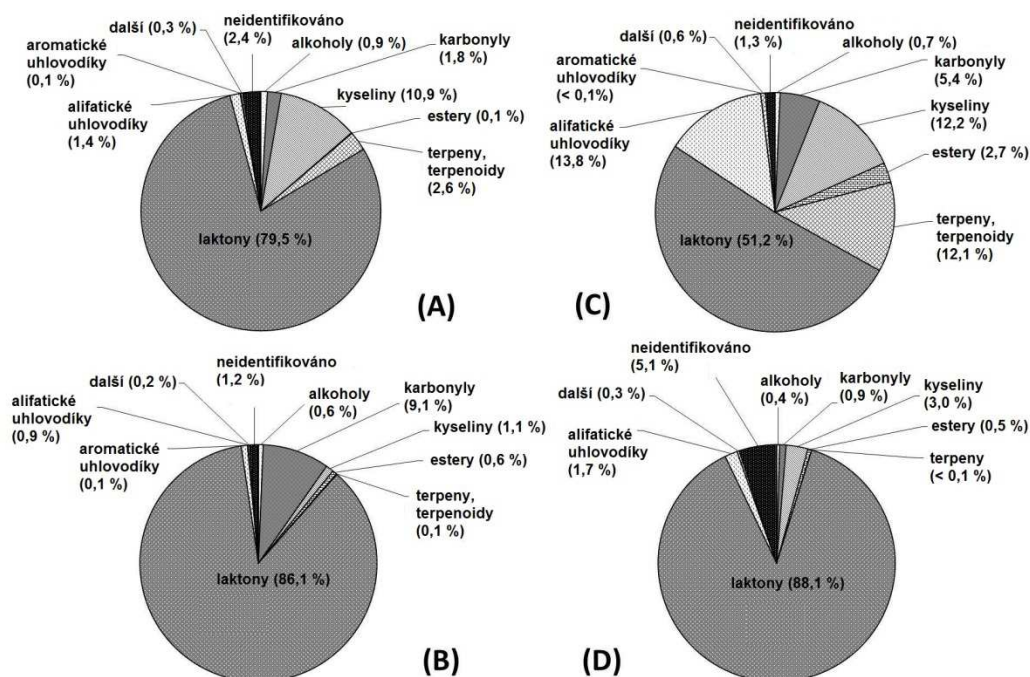
Hlavní rozdíly mezi použitými metodami extrakce jsou v jednotlivých profilech těkavých látek. Simultánní destilace-extrakce a extrakce nadkritickou tekutinou byly účinnější techniky pro extrakci sloučenin s vyššími retenčními indexy (RI). Tento fakt lze vidět na Obr. 49, který ukazuje srovnání chemického složení extraktů tonkových bobů s použitím bublin (bublinového grafu), jejichž velikosti odpovídají ploše pík v procentech pro jednotlivé sloučeniny. Například, identifikované kyseliny (metodami SDE a SFE) vykazovaly retenční indexy větší než 1500. Kromě jediné výjimky (kyselina dodekanová, RI = 1568), všechny identifikované kyseliny v extraktech za použití HS-SPME metod měly retenční indexy nižší než 1500. Sloučeniny s hodnotami RI < 700 nebyly pozorovány v chromatogramech extraktů z SDE a SFE metod z důvodu nastavení "solvent cutu" pro rozpouštědlo (hexan, RI = 600).

Rozdíly mezi HS-SPME při konstantní teplotě a HS-SPME při pozvolna snižující se teplotě lze vidět v profilu esterů. Identifikované estery při HS-SPME s konst. teplotou (62 °C) byly s hodnotou RI < 1300. Estery, získané z extraktů HS-SPME při snižující se teplotě, měly hodnoty RI > 1700, až na benzyl-benzoát.



Obr. 49 Srovnání chromatogramů extraktů získaných různými extrakčními metodami.

Nejvíce zastoupenou skupinou byla skupina karbonylových sloučenin, 22 aldehydů a 14 ketonů. Kromě toho, keton karvon byl zahrnut v terpenoidech. Nicméně, hlavní složkou všech analyzovaných extraktů byl lakton kumarin (RI = 1440). Jeho relativní plocha se pohybovala v rozmezí 51 - 85 % podle použité extrakční techniky (51,1 % SDE, 75,8 % HS-SPME při teplotě 62 °C, 82,9 % HS-SPME při pozvolna klesající teplotě a 84,9 % SFE). Proto byly laktony nejzastoupenější skupinou těkavých sloučenin v extraktech tonkových fazolí. Rozdělení jednotlivých skupin podle jejich míry vyjádření v extraktech je uvedeno na Obr. 50.



Obr. 50 Relativní podíl (vyjádřený jako % celkové plochy píků) jednotlivých skupin těkavých látek v extraktech připravených (A) HS-SPME při teplotě 62 °C; (B) HS-SPME při pozvolna se snižující teplotě; (C) simultánní destilace-extrakce (SDE); (D) extrakce nadkritickou tekutinou (SFE).

V práci Wörnera a kol. [178] bylo identifikováno 138 sloučenin v extraktech vysušených tonkových bobech. Téměř polovina těchto sloučenin (přesně 61 sloučenin) byla také identifikována v této práci. Rozdíl v počtu stejně identifikovaných sloučenin lze přikládat použité extrakční technice. Kromě toho, v již zmíněné práci Wörnera a kol., byla identifikována sloučenina (E)-anethol jako sloučenina s nejvyšším obsahem. Wörner rovněž uvádí, že sloučenina 2-undecyfurán by se dala považovat za vhodný indikátor tonkových fazolí. Bohužel, (E)-anethol a ani 2-undecyfurán nebyly v této práci identifikovány. Nepřítomnost těchto sloučenin v aroma-profilu tonkových semen, ale i jiných sloučenin si lze přikládat na základě zpracování semen, podmínek pěstování apod.

Andrade a kol. [179] se zabývali analýzou květů tonkových bobů. Ve své práci identifikovali 32 látek uvedených v Tab. 15. Získaný extrakt obsahoval převážně seskviterpeny (celkem 17) a seskviterpenoidy. Pro srovnání, v naší práci bylo identifikováno 12 látek z jejich 32 uvedených (pouze 4 seskviterpeny ze 17 identifikovaných Andradem a kol. [179]), a v práci Wörnera bylo identifikováno 9 látek z 32 sloučenin (rovněž pouze 4 seskviterpeny ze 17 uvedených). Většina terpenických sloučenin identifikovaných Andradem a kol. [179] byla charakteristická pouze pro květy tonkových bobů.

Tab. 15 Složení těkavého olejové extraktu z květů *Dipteryx odorata*

Sloučenina	RI	%	Sloučenina	RI	%
heptanal	900	0,4	β -elemen	1393	1,4
α -pinen	940	0,6	β -karyofylen	1419	0,5
sabinen	978	0,2	β -gurjunen	1433	0,3
benzyl alkohol	1033	0,2	(E)- β -farnesen	1459	0,7
(E)-beta-ocimen	1048	0,5	germacren D	1481	34,2
oktanol	1068	0,2	bicyklogermacren	1496	14,3
<i>trans</i> -linalool oxid (furanoid)	1089	0,1	germacren A	1502	0,4
nonanal	1103	2,9	δ -cadinen	1526	1,5
benzyl-acetát	1165	0,3	spathulenol	1578	12,4
methyl salicylát	1192	0,1	globulol	1584	1,4
(E)-2-dekanal	1263	0,1	cubenol	1644	0,7
kyselina nonanová	1282	0,2	α -muurolol	1646	1,5
(E, Z)-2, 4-dekadienal	1292	0,1	α -cadinol	1655	4,3
δ -elemen	1340	0,1	<i>cis</i> -14-muurol-5-en-4- on	1683	0,4
α -cubenen	1352	0,3	(E, E)-farnesol	1724	1,8
α -copaen	1378	1,1	kyselina palmitová	1962	1,8

RI = reteční indexy na koloně DB-5MS (30 m \times 0,25 mm \times 0,25 μ m tloušťka filmu).

Z celkového počtu úspěšně identifikovaných sloučenin lze soudit, že HS-SPME technika je účinnější než další použité techniky (SDE a SFE). Metoda HS-SPME se tedy jeví jako dobrý nástroj pro kvalitativní charakterizaci těkavého profilu tonkových bobů.

Tab. 16 Těkavé sloučeniny identifikované v extraktech tonkových bobů připravených různými způsoby extrakce. Obsah jednotlivých sloučenin je vyjádřen jako průměrná relativní plocha píku v procentech (GC-FID, n = 3). N.i. = není identifikováno. ^a částečná identifikace; ^b vypočítaný retenční index na kapilární koloně SLB-5ms, $RI = 100 \cdot n + 100 \cdot (t_x - t_n) / (t_n + 1 - t_n)$; N – počet atomů uhlíků v alkanu, t_x – retenční čas píku neznámé sloučeniny, $t_n + 1$ a t_n – retenční doba alkanu s n+1 a n atomy uhlíku.

	CAS	RI ^b	HS-SPME 62 °C	HS-SPME klesající tep.	SDE	SFE
Alkoholy						
Pentan-2-ol	6032-29-7	714	0,023	n.i.	n.i.	n.i.
3-Methyl-3-buten-1-ol	763-32-6	737	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
Isoamyl alkohol	123-51-3	741	0,144	n.i.	n.i.	n.i.
2-Methylbutan-1-ol	137-32-6	749	0,087	n.i.	n.i.	n.i.
3-Methylpentan-3-ol	77-74-7	769	n.i.	n.i.	n.i.	0,107
Pentan-1-ol	71-41-0	777	0,023	n.i.	n.i.	n.i.
3-methyl-2-buten-1-ol	556-82-1	780	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
Butan-2,3-diol, isomer 1 ^a	---	786	n.i.	0,130	n.i.	n.i.
(2S,3S)butan-2,3diol	19132-06-0	788	0,151	n.i.	n.i.	n.i.
Butan-2,3-diol, isomer 2 ^a	---	793	n.i.	0,150	n.i.	n.i.
(2R,3S)butan-2,3diol	5341-95-7	799	0,113	n.i.	n.i.	n.i.
(Z)-3-Hexen-1-ol	928-96-1	853	0,026	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl alkohol	111-27-3	875	0,028	n.i.	n.i.	0,109
Heptan-4-ol	589-55-9	894	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
2-Ethylhexan-1-ol	104-76-7	1029	n.i.	n.i.	0,254	n.i.
Benzyl alkohol	100-51-6	1040	0,022	0,070	n.i.	0,022
Oktan-1-ol	111-87-5	1076	n.i.	n.i.	0,027	n.i.
Fenylethyl alkohol	60-12-8	1113	0,242	n.i.	n.i.	n.i.
Dodekanol	112-53-8	1476	n.i.	n.i.	0,251	n.i.
Tridekanol	112-70-9	1575	n.i.	0,013	n.i.	n.i.
Tetradekanol	112-72-1	1679	n.i.	0,031	0,164	n.i.
Hexadekan-1-ol	36653-82-4	1879	n.i.	0,145	n.i.	0,081

	CAS	RI ^b	HS-SPME 62 °C	HS-SPME klesající tep.	SDE	SFE
Oktadekanol	112-92-5	2081	n.i.	0,110	n.i.	0,089
<i>Σ Alkoholy</i>			0,88	0,65	0,70	0,41
Aldehydy a ketony						
Isobutanal	78-84-2	< 600	0,015	n.i.	n.i.	n.i.
2-Butenaldehyd	4170-30-3	688	0,039	0,027	n.i.	n.i.
3-Methylbutan-1-al	590-86-3	689	0,045	n.i.	n.i.	n.i.
Hydroxyaceton	116-09-6	695	0,092	n.i.	n.i.	n.i.
Acetoin	513-86-0	720	0,113	n.i.	n.i.	n.i.
Hexanal	66-25-1	802	0,251	n.i.	0,431	n.i.
Furfural	98-01-1	837	0,057	0,030	0,024	n.i.
Ethyl propenyl keton	2497-21-4	838	n.i.	n.i.	n.i.	0,032
3-Methyl-1-cyklopentanon	1757-42-2	850	n.i.	n.i.	n.i.	0,075
4-Heptanon	123-19-3	870	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
2-Heptanon	110-43-0	891	0,050	n.i.	n.i.	n.i.
Heptanal	111-71-7	904	0,018	n.i.	0,040	n.i.
2,5-Hexandion	110-13-4	931	n.i.	n.i.	n.i.	0,335
Benzaldehyd	100-52-7	964	0,176	0,762	0,145	n.i.
2-Oktanon	111-13-7	991	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
Oktanal	124-13-0	1005	0,044	< 0,01	0,082	n.i.
Fenylacetaldehyd	122-78-1	1042	n.i.	n.i.	0,332	n.i.
2-hydroxybenzaldehyd	90-02-8	1042	0,454	0,045	1,491	n.i.
Acetofenon	98-86-2	1064	0,015	0,064	n.i.	n.i.
2-Nonanon	821-55-6	1092	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
Nonanal	124-19-6	1105	0,119	0,029	0,941	0,183
o-Hydroxyacetofenon	118-93-4	1158	0,296	0,032	1,644	n.i.
(E)-2-Nonenal	18829-56-6	1164	< 0,01	< 0,01	n.i.	n.i.

	CAS	RI ^b	HS-SPME 62 °C	HS-SPME klesající tep.	SDE	SFE
4-Methylacetofenon	122-00-9	1187	n.i.	< 0,01	n.i.	n.i.
Methyl oktyl keton	693-54-9	1192	n.i.	< 0,01	n.i.	n.i.
Dekanal	112-31-2	1207	0,025	< 0,01	0,151	0,151
p-Anisaldehyd	123-11-5	1251	n.i.	< 0,01	n.i.	n.i.
(E)-2-Dekenal	3913-81-3	1264	n.i.	n.i.	n.i.	0,052
2-Fenylcrotonaldehyd	4411-89-6	1267	0,013	n.i.	n.i.	n.i.
(E)-Cinnamaldehyde	14371-10-9	1267	n.i.	< 0,01	n.i.	n.i.
(E,E)-2,4-Dekandienal	25152-84-5	1319	n.i.	n.i.	0,065	n.i.
(E)-2-Undekenal	53448-07-0	1363	n.i.	< 0,01	n.i.	0,046
Dokekanal	112-54-9	1409	n.i.	n.i.	0,035	n.i.
Tetradekanal	124-25-4	1613	n.i.	0,010	n.i.	n.i.
Benzofenon	119-61-9	1629	n.i.	0,301	n.i.	n.i.
Hexadekanal	629-80-1	1816	n.i.	0,010	n.i.	n.i.
<i>Σ Aldehydy a ketony</i>			1,85	9,10	5,38	0,87
Kyseliny						
Kyselina ethanová	64-19-7	650	8,707	7,750	n.i.	n.i.
Kyselina propanová	79-09-4	711	0,026	0,025	n.i.	n.i.
Kyselina 2-methylpropanová	79-31-2	753	0,031	< 0,01	n.i.	n.i.
Kyselina butanová	107-92-6	787	0,033	n.i.	n.i.	n.i.
Kyselina 3-methylbutanová	503-74-2	852	0,058	0,012	n.i.	n.i.
Kyselina 2-methylbutanová	116-53-0	860	0,072	< 0,01	n.i.	n.i.
Kyselina hexanová	142-62-1	985	n.i.	0,093	n.i.	n.i.
Kyselina heptanová	111-14-8	1079	0,012	0,022	n.i.	n.i.
Kyselina 2-ethylhexanová	149-57-5	1120	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
Kyselina benzoová	65-85-0	1169	n.i.	0,341	n.i.	n.i.
Kyselina oktanová	124-07-2	1181	0,065	0,120	n.i.	n.i.

	CAS	RI ^b	HS-SPME 62 °C	HS-SPME klesající tep.	SDE	SFE
Kyselina nonanová	112-05-0	1273	0,590	0,367	n.i.	n.i.
Kyselina dekanová	334-48-5	1373	n.i.	0,052	n.i.	n.i.
Kyselina (E)-o-kumarová	614-60-8	1495	1,328	n.i.	n.i.	n.i.
Kyselina dodekanová	143-07-7	1568	n.i.	0,013	0,098	n.i.
Kyselina tetradekanová	544-63-8	1790	n.i.	n.i.	0,173	n.i.
Kyselina hexadekanová	57-10-3	2002	n.i.	n.i.	6,046	0,352
Kyselina cis-9-oktadecenová	112-80-1	2138	n.i.	n.i.	4,908	2,267
Kyselina (Z, Z)-9,12-oktadekadienová	60-33-3	2157	n.i.	n.i.	0,762	0,160
Kyselina oktadekanová	57-11-4	2163	n.i.	n.i.	0,196	0,191
<i>Σ Kyseliny</i>			10,93	1,06	12,18	2,97
Estery						
Methyl-isovalerát	556-24-1	777	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
Butyl-acetát	123-86-4	818	n.i.	n.i.	0,017	n.i.
Ethyl 2-methyl-butyát	7452-79-1	853	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
2-methylbutyl-acetát	624-41-9	876	0,021	n.i.	n.i.	n.i.
Isoamyl-acetát	123-92-2	880	< 0,01	n.i.	0,089	n.i.
Ethyl-kaproát	123-66-0	1000	0,013	n.i.	n.i.	n.i.
Hexyl-acetát	142-92-7	1016	0,014	n.i.	n.i.	n.i.
Benzyl-formát	104-57-4	1075	n.i.	< 0,01	n.i.	n.i.
Ethyl-benzoát	93-89-0	1171	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
Fenylethyl-acetát	103-45-7	1256	0,020	n.i.	0,101	n.i.
Diethyl-ftalát	84-66-2	1594	n.i.	0,055	n.i.	n.i.
2-Ethylhexyl-benzoát	5444-75-7	1708	n.i.	0,034	n.i.	n.i.
Methyl-myristát	124-10-7	1724	n.i.	< 0,01	0,015	n.i.
Benzyl-benzoát	120-51-4	1760	n.i.	0,026	n.i.	n.i.
2-Ethylhexyl-salicylát	118-60-5	1803	n.i.	0,013	n.i.	n.i.

	CAS	RI ^b	HS-SPME 62 °C	HS-SPME klesající tep.	SDE	SFE
Isopropyl-myristát	110-27-0	1824	n.i.	< 0,01	n.i.	n.i.
Diisobutyl-ftalát	84-69-5	1857	n.i.	0,149	0,412	0,026
Methyl-palmitát	112-39-0	1925	n.i.	0,047	0,245	0,052
Dibutyl-ftalát	84-74-2	1952	n.i.	0,174	n.i.	0,074
Ethyl-palmitát	628-97-7	1992	n.i.	0,036	0,220	0,058
Isopropyl-palmitát	142-91-6	2025	n.i.	0,010	n.i.	0,088
Methyl-linoleát	112-63-0	2090	n.i.	n.i.	0,253	n.i.
Methyl-oleát	112-62-9	2097	n.i.	n.i.	0,727	0,100
Methyl-stearát	112-61-8	2127	n.i.	n.i.	0,029	n.i.
Ethyl-oleát	111-62-6	2165	n.i.	0,019	0,573	0,097
Ethyl-stearát	111-61-5	2193	n.i.	n.i.	0,036	0,022
Ethylhexyl-ftalát	117-81-7	2543	n.i.	0,033	n.i.	n.i.
Σ Estery			0,09	0,61	2,72	0,52
Monoterpeny, monoterpenoidy						
α -Thujen	2867-05-2	924	0,087	n.i.	0,118	n.i.
α -Pinen	80-56-8	935	0,041	< 0,01	0,648	n.i.
Sabinen	3387-41-5	970	0,265	0,015	n.i.	n.i.
β -Pinen	127-91-3	974	0,142	0,021	2,404	n.i.
β -Myrcen	123-35-3	991	0,104	n.i.	0,171	n.i.
α -Phellandren	99-83-2	1002	n.i.	n.i.	0,024	n.i.
3-Caren	13466-78-9	1007	0,068	n.i.	0,459	n.i.
α -Terpinen	99-86-5	1015	< 0,01	n.i.	0,063	n.i.
p-Cymen	99-87-6	1025	0,106	n.i.	0,111	n.i.
Limonen	138-86-3	1031	1,470	0,053	5,951	0,021
(E)- β -Ocimen	3779-61-1	1050	0,025	n.i.	n.i.	n.i.
γ -Terpinen	99-85-4	1061	0,016	n.i.	0,159	n.i.

	CAS	RI ^b	HS-SPME 62 °C	HS-SPME klesající tep.	SDE	SFE
Terpinolen	586-62-9	1086	0,015	n.i.	0,040	n.i.
p-Cymenen	1195-32-0	1088	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
(Z)-Sabinen hydrát	15537-55-0	1070	0,030	n.i.	n.i.	n.i.
Linalool	78-70-6	1100	0,065	< 0,01	0,239	n.i.
(Z)-Limonen oxid	13837-75-7	1132	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
(E)-Limonen oxid	4959-35-7	1136	n.i.	n.i.	0,049	n.i.
Menthol	1490-04-6	1171	n.i.	n.i.	0,066	n.i.
4-Terpineol	562-74-3	1181	0,039	n.i.	0,904	n.i.
α-Terpineol	98-55-5	1195	n.i.	n.i.	0,042	n.i.
Karvon	99-49-0	1243	< 0,01	n.i.	0,073	n.i.
<i>Σ Monoterpeny, monoterpenoidy</i>			2,50	0,10	11,52	0,02
Seskviterpeny, seskviterpenoidy						
α-Cubeben	17699-14-8	1345	0,025	n.i.	n.i.	n.i.
α-Copaen	3856-25-5	1373	0,085	n.i.	0,030	n.i.
(E)-β-Caryophyllen	87-44-5	1417	< 0,01	n.i.	0,266	n.i.
Spathulenol	6750-60-3	1574	n.i.	n.i.	0,215	n.i.
Caryophyllen oxid	1139-30-6	1578	n.i.	n.i.	0,107	n.i.
<i>Σ Seskviterpeny, seskviterpenoidy</i>			0,12	---	0,62	---
Laktony						
γ-Butyrolakton	96-48-0	909	0,422	0,110	n.i.	n.i.
α-Methyl-γ-butyrolakton	1679-47-6	947	< 0,01	n.i.	n.i.	n.i.
γ-Pentalakton	108-29-2	952	0,024	n.i.	n.i.	n.i.
δ-Pentalakton	542-28-9	957	0,102	n.i.	n.i.	n.i.
γ-Hexalakton	695-06-7	1060	0,011	n.i.	n.i.	n.i.
γ-Butyrolaktone derivát ^a	---	1198	n.i.	n.i.	n.i.	n.i.
(E)-β-Methyl-γ-oktalakton	39638-67-0	1319	0,082	n.i.	n.i.	n.i.

	CAS	RI ^b	HS-SPME 62 °C	HS-SPME klesající tep.	SDE	SFE
γ-Nonalakton	104-61-0	1358	n.i.	< 0,01	n.i.	n.i.
3,4-Dihydrokumarin (Melilotin)	119-84-6	1380	2,987	3,126	0,060	3,196
Kumarin	91-64-5	1440	75,830	82,906	51,103	84,859
Σ Laktony			79,46	86,15	51,16	88,05
Alifatické uhlovodíky						
Dodekan	112-40-3	1200	0,012	< 0,01	n.i.	n.i.
Tridekan	629-50-5	1300	0,138	< 0,01	n.i.	n.i.
Tetradekan	629-59-4	1400	0,019	< 0,01	n.i.	n.i.
Pentadekan	629-62-9	1500	0,579	0,014	n.i.	n.i.
n-Hexadekan	544-76-3	1600	0,018	0,034	0,065	n.i.
Decylcyklohexan	1795-16-0	1655	0,048	n.i.	n.i.	n.i.
2-Methylhexadekan	1560-92-5	1663	0,035	n.i.	n.i.	n.i.
Heptadekan	629-78-7	1700	0,202	0,024	0,064	n.i.
Pristan	1921-70-6	1701	0,146	n.i.	n.i.	n.i.
3-Methylheptadekan	6418-44-6	1770	0,011	n.i.	n.i.	n.i.
Oktadekan	593-45-3	1799	0,083	0,039	0,128	n.i.
Phytan	638-36-8	1805	0,081	n.i.	n.i.	n.i.
Nonadekan	629-92-5	1900	0,019	0,068	0,321	n.i.
Ikosan	112-95-8	2000	n.i.	0,200	0,590	0,033
Henkosan	629-94-7	2099	n.i.	0,247	1,089	n.i.
Dokosan	629-97-0	2200	n.i.	0,117	1,275	0,047
Trikosan	638-67-5	2300	n.i.	0,053	1,647	n.i.
Tetrakosan	646-31-1	2400	n.i.	0,028	1,342	0,047
Pentakosan	629-99-2	2500	n.i.	< 0,01	1,668	n.i.
Hexakosan	630-01-3	2600	n.i.	n.i.	1,360	0,069
Heptakosan	593-49-7	2700	n.i.	n.i.	1,256	0,280

	CAS	RI ^b	HS-SPME 62 °C	HS-SPME klesající tep.	SDE	SFE
Oktakosan	630-02-4	2800	n.i.	n.i.	0,788	0,078
Skvalen	111-02-4	2829	n.i.	n.i.	n.i.	0,854
Nonakosan	630-03-5	2900	n.i.	n.i.	0,405	0,319
Triakontan	638-68-6	3000	n.i.	n.i.	0,204	n.i.
Hentriakontan	630-04-6	3100	n.i.	n.i.	0,071	n.i.
<i>Σ Alifatické uhlovodíky</i>			1,39	0,85	13,80	1,73
<i>Aromatické uhlovodíky</i>						
Toluen	108-88-3	765	0,018	< 0,01	< 0,01	n.i.
p-Xylene	106-42-3	864	n.i.	< 0,01	n.i.	n.i.
Vinylbenzen	100-42-5	891	0,070	n.i.	< 0,01	n.i.
2-Methylnaftalen	91-57-6	1287	n.i.	0,018	n.i.	n.i.
Fenylbenzen	92-52-4	1373	n.i.	0,017	n.i.	n.i.
1,3-Difenylpropan	1081-75-0	1646	n.i.	< 0,01	n.i.	n.i.
Anthracen	120-12-7	1766	n.i.	0,012	n.i.	n.i.
<i>Σ Aromatické uhlovodíky</i>			0,09	0,07	< 0,01	---
<i>Další sloučeniny</i>						
1,3,5,7-Cykllooktatetraen	629-20-9	896	n.i.	0,031	n.i.	n.i.
2,6-Dimethylpyrazin	108-50-9	917	0,026	n.i.	n.i.	n.i.
6-Methyl-5-hepten-2-one	110-93-0	989	0,147	n.i.	0,027	n.i.
Benzofuran	271-89-6	993	0,012	n.i.	n.i.	n.i.
Pyrrrole-2-carboxaldehyd	1003-29-8	1008	n.i.	0,023	n.i.	n.i.
o-Nitrofenol	88-75-5	1127	n.i.	< 0,01	n.i.	n.i.
Benzyl nitril	140-29-4	1136	0,018	n.i.	n.i.	n.i.
Pyranon	28564-83-2	1139	n.i.	0,011	n.i.	0,292
Enanthamid	628-62-6	1154	n.i.	0,010	n.i.	n.i.
Benzothiazol	95-16-9	1217	n.i.	0,096	n.i.	n.i.

	CAS	RI ^b	HS-SPME 62 °C	HS-SPME klesající tep.	SDE	SFE
p-Vinylguaiacol	7786-61-0	1309	0,035	0,017	0,593	n.i.
Eugenol	97-53-0	1353	0,015	n.i.	n.i.	n.i.
Dibenzofuran	132-64-9	1508	n.i.	0,011	n.i.	n.i.
Difenylamin	122-39-4	1616	n.i.	0,011	n.i.	n.i.
<i>Σ Další sloučeniny</i>			0,25	0,22	0,62	0,29

4 ZÁVĚR

Disertační práce se zabývala analýzou složek v rostlinném materiálu nebo materiálu z něj připraveného. Práce byla rozdělena do třech hlavních sekcí – extrakce a analýza sloučenin v růžových okvětních lístcích, analýza alkoholických nápojů a extrakce a analýza těkavých látek v tonkových bobech. V jednotlivých částech jsou uvedeny experimentální údaje, optimalizace extrakčních podmínek, vyhodnocení dat v softwaru Statistika 12 (StatSoft, Inc.), obrázky, grafy a tabulky.

Hlavními cíli práce bylo použití HS-SPME/GC-MS pro extrakci těkavých sloučenin, nalézt optimální podmínky extrakce a následně je aplikovat na reálné vzorky. Tyto cíle byly v rámci diserační práce splněny. V rámci experimentální části byly využity i další metody, jako je simultánní destilace-extrakce, extrakce nadritickou tekutinou nebo elektronický nos založený na ultra rychlé plynové chromatografii. Kromě použití GC-MS analýzy, byla použita i kombinace plynové chromatografie s plamenově-ionizačním detektorem (GC-FID).

V první části práce byla věnována pozornost analýze těkavých sloučenin v sušených a mletých růžových okvětních lístcích. Vzhledem k rozmanitému chemickému složení růží byly na začátku práce zvoleny dvě SPME vlákna – 50/30 μm DVB/CAR/PDMS a 100 μm PDMS. Účinnost extrakce obou vláken byla zkoumána z pohledu dvou proměnných - počtu píků a celkové plochy píků. DVB/CAR/PDMS vlákno bylo vhodnější pro extrakci těkavějších sloučenin, kdežto pro méně těkavější látky bylo vhodnější použití PDMS vlákna. Pokud se ale vlákna srovnávala z pohledu velikosti celkové plochy píků v chromatogramu, tak větší plochy byly pozorovány při použití DVB/CAR/PDMS vlákna. Pro výběr vhodnějšího SPME vlákna byla také použita analýza rozptylu a Paretův graf efektů. Na základě výsledků bylo vybráno 50/30 μm DVB/CAR/PDMS pro extrakci těkavých organických látek (VOCs) v reálných vzorcích. Celkem bylo analyzováno 6 druhů růží *Rosa Mariyo*; *Rosa Rhodos*; *Rosa Sudoku*; *Rosa Tara*; *Rosa Tacazzi* a *Rosa Deep Purple*. Jako optimální podmínky extrakce byly nalezeny parametry extrakce teplota extrakce 90 °C, doba extrakce 60 min a navážka sušeného vzorku 0,7 g. Celkem bylo identifikováno 211 sloučenin, které byly klasifikovány do jednotlivých chemických skupin.

Druhá část práce byla zaměřena na analýzu alkoholických nápojů. Tato sekce obsahovala dvě části. V první části je uvedena analýza alkoholických nápojů, přesněji analýza ovocných destilátů. Stejně jako v předchozí kapitole, byly vybrány 2 druhy SPME vláken -

50/30 μm DVB/CAR/PDMS a 100 μm PDMS. Pro výběr vhodnějšího vlákna se porovnávaly záznamy z pohledu celkové plochy píků a počtu píků. Na základě vyššího počtu píků bylo vybráno 100 μm PDMS vlákno, které bylo aplikováno pro extrakci VOCs v reálných vzorcích ovocných destilátů. Pro zvýšení odezvy detektoru byl zkoumán i faktor zředění a přídavek soli. Analýzou centrálního kompozitního plánu byly zvoleny parametry extrakce 10 mL vzorku, 28,5 % w/V, extrakční teplota 45 °C a doba extrakce 60 min. Celkem bylo analyzováno 24 ovocných destilátů a identifikováno 271 sloučenin. Součástí práce bylo vytvořit aroma-profil a najít statisticky významnou proměnou mezi faktory pomocí statistického nástroje analýzy hlavních komponent (PCA) a faktorové analýzy (FA). Druhá část práce zabývající se alkoholickými nápoji se zabývala použitím elektronického nosu založeného na ultra rychlé plynové chromatografii jako nástroje pro rychlou klasifikaci druhů a skupin, např. alkoholických nápojů. Vícerozměrnou statistickou analýzou (PCA, DFA a SIMCA) bylo klasifikováno 13 druhů alkoholických nápojů.

V poslední části disertační práce je uvedena extrakce a analýza VOCs v tonkových bobech. Pro přípravu extraktů k HS-SPME /GC-MS analýze byly použity extrakční metody simultánní destilace-extrakce (SDE) a nadkritické fluidní extrakce (SFE). Extrakty z SDE a SFE byly dávkovány do GC-MS jako kapalina a také byly extrahovány pomocí HS-SPME. Extrakce těkavých sloučenin z SDE a SFE extraktů probíhala pomocí HS-SPME dvěma způsoby. V prvním případě docházelo k extrakci látek při konstantní teplotě 62 °C po dobu 39 min. V druhém případě se využívalo postupně klesající teploty do 30 °C, kdy při dosažení teploty 30 °C byla sorpce těkavých sloučenin ukončena. V obou typech HS-SPME procesu bylo použito vlákno 85 μm Carboxen/PDMS, které bylo na základě celkového počtu píků vybráno ze tří testovaných SPME vláken (100 μm PDMS, 50/30 μm DVB/CAR/PDMS a 85 μm CAR/PDMS). Optimální podmínky extrakce byly extrakční teplota 62 °C a doba extrakce 39 minut. Pro extrakci nadkritickou tekutinou byly stanoveny optimální podmínky extrakce teplota 103 °C, tlak 31 MPa a celkový objem proteklého CO₂ 5,2 l. V získaných extraktech bylo celkem identifikováno 191 sloučenin pomocí všech aplikovaných extrakčních technik. V extraktech získaných z SDE bylo identifikováno 77 sloučenin a v extraktech získaných z SFE bylo identifikováno pouze 36 látek.

5 Literatura

- [1] YANG, Cui, Juan WANG a Donghao LI. Microextraction techniques for the determination of volatile and semivolatile organic compounds from plants: A review. *Analytica Chimica Acta* [online]. 2013, **799**, 8–22 [vid. 2018-04-06]. ISSN 0003-2670. Dostupné z: doi:10.1016/J.ACA.2013.07.069
- [2] BELAY, Kassa. Advanced Analytical Microextraction Techniques and Their Applications: A Review. *Journal of Biology* [online]. 2016, **6(7)** [vid. 2018-04-06]. Dostupné z: <http://iiste.org/Journals/index.php/JBAH/article/viewFile/29982/30777>
- [3] MARTIN, Jan a Denisa MARTINOVÁ. Nežádoucí a toxické projevy předávkování běžnými rostlinnými drogami – II. *Prakt. lékáren.* [online]. 2016, **12(1)**, 30–32 [vid. 2017-01-05].
Dostupné <http://www.praktickelekarenstvi.cz/pdfs/lek/2016/01/07.pdf>
- [4] JEŽKOVÁ, Renata. *Esenciální olej Heřmánek: Heřmánkový olej a azulen* / *Magazin.BIOOO.CZ* [online]. 2014 [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: <http://magazin.biooo.cz/zdravi/esencialni-oleje/esencialni-olej-hermanek/>
- [5] TOMKO, Jozef. *Farmakognózia: učebnica pre farmaceutické fakulty.* 2., v. B.m.: Martin: Osveta, 1989. ISBN 80-217-0083-1.
- [6] KALEMBA, D a A KUNICKA. Antibacterial and antifungal properties of essential oils. *Current medicinal chemistry* [online]. 2003, **10(10)**, 813–29 [vid. 2017-01-05]. ISSN 0929-8673. Dostupné z: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12678685>
- [7] ČERVENÝ, Libor Referáty. SYNTETICKÉ VONNÉ A CHUŤOVÉ LÁTKY. *Chem. Listy.* 1999, **93**, 412–420.
- [8] TREPKOVÁ, Emílie a František VONÁŠEK. *Vůně a parfémy: Tajemství přitažlivosti.* B.m.: Praha: MAXDORF, 1997. ISBN 978-80-204-1938-5.
- [9] TUREK, Claudia a Florian C STINTZING. Stability of Essential Oils: A Review. *COMPREHENSIVE REVIEWS IN FOOD SCIENCE AND FOOD SAFETY* [online]. 2013, **12(1)**, 40–53. ISSN 1541-4337. Dostupné z: doi:10.1111/1541-4337.12006
- [10] LUQUE DE CASTRO, M.D, M.M JIMÉNEZ-CARMONA a V FERNÁNDEZ-PÉREZ. Towards more rational techniques for the isolation of valuable essential oils from plants. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* [online]. 1999, **18(11)**, 708–716. ISSN 01659936. Dostupné z: doi:10.1016/S0165-9936(99)00177-6
- [11] BERSET, J D, T KUPPER, R ETTER, et al. Considerations about the enantio selective

- transformation of polycyclic musks in wastewater, treated wastewater and sewage sludge and analysis of their fate in a sequencing batch reactor plant. *CHEMOSPHERE* [online]. 2004, **57**(8), 987–996. ISSN 0045-6535. Dostupné z: doi:10.1016/j.chemosphere.2004.07.020
- [12] VELÍŠEK, Jan a Jana HAJŠLOVÁ. *Chemie potravin 2*. Tábor: OSSIS, 2009. ISBN 978-80-86659-16-9.
- [13] BAKKALI, F., S. AVERBECK, D. AVERBECK, et al. Biological effects of essential oils – A review. *Food and Chemical Toxicology* [online]. 2008, **46**(2), 446–475. ISSN 02786915. Dostupné z: doi:10.1016/j.fct.2007.09.106
- [14] SANTOS, Gisele Dos, Oliveira MARTINS, Hugo Bolsoni ZAGO, et al. CHEMICAL COMPOSITION AND TOXICITY OF CITRUS ESSENTIAL OILS ON *Dysmicoccus brevipes* (HEMIPTERA: PSEUDOCOCCIDAE) 1 CHEMICAL COMPOSITION AND TOXICITY OF CITRUS ESSENTIAL OILS ON *Dysmicoccus brevipes* (HEMIPTERA: PSEUDOCOCCIDAE) [online]. 2017, **30**(3), 811–817 [vid. 2018-06-02]. Dostupné z: doi:10.1590/1983-21252017v30n330rc
- [15] KAGAWA, Daiji, Hiroko JOKURA, Ryuji OCHIAI, et al. The Sedative Effects and Mechanism of Action of Cedrol Inhalation with Behavioral Pharmacological Evaluation. *Planta Medica* [online]. 2003, **69**(7), 637–641 [vid. 2018-06-25]. ISSN 0032-0943. Dostupné z: doi:10.1055/s-2003-41114
- [16] EXPLORING AROMATHERAPY. *Sesquiterpenes in Essential Oils* [online]. 2014 [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: <http://exploringaromatherapy.com/sesquiterpenes-in-essential-oils/>
- [17] SUBASINGHE, Upul, Manuri GAMAGE a D. S. HETTIARACHCHI. Essential oil content and composition of Indian sandalwood (*Santalum album*) in Sri Lanka. *Journal of Forestry Research* [online]. 2013, **24**(1), 127–130 [vid. 2018-06-25]. ISSN 1007-662X. Dostupné z: doi:10.1007/s11676-013-0331-3
- [18] VERMA, Ram S, Rajendra C PADALIA, Anju YADAV, et al. Essential Oil Composition of *Aralia cachemirica* from Uttarakhand, India [online]. 2010, **4**(3), 163–166 [vid. 2018-06-25]. Dostupné z: www.acgpubs.org/RNP
- [19] DVOŘÁKOVÁ, Marcela a Irena VALTEROVÁ. MONOTERPENY V ROSTLINÁCH. *Chem. Listy*. 2011, **105**, 839–845.
- [20] BAYDAR, Hasan a Nilgün Göktürk BAYDAR. The effects of harvest date, fermentation duration and Tween 20 treatment on essential oil content and composition of industrial oil rose (*Rosa damascena* Mill.). *Industrial Crops and Products* [online].

- 2005, **21**(2), 251–255 [vid. 2018-06-25]. ISSN 0926-6690. Dostupné z: doi:10.1016/J.INDCROP.2004.04.004
- [21] MEDICINAL AND AROMATIC PLANTS ASSOCIATION OF INDIA., R. S., L. RAHMAN, R. K. VERMA, et al. Open access journal of medicinal and aromatic plants. *Open Access Journal of Medicinal and Aromatic Plants (OAJMAP)* [online]. 2010, **1**(1), 13–18 [vid. 2018-06-25]. Dostupné z: <https://www.cabdirect.org/cabdirect/abstract/20103162534>
- [22] KIRAN BABU, Garikapati D., Aarti SHARMA a Bikram SINGH. Volatile composition of *Lavandula angustifolia* produced by different extraction techniques *. *Journal of Essential Oil Research* [online]. 2016, **28**(6), 489–500 [vid. 2018-06-25]. ISSN 1041-2905. Dostupné z: doi:10.1080/10412905.2016.1162210
- [23] CLARKE, Sue. *Essential Chemistry for Aromatherapy*. 2nd ed. Edinburgh: Churchill Livingstone, 2008. ISBN 978-0-4431-0403-9.
- [24] HUBÍK, Josef, Jaroslav DUŠEK, Alena ŘEZÁČOVÁ, et al. *Obecná farmakognosie Díl II. Sekundární látky*. 1st vyd. Praha: Univerzita Karlova v Praze, 1978.
- [25] GOODNER, Kevin. a Russell. ROUSSEFF. *Practical analysis of flavor and fragrance materials*. Hoboken, N.J.: Wiley, 2011. ISBN 9781405139168.
- [26] MILLS, Simon a Kerry BONE. *The essential guide to herbal safety* [online]. St. Louis, Mo: Elsevier Churchill Livingstone, 2005. ISBN 0443071713. Dostupné z: <http://readinglists.westminster.ac.uk/items/5F28B71F-CDBA-7C78-6C75-816311ECD708.html>
- [27] EHLERS, Dorothea, Michael PFISTER, Dieter GERARD, et al. Reducing the coumarin content of tonka bean extracts using supercritical CO₂. *International Journal of Food Science and Technology* [online]. 1996, **31**(1), 91–95 [vid. 2017-01-05]. ISSN 0950-5423. Dostupné z: doi:10.1111/j.1365-2621.1996.19-319.x
- [28] PHARMACOGNOSY. *General Methods of Distillation Essential Oils* [online]. 2014 [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: <http://www.e-pharmacognosy.com/2014/11/general-methods-of-distillation.html>
- [29] SILVA, L.V., D.L. NELSON, M.F.B. DRUMMOND, et al. Comparison of hydrodistillation methods for the deodorization of turmeric. *Food Research International* [online]. 2005, **38**(8), 1087–1096. ISSN 09639969. Dostupné z: doi:10.1016/j.foodres.2005.02.025
- [30] CHEMSCIENCE. *ESSENTIAL OIL DETERMINATION APPARATUS (CLEVENGER TYPE)* [online]. [vid. 2017-01-05]. Dostupné

- z: <http://www.chemscience.com/advancedwebpage.aspx?cg=170&cd>
- [31] ČSN EN ISO 6571. ČSN EN ISO 6571 (580196) - Technické normy ČSN [online]. [vid. 2017-08-01]. Dostupné z: http://www.technicke-normy-csn.cz/580196-csn-en-iso-6571_4_84301.html
- [32] FORNARI, Tiziana, Gonzalo VICENTE, Erika VÁZQUEZ, et al. Isolation of essential oil from different plants and herbs by supercritical fluid extraction. *Journal of Chromatography A* [online]. 2012, **1250**, 34–48. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2012.04.051
- [33] ZHAO, Cai-Yun, Jie XUE, Xu-Dong CAI, et al. Assessment of the key aroma compounds in rose-based products. *Journal of Food and Drug Analysis* [online]. 2016, **24**(3), 471–476. ISSN 10219498. Dostupné z: doi:10.1016/j.jfda.2016.02.013
- [34] KLAUDOVÁ, Pavlína. *Esenciální olej růže (keltská, damašská, stolistá): Obecné informace o růži | Magazin.BIOOO.CZ* [online]. [vid. 2018-03-18]. Dostupné z: <https://magazin.biooo.cz/zdravi/esencialni-oleje/esencialni-olej-ruze-keltska-damasska-stolista/>
- [35] UCAR, Yusuf, Soner KAZAZ, Figen ERASLAN, et al. Effects of different irrigation water and nitrogen levels on the water use, rose flower yield and oil yield of *Rosa damascena*. *Agricultural Water Management* [online]. 2017, **182**, 94–102. ISSN 03783774. Dostupné z: doi:10.1016/j.agwat.2016.12.004
- [36] GORJI-CHAKESPARI, Abbas, Ali Mohammad NIKBAKHT, Fatemeh SEFIDKON, et al. Classification of essential oil composition in *Rosa damascena* Mill. genotypes using an electronic nose. *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants* [online]. 2016. ISSN 22147861. Dostupné z: doi:10.1016/j.jarmap.2016.07.004
- [37] VERMA, Ram Swaroop, Rajendra Chandra PADALIA a Amit CHAUHAN. CHEMICAL INVESTIGATION OF THE VOLATILE COMPONENTS OF SHADE-DRIED PETALS OF DAMASK ROSE (*ROSA DAMASCENA* MILL.). *Arch. Biol. Sci., Belgrade* [online]. 2011, **63**(4), 1111–1115. Dostupné z: doi:10.2298/ABS1104111V
- [38] ERBAŞ, Sabri a Hasan BAYDAR. Variation in Scent Compounds of Oil-Bearing Rose (*Rosa damascena* Mill.) Produced by Headspace Solid Phase Microextraction, Hydrodistillation and Solvent Extraction. 2016, **10**(5), 555–565.
- [39] GHOREISHI, S.M., Ali HEDAYATI a S.O. MOUSAVI. Quercetin extraction from *Rosa damascena* Mill via supercritical CO₂: Neural network and adaptive neuro fuzzy interface system modeling and response surface optimization. *The Journal of*

- Supercritical Fluids* [online]. 2016, **112**, 57–66. ISSN 08968446. Dostupné z: doi:10.1016/j.supflu.2016.02.006
- [40] PORTO, Carla Da, Deborha DECORTI a Andrea NATOLINO. Application of a Supercritical CO₂ Extraction Procedure to Recover Volatile Compounds and Polyphenols from *Rosa damascena*. *Separation Science and Technology* [online]. 2015, **50**(8), 1175–1180. Dostupné z: doi:10.1080/01496395.2014.965833
- [41] MEGSON, David, Robert KALIN, Paul J. WORSFOLD, et al. Fingerprinting polychlorinated biphenyls in environmental samples using comprehensive two-dimensional gas chromatography with time-of-flight mass spectrometry. *Journal of Chromatography A* [online]. 2013, **1318**, 276–283. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2013.10.016
- [42] ŚLIWIŃSKA, Magdalena, Paulina WIŚNIEWSKA, Tomasz DYMERSKI, et al. The flavour of fruit spirits and fruit liqueurs: a review. *Flavour and Fragrance Journal* [online]. 2015, **30**(3), 197–207 [vid. 2017-03-30]. ISSN 08825734. Dostupné z: doi:10.1002/ffj.3237
- [43] PACOVSKÉ STROJÍRNY. *Ovocné lihovary a pěstiteľské pálenice. Výroba ovocných destilátů* [online]. [vid. 2018-03-18]. Dostupné z: <http://www.pacovske.cz/cz/homepage/default/55/vyroba-ovocnych-destilatu>
- [44] SURMOVÁ, Silvie. *Stanovení těkavých organických látek v alkoholických nápojích* [online]. B.m., 2013 [vid. 2017-08-08]. Univerzita Pardubice. Dostupné z: <http://dspace.upce.cz/handle/10195/51703>
- [45] *Z HISTORIE PÁLENÍ OVOCNÝCH DESTILÁTŮ - Slovácký magazín* [online]. [vid. 2017-03-30]. Dostupné z: <http://www.slovackymagazin.cz/z-historie-paleni-ovocnych-destilatu>
- [46] ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÉ UNIE. *NA ŘÍZENÍ EVROPSKÉHO PARLAMENTU A RADY (ES) č. 110/2008* [online]. 2008 [vid. 2017-03-30]. Dostupné z: http://www.rrtv.cz/cz/static/cim-se-ridime/stavajici-pravni-predpisy/pdf/EP_110_2008.pdf
- [47] BAJER, Tomáš, Petra BAJEROVÁ, Silvie SURMOVÁ, et al. Chemical profiling of volatile compounds of various home-made fruit spirits using headspace solid-phase microextraction. *Journal of the Institute of Brewing* [online]. 2017, **123**(1), 105–112 [vid. 2018-03-18]. ISSN 00469750. Dostupné z: doi:10.1002/jib.386
- [48] SÁDECKÁ, Jana, Veronika URÍČKOVÁ a Michaela JAKUBÍKOVÁ. Synchronous Fluorescence Spectroscopy for Rapid Classification of Fruit Spirits. *Food Anal. Meth.*

- [online]. nedatováno, **8**, 1258–1267 [vid. 2017-03-30]. Dostupné z: <http://www.intechopen.com/books/applications>
- [49] SPAHO, Nermina, Peter DÜRR, Slobodan GRBA, et al. Effects of distillation cut on the distribution of higher alcohols and esters in brandy produced from three plum varieties. *Journal of the Institute of Brewing* [online]. 2013, **119**(1–2), 48–56 [vid. 2017-03-30]. ISSN 00469750. Dostupné z: doi:10.1002/jib.62
- [50] LACHENMEIER, Dirk W., Uta NERLICH a Thomas KUBALLA. Automated determination of ethyl carbamate in stone-fruit spirits using headspace solid-phase microextraction and gas chromatography–tandem mass spectrometry. *Journal of Chromatography A* [online]. 2006, **1108**(1), 116–120 [vid. 2018-06-03]. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2005.12.086
- [51] International Agency for Research on Cancer, IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans. 1974, **7**, 111.
- [52] LI, Guohui, Qiding ZHONG, Daobing WANG, et al. Determination and formation of Ethyl Carbamate in Chinese spirits. *Food Control* [online]. 2015, **56**, 169–176 [vid. 2018-06-03]. ISSN 0956-7135. Dostupné z: doi:10.1016/J.FOODCONT.2015.03.029
- [53] DAE SIK JANG, †, † EUN JUNG PARK, ‡ MICHAEL E. HAWTHORNE, et al. Potential Cancer Chemopreventive Constituents of the Seeds of *Dipteryx odorata* (Tonka Bean) [online]. 2003 [vid. 2018-07-21]. Dostupné z: doi:10.1021/NP020522N
- [54] DUKE, A James. *Dipteryx Odorata (Aubl.) Willd. (FABACEAE) - Tonka bean, Tonga, Cumaru, Tonquin in CRC Handbook of Alternative Cash Crops tonka beans* [online]. [vid. 2018-07-21]. Dostupné z: [https://books.google.cz/books?id=-tg7R4hU8hkC&pg=PA238&lpg=PA238&dq=CRC+Handbook+of+Alternative+Cash+Crops+tonka+beans&source=bl&ots=3aJWINPVJA&sig=hRanGXXyGk5PCXWfW0P9wfpDNQ4&hl=cs&sa=X&ved=0ahUKEwj7hoKendLPahUmLMAKHxWZCoQQ6AEIJTAB#v=onepage&q=CRC Hand](https://books.google.cz/books?id=-tg7R4hU8hkC&pg=PA238&lpg=PA238&dq=CRC+Handbook+of+Alternative+Cash+Crops+tonka+beans&source=bl&ots=3aJWINPVJA&sig=hRanGXXyGk5PCXWfW0P9wfpDNQ4&hl=cs&sa=X&ved=0ahUKEwj7hoKendLPahUmLMAKHxWZCoQQ6AEIJTAB#v=onepage&q=CRC%20Hand)
- [55] BAJER, Tomáš, Silvie SURMOVÁ, Aleš EISNER, et al. Use of simultaneous distillation-extraction, supercritical fluid extraction and solid-phase microextraction for characterisation of the volatile profile of *Dipteryx odorata* (Aubl.) Willd. *Industrial Crops and Products* [online]. 2018, **119**, 313–321 [vid. 2018-07-21]. ISSN 0926-6690. Dostupné z: doi:10.1016/J.INDCROP.2018.01.055
- [56] GIVEL, Michael. A comparison of US and Norwegian regulation of coumarin in tobacco products [online]. nedatováno [vid. 2018-07-21]. Dostupné

- z: doi:10.1136/tc.12.4.401
- [57] FOOD REPUBLIC. *Why You Should Be Cooking With Tonka Beans - Food Republic* [online]. [vid. 2018-07-21]. Dostupné z: <http://www.foodrepublic.com/2015/02/02/why-you-should-be-cooking-with-tonka-beans/>
- [58] SARAFRAZ-YAZDI, Ali a Amirhassan AMIRI. Liquid-phase microextraction. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* [online]. 2010, **29**(1), 1–14. ISSN 01659936. Dostupné z: doi:10.1016/j.trac.2009.10.003
- [59] HEYDARI, Somayeh a Gholam Hossein HAGHAYEGH. Extraction and Microextraction Techniques for the Determination of Compounds from Saffron. *Canadian Chemical Transactions Year* [online]. 2014, **2**(2), 221–247. Dostupné z: doi:10.13179/canchemtrans.2014.02.02.0097
- [60] MINISTRY OF THE ENVIRONMENT. *Standard Guidelines for the Environmental Monitoring of Chemicals* [online]. [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: <https://www.env.go.jp/en/chemi/pops/Appendix/04-GuideLine/guidelines.pdf>
- [61] ARTHUR, Catherine L. a Janusz. PAWLISZYN. Solid phase microextraction with thermal desorption using fused silica optical fibers. *Analytical Chemistry* [online]. 1990, **62**(19), 2145–2148 [vid. 2017-01-05]. ISSN 0003-2700. Dostupné z: doi:10.1021/ac00218a019
- [62] ARTHUR, Catherine L., Lisa M. KILLAM, Safa MOTLAGH, et al. Analysis of substituted benzene compounds in groundwater using solid-phase microextraction. *Environmental Science & Technology* [online]. 1992, **26**(5), 979–983 [vid. 2017-01-05]. ISSN 0013-936X. Dostupné z: doi:10.1021/es00029a017
- [63] PROCHÁZKOVÁ, Dana. MIKROEXTRAKCE NA TUHOU FÁZI A STANOVENÍ OBSAHU ANALYTŮ. *Chem. Listy*. 2002, **96**, 827–852.
- [64] DE CALLE GARCÍA, Demetrio, M REICHENBÄCHER, Klaus DANZER, et al. Use of solid-phase microextraction-capillary-gas chromatography (SPME-CGC) for the varietal characterization of wines by means of chemometrical methods. *Fresenius' Journal of Analytical Chemistry* [online]. 1998, **360**(7), 784–787. ISSN 1432-1130. Dostupné z: doi:10.1007/s002160050806
- [65] VAS, György a Károly VÉKEY. Solid-phase microextraction: a powerful sample preparation tool prior to mass spectrometric analysis. *Journal of Mass Spectrometry* [online]. 2004, **39**(3), 233–254 [vid. 2017-01-05]. ISSN 1076-5174. Dostupné z: doi:10.1002/jms.606

- [66] SIGMA ALDRICH. *Selection Guide for Supelco SPME Fibers | Sigma-Aldrich* [online]. 2017 [vid. 2017-01-12]. Dostupné z: <http://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/analytical/selecting-spme-fibers.html>
- [67] LORD, H., E. CUDJOE a D. et al. VUCKOVIC. Biocompatible SPME Devices for Bioanalysis and in vivo Sampling | Sigma-Aldrich. *Reporter, Volume 29.2* [online]. 2011 [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: <http://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/reporter-us/bioanalysis-with-spme.html>
- [68] SHIREY, Robert E a Raymond F MINDRUP. *SUPELCO SPME-Adsorption versus Absorption: Which Fiber is Best for Your Application?* [online]. [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: <http://www.sigmaaldrich.com/Graphics/Supelco/objects/8000/7943.pdf>
- [69] PAWLISZYN, Janusz. Theory of solid-phase microextraction. *Journal of chromatographic science* [online]. 2000, **38**(7), 270–8 [vid. 2017-01-05]. ISSN 1945-239X. Dostupné z: doi:10.1093/CHROMSCI/38.7.270
- [70] SIGMA-ALDRICH. *Solid Phase Microextraction: Theory and Optimization of Conditions* [online]. [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: <http://www.sigmaaldrich.com/Graphics/Supelco/objects/4600/4547.pdf>
- [71] PAWLISZYN, Janusz. *Solid phase microextraction : theory and practice*. B.m.: Wiley-VCH, 1997. ISBN 9780471190349.
- [72] PROSEN, Helena a Lucija ZUPANČIČ-KRALJ. Solid-phase microextraction. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* [online]. 1999, **18**(4), 272–282. ISSN 01659936. Dostupné z: doi:10.1016/S0165-9936(98)00109-5
- [73] ILIAS, Yara, Stefan BIERI, Philippe CHRISTEN, et al. Evaluation of solid-phase microextraction desorption parameters for fast GC analysis of cocaine in coca leaves. *Journal of chromatographic science* [online]. 2006, **44**(7), 394–8 [vid. 2017-01-05]. ISSN 0021-9665. Dostupné z: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/16925937>
- [74] POPIEL, Stanisław a Monika SANKOWSKA. Determination of chemical warfare agents and related compounds in environmental samples by solid-phase microextraction with gas chromatography. *Journal of Chromatography A* [online]. 2011, **1218**(47), 8457–8479. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2011.09.066
- [75] BIANCHIN, Joyce Nunes, Giuliana NARDINI, Josias MERIB, et al. Screening of volatile compounds in honey using a new sampling strategy combining multiple extraction temperatures in a single assay by HS-SPME–GC–MS. *Food Chemistry* [online]. 2014, **145**, 1061–1065. ISSN 03088146. Dostupné

- z: doi:10.1016/j.foodchem.2013.08.139
- [76] ULRICH, S. Solid-phase microextraction in biomedical analysis. *Journal of Chromatography A* [online]. 2000, **902**(1), 167–194. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/S0021-9673(00)00934-1
- [77] MERKLE, Sybille, Kim KLEEBERG a Jan FRITSCHÉ. Recent Developments and Applications of Solid Phase Microextraction (SPME) in Food and Environmental Analysis—A Review. *Chromatography* [online]. 2015, **2**(3), 293–381 [vid. 2017-08-08]. ISSN 2227-9075. Dostupné z: doi:10.3390/chromatography2030293
- [78] RÖNKKÖ, Tuukka. *Recent Developments in Solid Phase Microextraction Techniques* [online]. B.m., 2015 [vid. 2017-01-05]. University of Helsinki. Dostupné z: [https://helda.helsinki.fi/bitstream/handle/10138/160219/Recent Developments in Solid Phase Microextraction Techniques.pdf?sequence=2](https://helda.helsinki.fi/bitstream/handle/10138/160219/Recent_Developments_in_Solid_Phase_Microextraction_Techniques.pdf?sequence=2)
- [79] JIANG, Ruifen a Janusz PAWLISZYN. Thin-film microextraction offers another geometry for solid-phase microextraction. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* [online]. 2012, **39**, 245–253 [vid. 2017-08-08]. ISSN 01659936. Dostupné z: doi:10.1016/j.trac.2012.07.005
- [80] BOYACI, Ezel, Krzysztof GORYŃSKI, C. Ricardo VITERI, et al. A study of thin film solid phase microextraction methods for analysis of fluorinated benzoic acids in seawater. *Journal of Chromatography A* [online]. 2016, **1436**, 51–58. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2016.01.071
- [81] HUANG, Jing, Hongtao DENG, Dandan SONG, et al. Electrospun polystyrene/graphene nanofiber film as a novel adsorbent of thin film microextraction for extraction of aldehydes in human exhaled breath condensates. *Analytica Chimica Acta* [online]. 2015, **878**, 102–108. ISSN 00032670. Dostupné z: doi:10.1016/j.aca.2015.03.053
- [82] HORÁK, TOMÁŠ, JIŘÍ ČULÍK, MARIE JURKOVÁ, et al. Possibilities of utilization of modern sample preparation methods for gas chromatographic analyses in beverage and namely brewing analytics. Part III. - Solid-phase microextraction and stir bar sorptive extraction in fatty acids analysis in beer. *Kvasny Prumysl* [online]. 2010, **56**(11), 418–422 [vid. 2017-01-05]. ISSN 00235830. Dostupné z: doi:10.18832/kp2010042
- [83] PSILLAKIS, E a N KALOGERAKIS. Developments in single-drop microextraction. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* [online]. 2002, **21**(1), 54–64. ISSN 01659936.

- Dostupné z: doi:10.1016/S0165-9936(01)00126-1
- [84] XU, Li, Chanbasha BASHEER a Hian Kee LEE. Developments in single-drop microextraction. *Journal of Chromatography A* [online]. 2007, **1152**(1), 184–192. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2006.10.073
- [85] CABALEIRO, N, I DE LA CALLE, C BENDICHO, et al. Current trends in liquid–liquid and solid–liquid extraction for cosmetic analysis: a review [online]. nedatováno. Dostupné z: doi:10.1039/c2ay25830g
- [86] NOGUEIRA, José Manuel Florêncio. Stir-bar sorptive extraction: 15 years making sample preparation more environment-friendly. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* [online]. 2015, **71**, 214–223. ISSN 01659936. Dostupné z: doi:10.1016/j.trac.2015.05.002
- [87] GERSTEL. *GERSTEL Twister / Stir Bar Sorptive Extraction* [online]. [vid. 2017-01-30]. Dostupné z: <http://www.gerstel.com/en/twister-stir-bar-sorptive-extraction.htm>
- [88] RIDDELOVÁ, Kateřina. *Izolační a separační metody* [online]. nedatováno [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: [http://web.vscht.cz/~poustkaj/ISM Cz-5 LE_ASE_MASE_0907.pdf](http://web.vscht.cz/~poustkaj/ISM_Cz-5_LE_ASE_MASE_0907.pdf)
- [89] THURMAN, E. M. (Earl Michael) a M. S. MILLS. *Solid-phase extraction : principles and practice*. B.m.: Wiley, 1998. ISBN 047161422X.
- [90] LABICOM. *Membránové a SPEC disky, Captiva - Labicom* [online]. [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: <https://www.labicom.cz/produkty/spotrebni-material/priprava-vzorku-prislusenstvi/spe-solid-phase-extraction/membranove-spec-disky-captiva>
- [91] LUCCI, Paolo, Deborah PACETTI, Oscar NUNEZ, et al. Current Trends in Sample Treatment Techniques for Environmental and Food Analysis. In: *Chromatography - The Most Versatile Method of Chemical Analysis* [online]. B.m.: InTech, 2012 [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: doi:10.5772/47736
- [92] ŠTĚRBA, Karel, Pavel DOSTÁLEK a Marcel KARABÍN. MODERNÍ POSTUPY VYUŽÍVANÉ PŘI PŘÍPRAVĚ VZORKŮ PRO STANOVENÍ ALKOHOLŮ, ESTERŮ A KYSELIN V PIVU. *Chem. Listy*. 2011, **105**, 603–610.
- [93] HOLČAPEK, Michal. *Spojení MS a separačních technik* [online]. 2016 [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: http://holcapek.upce.cz/teaching/06_Spojeni_MS_separace.pdf
- [94] CRASTO, Anthony Melvin. *ORGANIC SPECTROSCOPY INTERNATIONAL: Gas Chromatography - Mass Spectrometry (GC-MS)* [online]. [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: <https://orgspectroscopyint.blogspot.cz/2014/11/gas-chromatography-mass-spectrometry-gc.html>

- [95] SHI, Xianzhe, Shuangyuan WANG, Qin YANG, et al. Comprehensive two-dimensional chromatography for analyzing complex samples: recent new advances. *Anal. Methods* [online]. 2014, **6**(18), 7112–7123. Dostupné z: doi:10.1039/C4AY01055H
- [96] KLEE, Matthew S. a Leonid M. BLUMBERG. Measurement of retention in comprehensive two-dimensional gas chromatography using flow modulation with methane dopant. *Journal of Chromatography A* [online]. 2010, **1217**(11), 1830–1837. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2010.01.027
- [97] MEINERT, Cornelia a Uwe J. MEIERHENRICH. A New Dimension in Separation Science: Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography. *Angewandte Chemie International Edition* [online]. 2012, **51**(42), 10460–10470 [vid. 2017-01-05]. ISSN 14337851. Dostupné z: doi:10.1002/anie.201200842
- [98] RAMOS, Lourdes. *Comprehensive two dimensional gas chromatography*. B.m.: Elsevier, 2009. ISBN 9780444532374.
- [99] SCHOMBURG, Gerhard. Two-dimensional gas chromatography: Principles, instrumentation, methods. *Journal of Chromatography A* [online]. 1995, **703**(1), 309–325. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/0021-9673(95)00190-X
- [100] MARRIOTT, Philip. *A Tutorial and Introduction Technology of multidimensional gas chromatography (MDGC) and comprehensive two-dimensional gas chromatography (GC×GC)* [online]. 2014 [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: http://www.monash.edu/__data/assets/pdf_file/0007/68218/tutorial-intro.pdf
- [101] TRANCHIDA, Peter Q., Danilo SCIARRONE, Paola DUGO, et al. Heart-cutting multidimensional gas chromatography: A review of recent evolution, applications, and future prospects. *Analytica Chimica Acta* [online]. 2012, **716**, 66–75. ISSN 00032670. Dostupné z: doi:10.1016/j.aca.2011.12.015
- [102] DUNN, Michael, Robert SHELLIE, Paul MORRISON, et al. Rapid sequential heart-cut multidimensional gas chromatographic analysis. *Journal of Chromatography A* [online]. 2004, **1056**(1), 163–169. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2004.05.048
- [103] MURRAY, Jacolin A. Qualitative and quantitative approaches in comprehensive two-dimensional gas chromatography. *Journal of Chromatography A* [online]. 2012, **1261**, 58–68. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2012.05.012
- [104] BLUMBERG, Leonid M., Frank DAVID, Matthew S. KLEE, et al. Comparison of one-dimensional and comprehensive two-dimensional separations by gas

- chromatography. *Journal of Chromatography A* [online]. 2008, **1188**(1), 2–16. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2008.02.044
- [105] GÓRECKI, Tadeusz, James HARYNUK a Ognjen PANIĆ. The evolution of comprehensive two-dimensional gas chromatography (GC×GC). *Journal of Separation Science* [online]. 2004, **27**(5–6), 359–379 [vid. 2017-01-05]. ISSN 1615-9306. Dostupné z: doi:10.1002/jssc.200301650
- [106] CORTES, Hernan J., Bill WINNIFORD, Jim LUONG, et al. Comprehensive two dimensional gas chromatography review. *Journal of Separation Science* [online]. 2009, **32**(5–6), 883–904 [vid. 2017-01-05]. ISSN 16159306. Dostupné z: doi:10.1002/jssc.200800654
- [107] HARVEY, Paul McA. a Robert A. SHELLIE. Factors affecting peak shape in comprehensive two-dimensional gas chromatography with non-focusing modulation. *Journal of Chromatography A* [online]. 2011, **1218**(21), 3153–3158. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2010.08.029
- [108] LIU, Z. a J. B. PHILLIPS. Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography using an On-Column Thermal Modulator Interface. *Journal of Chromatographic Science* [online]. 1991, **29**(6), 227–231 [vid. 2017-01-05]. ISSN 0021-9665. Dostupné z: doi:10.1093/chromsci/29.6.227
- [109] VENDEUVRE, Colombe, Rosario RUIZ-GUERRERO, Fabrice BERTONCINI, et al. Characterisation of middle-distillates by comprehensive two-dimensional gas chromatography (GC×GC): A powerful alternative for performing various standard analysis of middle-distillates. *Journal of Chromatography A* [online]. 2005, **1086**(1), 21–28. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2005.05.106
- [110] ADAHCHOUR, Mohamed, Leo L.P VAN STEE, Jan BEENS, et al. Comprehensive two-dimensional gas chromatography with time-of-flight mass spectrometric detection for the trace analysis of flavour compounds in food. *Journal of Chromatography A* [online]. 2003, **1019**(1), 157–172. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/S0021-9673(03)01131-2
- [111] ROBINSON, Anthony L., Paul K. BOSS, Hildegard HEYMANN, et al. Development of a sensitive non-targeted method for characterizing the wine volatile profile using headspace solid-phase microextraction comprehensive two-dimensional gas chromatography time-of-flight mass spectrometry. *Journal of Chromatography A* [online]. 2011, **1218**(3), 504–517. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2010.11.008

- [112] ZHANG, Lei, Zhongda ZENG, Chunxia ZHAO, et al. A comparative study of volatile components in green, oolong and black teas by using comprehensive two-dimensional gas chromatography–time-of-flight mass spectrometry and multivariate data analysis. *Journal of Chromatography A* [online]. 2013, **1313**, 245–252 [vid. 2017-01-05]. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2013.06.022
- [113] TRANCHIDA, Peter Quinto, Paola DUGO, Giovanni DUGO, et al. Comprehensive two-dimensional chromatography in food analysis. *Journal of Chromatography A* [online]. 2004, **1054**(1), 3–16. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2004.07.095
- [114] SHELLIE, Robert A. Chapter 9 Volatile Components of Plants, Essential Oils, and Fragrances. *Comprehensive Analytical Chemistry* [online]. 2009, **55**, 189–213. ISSN 0166526X. Dostupné z: doi:10.1016/S0166-526X(09)05509-3
- [115] SNYDER, Laura R., Jamin C. HOGGARD, Thomas J. MONTINE, et al. Development and application of a comprehensive two-dimensional gas chromatography with time-of-flight mass spectrometry method for the analysis of l-β-methylamino-alanine in human tissue. *Journal of Chromatography A* [online]. 2010, **1217**(27), 4639–4647. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2010.04.065
- [116] LI, Xiang, Zhiliang XU, Xin LU, et al. Comprehensive two-dimensional gas chromatography/time-of-flight mass spectrometry for metabonomics: Biomarker discovery for diabetes mellitus. *Analytica Chimica Acta* [online]. 2009, **633**(2), 257–262. ISSN 00032670. Dostupné z: doi:10.1016/j.aca.2008.11.058
- [117] OCHIAI, Nobuo, Teruyo IEDA, Kikuo SASAMOTO, et al. Stir bar sorptive extraction and comprehensive two-dimensional gas chromatography coupled to high-resolution time-of-flight mass spectrometry for ultra-trace analysis of organochlorine pesticides in river water. *Journal of Chromatography A* [online]. 2011, **1218**(39), 6851–6860. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2011.08.027
- [118] MATAMOROS, Víctor, Eric JOVER a Josep M. BAYONA. Part-per-Trillion Determination of Pharmaceuticals, Pesticides, and Related Organic Contaminants in River Water by Solid-Phase Extraction Followed by Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography Time-of-Flight Mass Spectrometry. *Analytical Chemistry* [online]. 2010, **82**(2), 699–706 [vid. 2017-01-05]. ISSN 0003-2700. Dostupné z: doi:10.1021/ac902340e
- [119] FUSHIMI, Akihiro, Shunji HASHIMOTO, Teruyo IEDA, et al. Thermal desorption – comprehensive two-dimensional gas chromatography coupled with tandem mass

- spectrometry for determination of trace polycyclic aromatic hydrocarbons and their derivatives. *Journal of Chromatography A* [online]. 2012, **1252**, 164–170. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2012.06.068
- [120] GRÖGER, Thomas, Werner WELTHAGEN, Stefan MITSCHKE, et al. Application of comprehensive two-dimensional gas chromatography mass spectrometry and different types of data analysis for the investigation of cigarette particulate matter. *Journal of Separation Science* [online]. 2008, **31**(19), 3366–3374 [vid. 2017-01-05]. ISSN 16159306. Dostupné z: doi:10.1002/jssc.200800340
- [121] FRYSINGER, Glenn S a Richard B GAINES. Forensic analysis of ignitable liquids in fire debris by comprehensive two-dimensional gas chromatography. *Journal of forensic sciences* [online]. 2002, **47**(3), 471–82 [vid. 2017-01-05]. ISSN 0022-1198. Dostupné z: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12051325>
- [122] SILVA, Raphael S.F., HÉLEN G.M. AGUIAR, Mário D. RANGEL, et al. Comprehensive two-dimensional gas chromatography with time of flight mass spectrometry applied to biomarker analysis of oils from Colombia. *Fuel* [online]. 2011, **90**(8), 2694–2699. ISSN 00162361. Dostupné z: doi:10.1016/j.fuel.2011.04.026
- [123] MITREVSKI, Blagoj, Biljana VELESKA, Erwan ENGEL, et al. Chemical signature of ecstasy volatiles by comprehensive two-dimensional gas chromatography. *Forensic Science International* [online]. 2011, **209**(1), 11–20. ISSN 03790738. Dostupné z: doi:10.1016/j.forsciint.2010.11.008
- [124] OCHIAI, Nobuo, Teruyo IEDA, Kikuo SASAMOTO, et al. Comprehensive two-dimensional gas chromatography coupled to high-resolution time-of-flight mass spectrometry and simultaneous nitrogen phosphorous and mass spectrometric detection for characterization of nanoparticles in roadside atmosphere. *Journal of Chromatography A* [online]. 2007, **1150**(1), 13–20. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2007.02.001
- [125] GÓRECKI, Tadeusz, Ognjen PANIĆ a Nathan OLDRIDGE. Recent Advances in Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography (GC×GC). *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies* [online]. 2006, **29**(7–8), 1077–1104 [vid. 2017-01-05]. ISSN 1082-6076. Dostupné z: doi:10.1080/10826070600574762
- [126] CHIN, Sung-Tong, Ze-Ying WU, Paul Douglas MORRISON, et al. Observations on comprehensive two dimensional gas chromatography coupled with flame photometric detection for sulfur- and phosphorus-containing compounds. *Analytical Methods* [online]. 2010, **2**(3), 243 [vid. 2017-01-05]. ISSN 1759-9660. Dostupné

z: doi:10.1039/b9ay00143c

- [127] VAN STEE, Leo L.P, Jan BEENS, René J.J VREULS, et al. Comprehensive two-dimensional gas chromatography with atomic emission detection and correlation with mass spectrometric detection: principles and application in petrochemical analysis. *Journal of Chromatography A* [online]. 2003, **1019**(1), 89–99. ISSN 00219673. Dostupné z: doi:10.1016/S0021-9673(03)01301-3
- [128] DELAHUNTY, Conor M., Graham EYRES a Jean-Pierre DUFOUR. Gas chromatography-olfactometry. *Journal of Separation Science* [online]. 2006, **29**(14), 2107–2125 [vid. 2017-01-05]. ISSN 1615-9306. Dostupné z: doi:10.1002/jssc.200500509
- [129] TAYLOR, A. J. (Andrew John) a Robert S. T. LINFORTH. *Food flavour technology*. B.m.: Blackwell, 2010. ISBN 9781405185431.
- [130] D', Barbara, Acampora ZELLNER, Paola DUGO, et al. Gas chromatography-olfactometry in food flavour analysis. *Journal of Chromatography A* [online]. 2008, **1186**, 123–143 [vid. 2017-01-05]. Dostupné z: doi:10.1016/j.chroma.2007.09.006
- [131] FRIEDRICH, Jane E., Terry E. ACREE a Edward H. LAVIN. Selecting Standards for Gas Chromatography-Olfactometry. In: [online]. 2001 [vid. 2017-01-09], s. 148–155. Dostupné z: doi:10.1021/bk-2001-0782.ch013
- [132] GL SCIENCES. *Olfactory Detection Port for GC or GC-MS* [online]. [vid. 2017-01-09]. Dostupné z: <http://www.glsciences.eu/sniffer/gc-o.pdf>
- [133] JELÍNKOVÁ, Monika. *Stanovení vonných látek rostlinného původu v potravinách* [online]. B.m., 2009 [vid. 2017-01-10]. VUT Brno. Dostupné z: <https://dspace.vutbr.cz/bitstream/handle/11012/11784/DP.pdf?sequence=1>
- [134] PLUTOWSKA, Beata a Waldemar WARDENCKI. Application of gas chromatography-olfactometry (GC-O) in analysis and quality assessment of alcoholic beverages – A review. *Food Chemistry* [online]. 2008, **107**(1), 449–463. ISSN 03088146. Dostupné z: doi:10.1016/j.foodchem.2007.08.058
- [135] CURIONI, P.M.G. a J.O. BOSSET. Key odorants in various cheese types as determined by gas chromatography-olfactometry. *International Dairy Journal* [online]. 2002, **12**(12), 959–984. ISSN 09586946. Dostupné z: doi:10.1016/S0958-6946(02)00124-3
- [136] SASAKI, Tetsuya, Erina KOSHI, Harumi TAKE, et al. Characterisation of odorants in roasted stem tea using gas chromatography-mass spectrometry and gas chromatography-olfactometry analysis. *Food Chemistry* [online]. 2017, **220**, 177–183.

ISSN 03088146. Dostupné z: doi:10.1016/j.foodchem.2016.09.208

- [137] ZHU, Yin, Hai-Peng LV, Wei-Dong DAI, et al. Separation of aroma components in Xihu Longjing tea using simultaneous distillation extraction with comprehensive two-dimensional gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry. *Separation and Purification Technology* [online]. 2016, **164**, 146–154. ISSN 13835866. Dostupné z: doi:10.1016/j.seppur.2016.03.028
- [138] GARDNER, Julian W a Philip N BARTLETT. A brief history of electronic noses*. *Sensors and Actuators B*. 1994, 18–19.
- [139] SCHALLER, Emmanuelle, Jacques O. BOSSET a Felix ESCHER. ‘Electronic Noses’ and Their Application to Food. *LWT - Food Science and Technology* [online]. 1998, **31**(4), 305–316. ISSN 00236438. Dostupné z: doi:10.1006/fstl.1998.0376
- [140] O.K.SERVIS BIOPRO. *Elektronický nos, elektronický jazyk | O.K. SERVIS BioPro s.r.o.* [online]. [vid. 2017-01-10]. Dostupné z: <http://www.biopro.cz/pristroje/elektronicky-nos-elektronicky-jazyk/>
- [141] ALPHA M.O.S. *HERACLES electronic nose, instrument for sensory analysis*. [online]. [vid. 2017-01-10]. Dostupné z: <http://www.alpha-mos.com/analytical-instruments/heracles-electronic-nose.php>
- [142] PERIS, Miguel a Laura ESCUDER-GILABERT. A 21st century technique for food control: Electronic noses. *Analytica Chimica Acta* [online]. 2009, **638**(1), 1–15. ISSN 00032670. Dostupné z: doi:10.1016/j.aca.2009.02.009
- [143] DI NATALE, Corrado, Fabrizio A.M. DAVIDE, Arnaldo D’AMICO, et al. An electronic nose for the recognition of the vineyard of a red wine. *Sensors and Actuators B: Chemical* [online]. 1996, **33**(1), 83–88. ISSN 09254005. Dostupné z: doi:10.1016/0925-4005(96)01918-1
- [144] KLIMEŠOVÁ E a TOŠENOVSKÝ J. VYUŽITÍ METODY PLÁNOVÁNÍ EXPERIMENTŮ PŘI OPTIMALIZACI ANALYTICKÉ METODY STANOVENÍ ADSORBOVATELNÝCH ORGANICKY VÁZANÝCH HALOGENŮ COULOMETRICKY. 2011.
- [145] TOŠENOVSKÝ, Josef. *Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava PLÁNOVÁNÍ EXPERIMENTŮ učební text* [online]. 2012 [vid. 2017-01-23]. Dostupné z: http://www.person.vsb.cz/archivcd/FMMI/DOE/Planovani_experimentu.pdf
- [146] ŠTRAUSOVÁ, Klára a Petr DOLEJŠ. *Využití faktorového plánu experimentů při poloprovozním měření a v předprojektové přípravě* [online]. nedatováno [vid. 2017-01-23]. Dostupné z: <http://www.smv.cz/res/archive/051/005751.pdf?seek=1429083268>

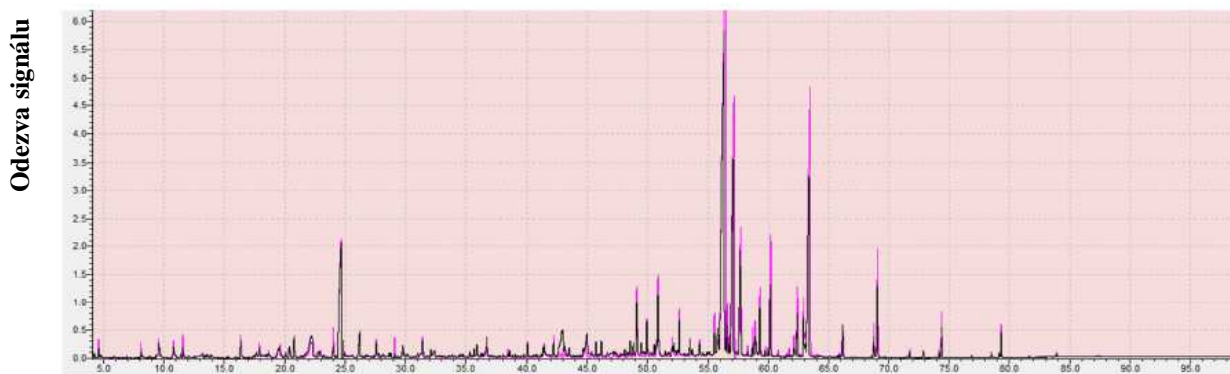
- [147] ŠTRAUSOVÁ, Klára a Petr DOLEJŠ. FAKTOROVÉ PLÁNOVÁNÍ A HODNOCENÍ EXPERIMENTŮ PŘI ÚPRAVĚ VODY. *Sborník konference Pitná voda* [online]. 2010, 6 [vid. 2017-01-23]. Dostupné z: http://www.wet-team.cz/files/konference/2010/PV2010_sbornik/17-Strausova.pdf
- [148] HOLÍK, Miroslav. Optimalizace analytických postupů pomocí Plackettova-Burmanova plánu. *Chem. Listy*. 2004, **98**(2), 92–97.
- [149] BRERETON, Richard G. *Applied chemometrics for scientists*. B.m.: John Wiley & Sons, 2007. ISBN 9780470016862.
- [150] MELOUN, Milan a Jiří MILITKÝ. *Statistická analýza experimentálních dat*. 2. vydání. B.m.: Praha: Academia, 2004.
- [151] ESBENSEN, K.H. a P. GELADI. 2.13 – Principal Component Analysis: Concept, Geometrical Interpretation, Mathematical Background, Algorithms, History, Practice. In: *Comprehensive Chemometrics* [online]. 2009, s. 211–226. ISBN 9780444527011. Dostupné z: doi:10.1016/B978-044452701-1.00043-0
- [152] DE SOUZA GOMES, Marcos, Maria DAS GRAÇAS CARDOSO, Paulo ESTEVÃO DE SOUZA, et al. Multivariate analysis of the essential oil components of the genus Citrus and their antifungal activity Análise multivariada dos componentes dos óleos essenciais do gênero Citrus e sua atividade antifúngica. 2013, **41**(2), 111–121. ISSN 1984-5529.
- [153] MELOUN, Milan. *Faktorová analýza* [online]. nedatováno [vid. 2017-01-19]. Dostupné z: <https://meloun.upce.cz/docs/research/chemometrics/methodology/4dmetody.pdf>
- [154] LEGENDRE, Pierre, Louis. LEGENDRE a Louis. LEGENDRE. *Numerical ecology*. B.m.: Elsevier, 1998. ISBN 9780444892492.
- [155] DE TOLEDO, Paulo R.A.B., Marcelo M.R. DE MELO, Helena R. PEZZA, et al. Discriminant analysis for unveiling the origin of roasted coffee samples: A tool for quality control of coffee related products. *Food Control* [online]. 2017, **73**, 164–174. ISSN 09567135. Dostupné z: doi:10.1016/j.foodcont.2016.08.001
- [156] RUSSO, Mariateresa, Guido C GALLETI, Paola BOCCHINI, et al. Essential Oil Chemical Composition of Wild Populations of Italian Oregano Spice (*Origanum vulgare* ssp. *hirtum* (Link) Ietswaart): A Preliminary Evaluation of Their Use in Chemotaxonomy by Cluster Analysis. 1. Inflorescences. nedatováno.
- [157] ZELLNER, Barbara d'Acampora, Carlo BICCHI, Paola DUGO, et al. Linear retention indices in gas chromatographic analysis: a review. *Flavour and Fragrance Journal*

- [online]. 2008, **23**(5), 297–314 [vid. 2017-08-15]. ISSN 08825734. Dostupné z: doi:10.1002/ffj.1887
- [158] CARASEK, Eduardo a Janusz PAWLISZYN*. Screening of Tropical Fruit Volatile Compounds Using Solid-Phase Microextraction (SPME) Fibers and Internally Cooled SPME Fiber. *J. Agric. Food Chem.* [online]. 2006, **54**, 8688–8696. Dostupné z: doi:10.1021/JF0613942
- [159] JOHN C. LEFFINGWELL. *Rose (Rosa damascena)* [online]. 2000 [vid. 2017-03-20]. Dostupné z: <http://www.leffingwell.com/download/rose.pdf>
- [160] COMPOUND INTEREST. *The Chemical Compounds Behind the Smell of Flowers* [online]. 2015 [vid. 2017-01-12]. Dostupné z: <http://www.compoundchem.com/2015/02/12/flowers/>
- [161] KAUL, V. K., Rajeev K. GUJRAL a Bikram SINGH. Volatile constituents of the essential oil of flowers of *Rosa brunonii* Lindl. *Flavour and Fragrance Journal* [online]. 1999, **14**(1), 9–11 [vid. 2017-01-12]. ISSN 0882-5734. Dostupné z: doi:10.1002/(SICI)1099-1026(199901/02)14:1<9::AID-FFJ761>3.0.CO;2-C
- [162] SHALIT, M., Inna GUTERMAN, Hanne VOLPIN, et al. Volatile Ester Formation in Roses. Identification of an Acetyl-Coenzyme A. Geraniol/Citronellol Acetyltransferase in Developing Rose Petals. *PLANT PHYSIOLOGY* [online]. 2003, **131**(4), 1868–1876 [vid. 2017-01-12]. ISSN 00320889. Dostupné z: doi:10.1104/pp.102.018572
- [163] KNUDSEN, JETTE T. a LARS TOLLSTEN. Trends in floral scent chemistry in pollination syndromes: floral scent composition in moth-pollinated taxa. *Botanical Journal of the Linnean Society* [online]. 1993, **113**(3), 263–284 [vid. 2017-08-20]. ISSN 00244074. Dostupné z: doi:10.1111/j.1095-8339.1993.tb00340.x
- [164] AULDRIDGE, Michele E, Donald R MCCARTY a Harry J KLEE. Plant carotenoid cleavage oxygenases and their apocarotenoid products. *Current opinion in plant biology* [online]. 2006, **9**(3), 315–21 [vid. 2017-01-12]. ISSN 1369-5266. Dostupné z: doi:10.1016/j.pbi.2006.03.005
- [165] SELL, Charles. Perfumery materials of natural origin. In: [online]. 2006 [vid. 2017-01-12], s. 24–51. Dostupné z: doi:10.1039/9781847555342-00024
- [166] JIROVETZ, Leopold, Gerhard BUCHBAUER, Albena STOYANOVA, et al. Solid phase microextraction/gas chromatographic and olfactory analysis of the scent and ?xative properties of the essential oil of *Rosa damascena* L. from China. *Flavour and Fragrance Journal* [online]. 2005, **20**(1), 7–12 [vid. 2017-01-12]. ISSN 0882-5734. Dostupné z: doi:10.1002/ffj.1375

- [167] MACIĄG, A. a D. KALEMBA. Composition of rugosa rose (*Rosa rugosa* thunb.) hydrolate according to the time of distillation. *Phytochemistry Letters* [online]. 2015, **11**(11), 373–377 [vid. 2017-01-12]. ISSN 18743900. Dostupné z: doi:10.1016/j.phytol.2014.10.024
- [168] BRZOZOWSKI, Robert, Wincenty SKUPIŃSKI, Michal H JAMRÓZ, et al. Isolation and identification of diisopropylnaphthalene isomers in the alkylation products of naphthalene. *Journal of chromatography. A* [online]. 2002, **946**(1–2), 221–7 [vid. 2017-01-12]. ISSN 0021-9673. Dostupné z: doi:10.1016/S0021-9673(01)01571-0
- [169] MONDELLO, Luigi, Alessandro CASILLI, Peter Quinto TRANCHIDA, et al. Comprehensive gas chromatography coupled to mass spectrometry for the separation of pesticides in a very complex matrix. *Analytical and Bioanalytical Chemistry* [online]. 2007, **389**(6), 1755–1763 [vid. 2017-01-12]. ISSN 1618-2642. Dostupné z: doi:10.1007/s00216-007-1412-y
- [170] TEŠEVIĆ, Vele, Ninoslav NIKIĆEVIĆ, Anka JOVANOVIĆ, et al. Volatile Components from Old Plum Brandies. *Food Technol. Biotechnol* [online]. 2005, **43**(4), 367–372 [vid. 2017-04-10]. Dostupné z: <http://www.ftb.com.hr/images/pdfarticles/2005/October-December/43-367.pdf>
- [171] MIHAJLOV-KRSTEV, Tatjana M, Marija S DENIĆ, Bojan K ZLATKOVIĆ, et al. Inferring the origin of rare fruit distillates from compositional data using multivariate statistical analyses and the identification of new flavour constituents. *Journal of the Science of Food and Agriculture* [online]. 2015, **95**(6), 1217–1235 [vid. 2017-04-10]. ISSN 00225142. Dostupné z: doi:10.1002/jsfa.6810
- [172] NIKIĆEVIĆ, Ninoslav, Milovan VELIČKOVIĆ, Milka JADRANIN, et al. The effects of the cherry variety on the chemical and sensorial characteristics of cherry brandy. *J. Serb. Chem. Soc* [online]. 2011, **7655151**(663), 1219–12283 [vid. 2017-04-10]. Dostupné z: doi:10.2298/JSC101201109N
- [173] VELÍŠEK, Jan. *Chemie potravin 3*. Tábor: OSSIS, 1999. ISBN 80-902391-5-3.
- [174] HAISMAN, DR a DJ KNIGHT. The enzymic hydrolysis of amygdalin. *Biochemical Journal* [online]. 1967, **103**(2) [vid. 2017-04-12]. Dostupné z: <http://www.biochemj.org/content/103/2/528>
- [175] BELITZ, H.-D. (Hans-Dieter), W. (Werner) GROSCH a Peter. SCHIEBERLE. *Food Chemistry*. B.m.: Springer-Verlag, 2009. ISBN 9783540699347.
- [176] MONTERO-PRADO, Pablo, Karim BENTAYEB a Cristina NERÍN. Pattern recognition of peach cultivars (*Prunus persica* L.) from their volatile components. *Food*

- Chemistry* [online]. 2013, **138**(1), 724–731 [vid. 2017-04-20]. ISSN 03088146. Dostupné z: doi:10.1016/j.foodchem.2012.10.145
- [177] AUBERT, Christophe, Philippe BONY, Guillaume CHALOT, et al. Changes in physicochemical characteristics and volatile compounds of apricot (*Prunus armeniaca* L. cv. Bergeron) during storage and post-harvest maturation. *Food Chemistry* [online]. 2010, **119**(4), 1386–1398 [vid. 2017-04-20]. ISSN 03088146. Dostupné z: doi:10.1016/j.foodchem.2009.09.018
- [178] WÖRNER, Martin a Peter SCHREIER. Flüchtige Inhaltsstoffe aus Tonkabohnen (*Dipteryx odorata* Willd.). *Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und -Forschung* [online]. 1991, **193**(1), 21–25 [vid. 2017-04-26]. Dostupné z: doi:10.1007/BF01192011
- [179] A. ANDRADE, Eloisa Helena, Maria das Graças B. ZOGHBI, Léa Maria M. CARREIRA, et al. Volatile Constituents of the Flowers of *Dipteryx odorata* (Aubl.) Willd. *Journal of Essential Oil Research* [online]. 2003, **15**(3), 211–212 [vid. 2017-04-26]. Dostupné z: doi:10.1080/10412905.2003.9712117

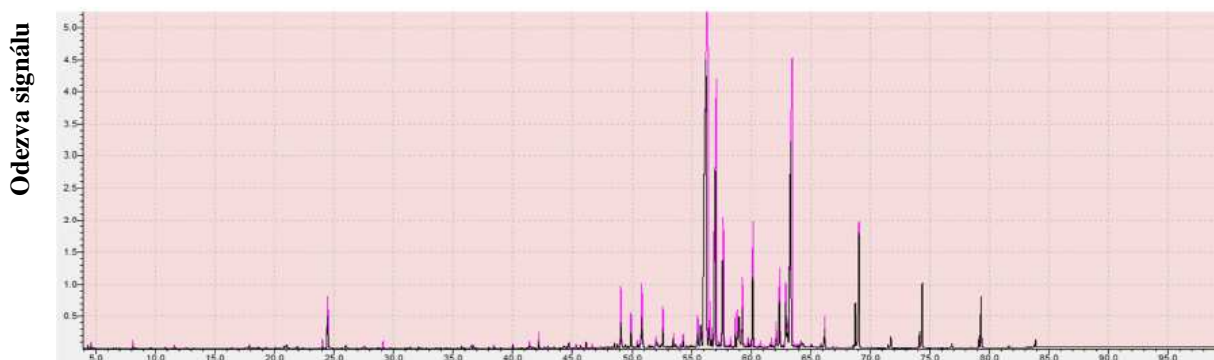
PŘÍLOHY



Ret. čas (min)

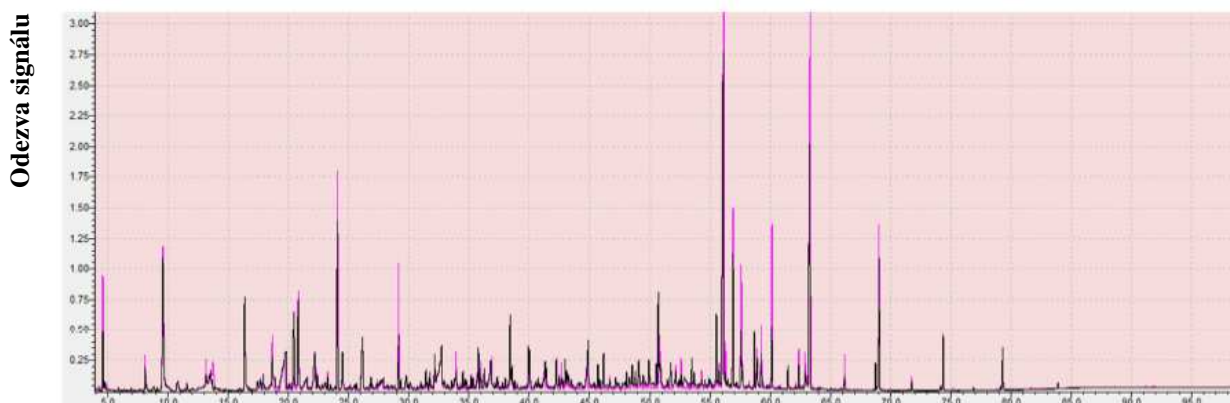
Podmínky analýzy: Teplotní program 40 °C (5 min), nárůst po 3 °C/min do 280 °C (15 min). Kolona SLB-5ms (30 m × 0,25 mm × 0,25 μm). Podmínky analýzy jsou u všech obrázku 1-11 stejné.

Obr. 1 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Mariyo* pro šedé vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).



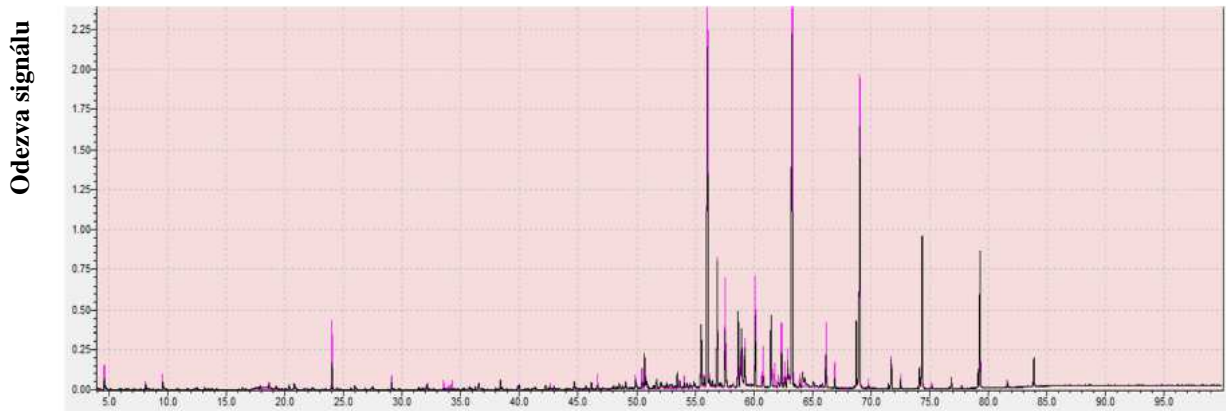
Ret. čas (min)

Obr. 2 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Mariyo* pro červené vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).



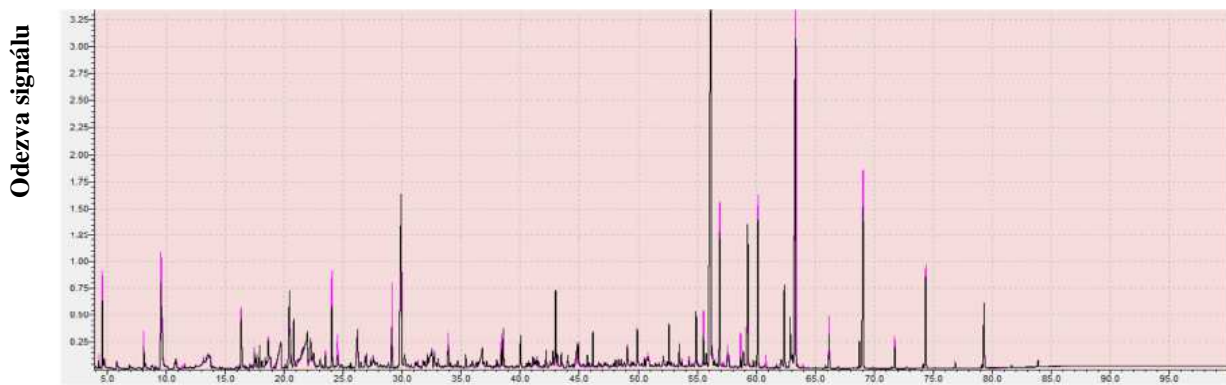
Ret. čas (min)

Obr. 3 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Rhodos* pro šedé vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).



Ret. čas (min)

Obr. 4 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Rhodos* pro červené vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).



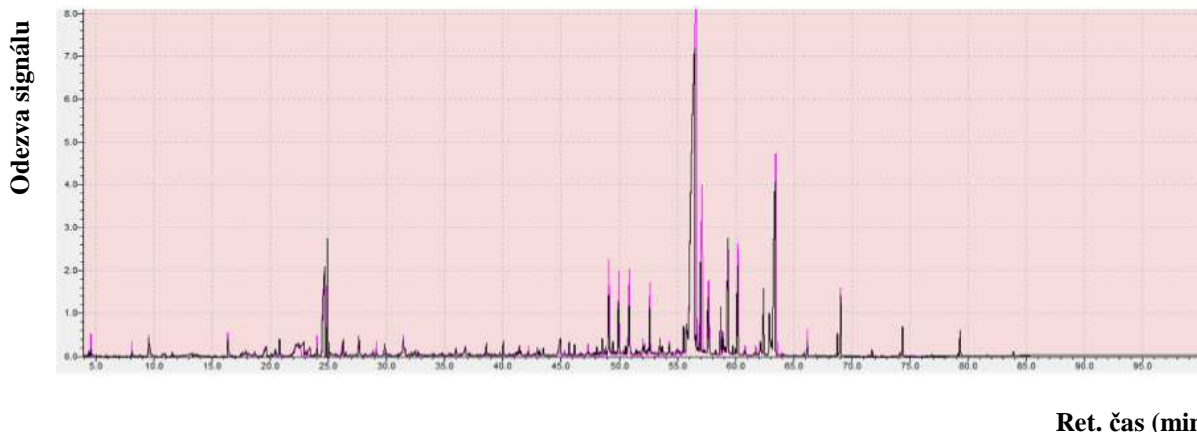
Ret. čas (min)

Obr. 5 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Sudoku* pro šedé vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).

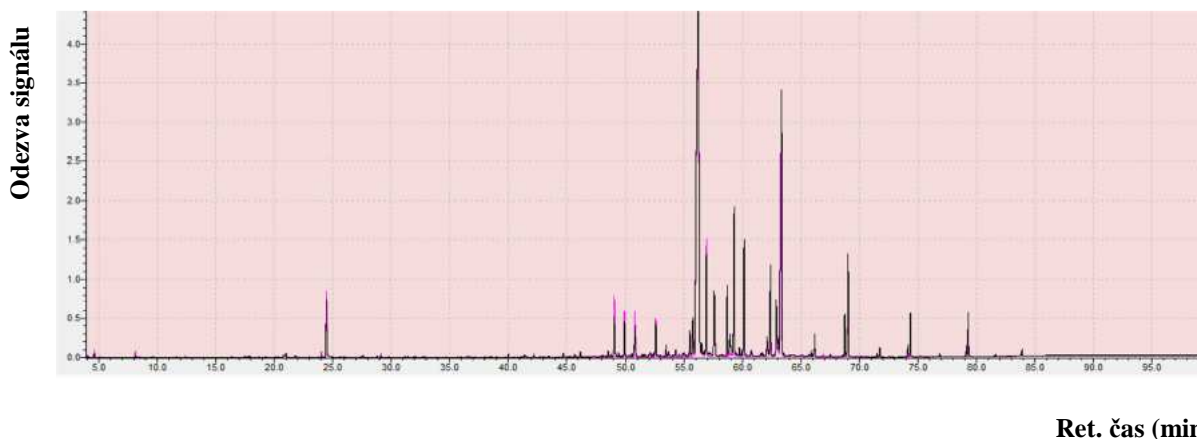


Ret. čas (min)

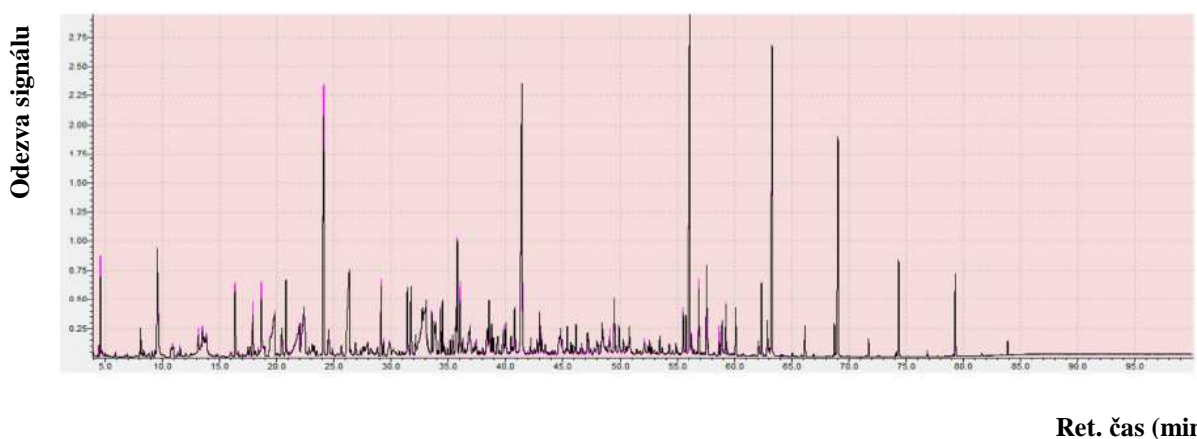
Obr. 6 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Sudoku* pro červené vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).



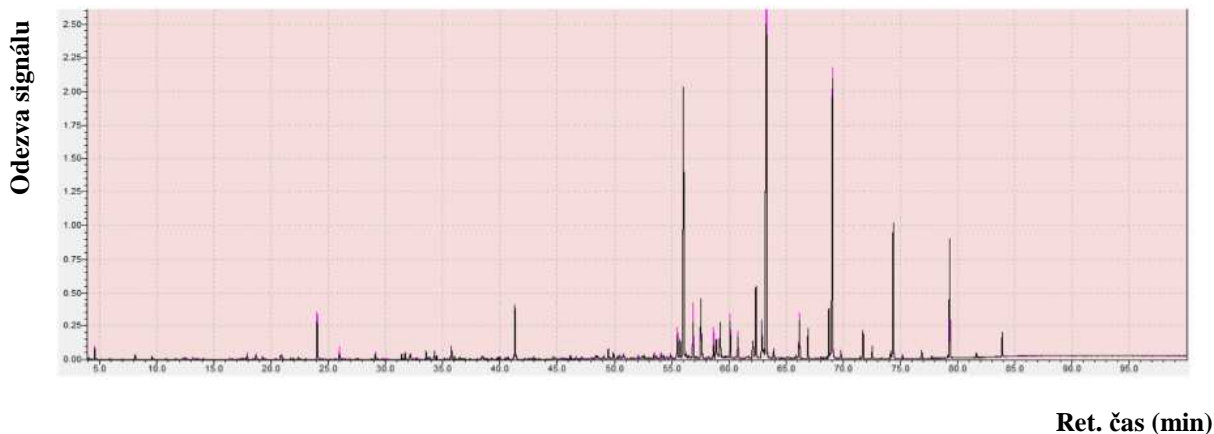
Obr. 7 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Tara* pro šedé vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).



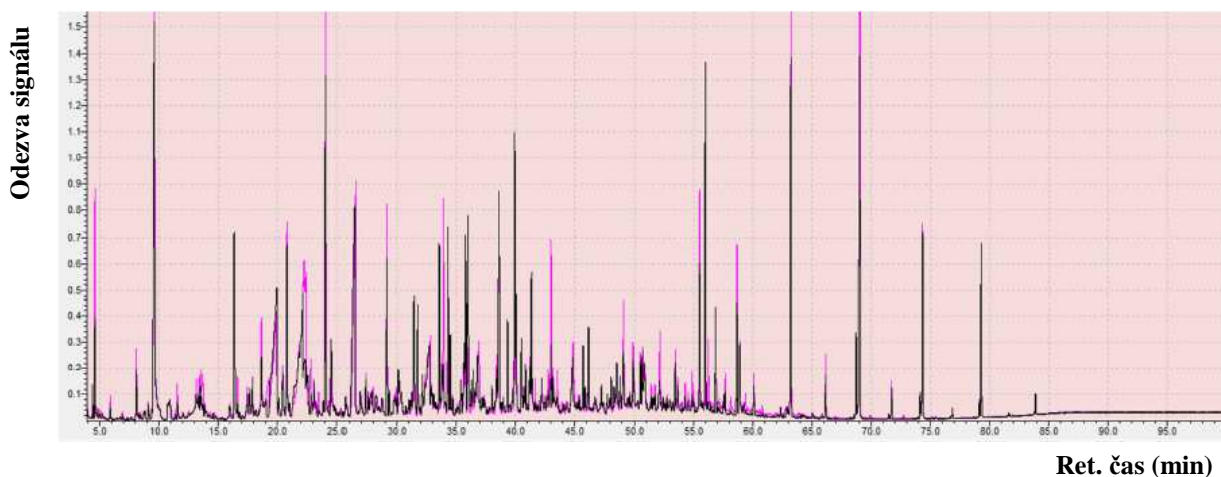
Obr. 8 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Tara* pro červené vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).



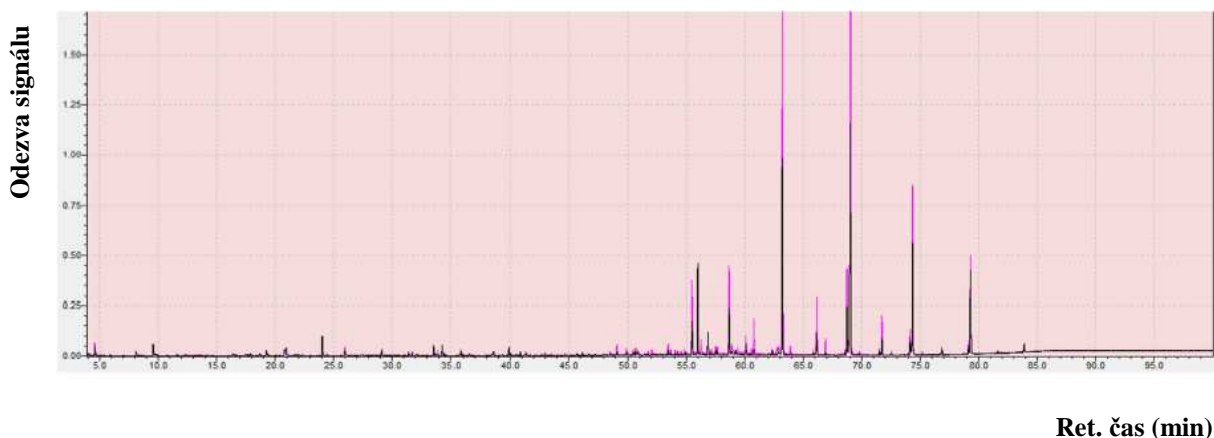
Obr. 9 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Tacazzi* pro šedé vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).



Obr. 10 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Tacazzi* pro červené vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).

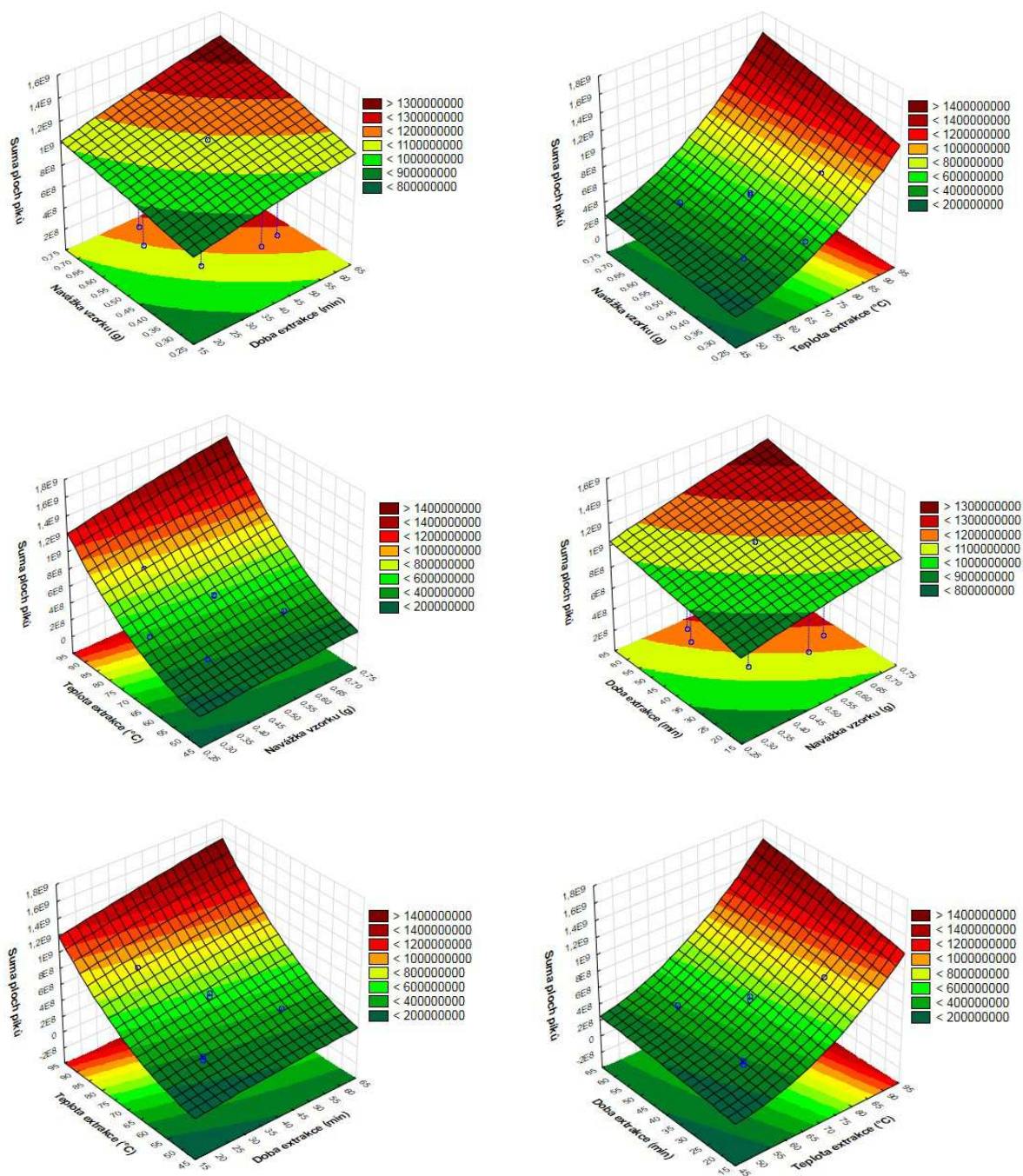


Obr. 11 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Deep Purple* pro šedé vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).



Obr. 12 GC-MS záznam extraktu vzorku *Rosa Deep Purple* pro červené vlákno. Mletý vzorek (černý záznam), drcený vzorek (růžový záznam).

Obr. 13 Grafické závislosti metody odezvě plochy pro DVB/CAR/PDMS vlákno



Tab. 1 Statistická významnost a analýza rozptylu kvadratického modelu pro DVB/CAR/PDMS vlákno. Vyhodnocení pomocí počtu detekovaných piků.

Faktor	ANOVA; R-kv.=,71749; Upr.:46323 3 fakt. , 1 bloky , 20 poku; MS reziduí =134,1868				
	SS	df	MS	F	p
(1)Extrakční čas (min)(L)	0,402	1	0,402	0,00299	0,957447
Extrakční čas (min)(K)	39,825	1	39,825	0,29679	0,597843
(2)Navážka vzorku (g)(L)	532,992	1	532,992	3,97201	0,074250
Navážka vzorku (g)(K)	24,625	1	24,625	0,18351	0,677454
(3)Extrakční teplota (°C)(L)	1787,615	1	1787,615	13,32183	0,004463
Extrakční teplota (°C)(K)	340,252	1	340,252	2,53566	0,142385
1L * 2L	4,500	1	4,500	0,03354	0,858358
1L * 3L	512,000	1	512,000	3,81558	0,079307
2L * 3L	200,000	1	200,000	1,49046	0,250149
Chyba	1341,868	10	134,187		
Celk. SS	4749,800	19			

Tab. 2 Statistická významnost a analýza rozptylu kvadratického modelu pro DVB/CAR/PDMS vlákno. Vyhodnocení pomocí celkové plochy piků.

Faktor	ANOVA; R-kv.=,96443; Upr.:,93243 3 fakt. , 1 bloky , 20 poku; MS reziduí =37265E11				
	SS	df	MS	F	p
(1)Extrakční čas (min)(L)	3,236118E+16	1	3,236118E+16	8,6842	0,014612
Extrakční čas (min)(K)	1,578839E+14	1	1,578839E+14	0,0424	0,841049
(2)Extrakční teplota (°C)(L)	9,130967E+17	1	9,130967E+17	245,0310	0,000000
Extrakční teplota (°C)(K)	3,606611E+16	1	3,606611E+16	9,6784	0,011042
(3)Navážka vzorku (g)(L)	2,311420E+16	1	2,311420E+16	6,2027	0,031961
Navážka vzorku (g)(K)	1,281953E+14	1	1,281953E+14	0,0344	0,856564
1L * 2L	1,738862E+15	1	1,738862E+15	0,4666	0,510059
1L * 3L	4,167003E+14	1	4,167003E+14	0,1118	0,744987
2L * 3L	2,122819E+15	1	2,122819E+15	0,5697	0,467796
Chyba	3,726455E+16	10	3,726455E+15		
Celk. SS	1,047771E+18	19			

Tab. 3 Statistická významnost a analýza rozptylu kvadratického modelu pro PDMS vlákno. Vyhodnocení pomocí počtu detekovaných píků.

Faktor	ANOVA; R-kv.=,63811; Upr.:31241 3 fakt. , 1 bloky , 20 poku; MS reziduí =193,2197				
	SS	df	MS	F	p
(1)Extrakční čas (min)(L)	88,656	1	88,656	0,45883	0,513535
Extrakční čas (min)(K)	86,164	1	86,164	0,44594	0,519385
(2)Extrakční teplota (°C)(L)	575,615	1	575,615	2,97907	0,115055
Extrakční teplota (°C)(K)	160,107	1	160,107	0,82863	0,384087
(3)Navážka vzorku (g)(L)	2,656	1	2,656	0,01374	0,908993
Navážka vzorku (g)(K)	17,650	1	17,650	0,09135	0,768665
1L * 2L	210,125	1	210,125	1,08749	0,321582
1L * 3L	2211,125	1	2211,125	11,44358	0,006969
2L * 3L	55,125	1	55,125	0,28530	0,604920
Chyba	1932,197	10	193,220		
Celk. SS	5339,200	19			

Tab. 4 Statistická významnost a analýza rozptylu kvadratického modelu pro DVB/CAR/PDMS vlákno. Vyhodnocení pomocí celkové plochy píků.

Faktor	ANOVA; R-kv.=,95965; Upr.:92333 3 fakt. , 1 bloky , 20 poku; MS reziduí =28876E11				
	SS	df	MS	F	p
(1)Extrakční čas (min)(L)	4,924892E+16	1	4,924892E+16	17,0554	0,002045
Extrakční čas (min)(K)	5,800399E+14	1	5,800399E+14	0,2009	0,663571
(2)Extrakční teplota (°C)(L)	5,705808E+17	1	5,705808E+17	197,5980	0,000000
Extrakční teplota (°C)(K)	4,071058E+16	1	4,071058E+16	14,0985	0,003754
(3)Navážka vzorku (g)(L)	7,727465E+15	1	7,727465E+15	2,6761	0,132909
Navážka vzorku (g)(K)	2,211510E+15	1	2,211510E+15	0,7659	0,402029
1L * 2L	1,174148E+16	1	1,174148E+16	4,0662	0,071398
1L * 3L	3,505282E+14	1	3,505282E+14	0,1214	0,734754
2L * 3L	3,516759E+15	1	3,516759E+15	1,2179	0,295623
Chyba	2,887583E+16	10	2,887583E+15		
Celk. SS	7,156219E+17	19			

Publikace v mezinárodních odborných časopisech s IF

Bajer, T., Bajerová, P., **Surmová, S.**, Kremr, D., Ventura, K., and Eisner, A.: Chemical profiling of volatile compounds of various home-made fruit spirits using head-space solid-phase microextraction. *J. Inst. Brew.*, 123: 105–112 (2017). *Doi*: 10.1002/jib.386.

Kremr D., Bajer T., Bajerová P., **Surmová S.**, Ventura K.: Unremitting problems with chlorogenic acid Nomenclature: A review. *Química Nova*, 39(4), 530-533 (2016). *Doi*: 10.5935/0100-4042.20160063

T. Bajer, **S. Surmová**, A. Eisner, K. Ventura, P. Bajerová: Use of hydrodistillation, supercritical fluid extraction and solid-phase microextraction for characterization of volatile profile of *Dipteryx odorata* (Aubl.) Willd., *Industrial Crops and Products* 119 (2018), 313-321. *Doi*: 10.1016/j.indcrop.2018.01.055

Publikace v recenzovaných odborných časopisech

A. Eisner, **S. Surmová**, T. Bajer, T. Kosová and K. Ventura: Analysis of volatile organic compounds in rose petals using head-space solid-phase microextraction coupled to gas chromatography-mass spectrometry. *Scientific Papers of the University of Pardubice, Series A*, 23 (2017).

Eisner A., **Surmová S.**, Adam M., Bajerová P., Bajer T., Čížková A., Kremr D., Ventura K.: Vodík jako alternative helia v plynové chromatografii s hmotnostní detekcí. *Chemagazín* 3 (XXIV), 2014.

Odborné stáže

Technická Univerzita Gdaňsk, Katedra Analytické chemie, Polsko, 2014, prof. Jacek Namieśnik, Ph. D., D.Sc., 5 týdnů.

Technická Univerzita Vídeň, Oddělení organické analýzy, Vídeň, Rakousko, 2015, Ao. Prof. Dr. Egon Erwin Rosenberg. AKTION Česká republika – Rakousko, 5 měsíců.

Přednášky prezentované na mezinárodních a domácích konferencích a seminářích

Surmová S., Eisner A., Čížková A., and Ventura K.: Analysis of perfumes by using multidimensional gas chromatography, 10th International Students Conference "Modern Analytical Chemistry" Charles University in Prague, Faculty of Science, Prague, Czech Republic (2014), September 22–23. Sborník str. 43, ISBN 978-80-7444-030-4.

Surmová S., Eisner A., Poláčková T., Ventura K.: Application of SPME-GC/MS for Identification of Volatile Organic Compounds in Roses. Young Investigator's Seminar on Analytical Chemistry, University of Łódź, Łódź, Poland (2015), June 30 – July 4. Sborník str. 57, ISBN 978-83-6125-44-8.

Surmová S., Bajer T., Bajerová P., Eisner A., Ventura K.: Application of different extraction methods to characterize the Tonka bean extract volatile profile. Young Investigator's Seminar on Analytical Chemistry, Ca' Foscari University of Venice, Venice, Italy (2017), June 28 – 30.

Surmová S., Eisner A., Ventura K.: Plynově chromatografická analýza komerčně dostupného růžového esenciálního oleje používaného pro přípravu parfémů, Ovčárna pod Pradědem, 8.-10. 4. 2015, Sborník – rozsah 6 stran, 978-80-7395-926-5.

Čížková A., Adam M., **Surmová S.**, Ventura K.: Kvalitativní analýza vzorků koření Oregano s využitím metody mikroextrakce tuhou fází, Ovčárna pod Pradědem, 8.-10. 4. 2015, Sborník – rozsah 7 stran, 978-80-7395-926-5.

Kašparová P., **Surmová S.**, Bajerová P., Eisner A.: Využití SFE pro izolaci silice z okvětních lístků růží. Studentská vědecká odborná činnost 2015/2016, Univerzita Pardubice, Pardubice 14. 6. 2016.

Surmová S., Wiśniewska P., Śliwińska M., Dymerski T., Wardencki W., Namieśnik J., Ventura K., Eisner A.: Application of Chemometrics Methods and Electronic Nose as a Simple and Fast Tool for the Classification of Different Types of Alcoholic Beverages. Studentská odborná konference Chemie je život 2015, Vysoké učení technické v Brně, Brno (2015). Sborník str. 295. ISBN 978-80-214-5290-6.

Čížková A., Adam M., **Surmová S.**, Ventura K.: Dispersive Liquid-Liquid Microextraction Method: Application to Essential Oils Analysis in Real Samples of Herbal Beverages. In Proceedings of the 10th International Students Conference Modern Analytical Chemistry. Univerzita Karlova. Přírodovědecká fakulta, Praha (2014). Sborník str. 53. ISBN 978-80-7444-030-4.

Čížková A., Adam M., **Surmová S.**, Ventura K.: Analysis of Essential Oils in Herbal Teas by means of Dispersive Liquid – Liquid Microextraction Method. Young Investigator's Seminar on Analytical Chemistry. Univerzita Pardubice, Pardubice (2014). Sborník str. 41. ISBN 978-80-7395-810-7.

Čížková A., Adam M., **Surmová S.**, Ventura K.: Optimalizace metody QuEChERS pro analýzu potravinářských barviv. Studentská vědecká konference. Ostravská univerzita v Ostravě, Ostrava (2014). Sborník str. 1-4. ISBN 978-80-7464-359-0.

Čížková A., Adam M., **Surmová S.**, Kremr D., Ventura K.: Analýza těkavých složek oregana s využitím metod mikroextrakce tuhou fází a mikrodestilace. Monitorování cizorodých látek v životním prostředí XVI., Univerzita Pardubice, Pardubice (2014). Sborník str. 19-24. ISBN 978-80-7395-821-3.

Plakátová sdělení prezentovaná na mezinárodních a domácích konferencích a seminářích

Surmová S., Eisner A., Ventura K.: Determination of Volatile Organic Compounds in Alcoholic Beverages, Food Analysis Congress, Barcelona, Spain (2014), October 29-30.

Surmová S., Eisner A., Adam M., Bajerová P., Bajer T. and Ventura K.; Qualitative analysis of compounds in commercial fragrance mixture of essential oils (Rose Josephine) for preparation of the perfume using gas chromatography-mass spectrometry, 9th International Conference on Instrumental Methods and Analysis, Modern Trends and Applications; Kalamata, Greece (2015), 20-24 September.

Bajer T., Bajerová P., **Surmová S.**, Eisner A., Ventura K.: Aroma Profiles of Fruit Spirits from Moravia, Czech Republic. 16th Österreichische chemietage, Innsbruck, Austria (2015), September 21-24.

Surmová S., Eisner A., Bajer T., Kašparová P., Ventura K.: Supercritical CO₂ Extraction of Volatiles from Rose Petals; ISC 2016, University of College Cork, Cork, Ireland (2016), August 28 – September 1.

Eisner A., **Surmová S.**, Bajerová P., Adam M., Bajer T., Ventura K.: The First Experience with Analysis of Perfume. 38th ISCC and 11th GC×GC Symposium. University of Messina, Messina (2014). Sborník str. 312. ISBN 000-0-0000-0000-0.

Bajer T., Kremr D., Bajerová P., Eisner A., **Surmová S.**, Adam M., Ventura K.: Optimisation of Head-space Solid-Phase Microextraction Method for Identification of Volatile Compounds in Sulphur-Containing Vegetables. ExTech 2014. Technical University of Crete, Chania, Poland (2014). Sborník str. 180. ISBN 000-0-0000-0000-0.

Surmová S., Eisner A., Adam M., Bajerová P., Bajer T., Ventura K.: Qualitative Analysis of Compounds in Commercial Fragrance Mixture of Essential Oils (Rose Josephine) for Preparation of the Perfume Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry. 9th International Conference on Instrumental Methods of Analysis: Modern Trends and Applications. Technological Educational Institute of Peloponnese, Kalamata, Greece (2015). Sborník str. 202.