

# **PSE (Pressurized Solvent Extraction)**

## **Extrakce podporovaná tlakem**

Extrakce podporovaná tlakem (Pressurized Solvent Extraction, PSE) je technika přípravy vzorku, která kombinuje zvýšenou teplotu a tlak ve spojení s kapalnými rozpouštědly, a to k dosažení rychlé a efektivní extrakce analytu z pevného vzorku.

### **1. Princip**

Vzorek se umístí do extrakční patrony, ve které probíhá extrakce, nejčastěji organickým rozpouštědlem při teplotách od pokojových do 200 °C a při relativně vysokém tlaku (od 4 do 20 MPa). Při vyšší teplotě se zvyšuje difúzní rychlost, rozpustnost analytu a prostupnost hmoty, klesá viskozita a povrchové napětí rozpouštědla. Tyto změny zlepšují kontakt analytu s rozpouštědlem a zlepšují extrakci, takže může být dosažena rychleji a s použitím menšího množství rozpouštědla, v porovnání s klasickými extrakčními metodami. Vysoký tlak zatlačuje rozpouštědlo do pórů matrice vzorku a rovněž udržuje rozpouštědlo v kapalném skupenství při dané teplotě.

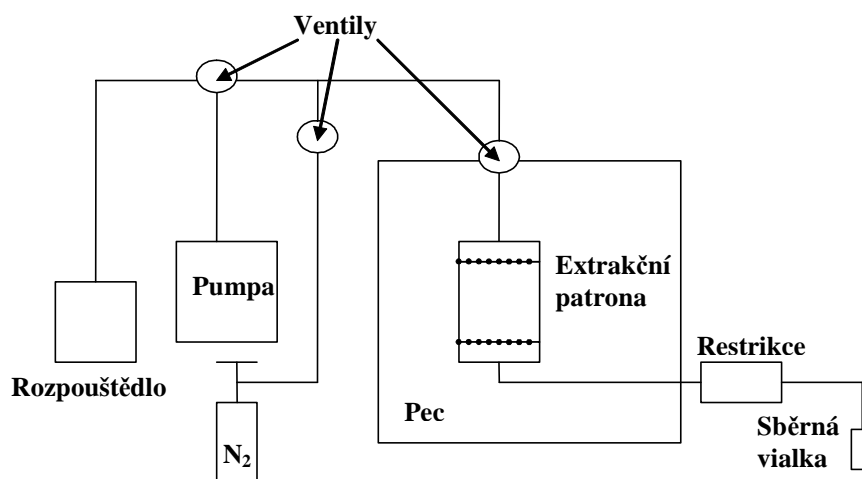
### **2. Typy PSE**

U této techniky, která zahrnuje extrakci rozpouštědlem při vysokém tlaku a teplotě, aniž by se dosáhlo kritického bodu rozpouštědla, se můžeme setkat s různými názvy. Jednotlivé typy označení jsou uvedeny v následující tabulce. Pokud se jako rozpouštědlo používá voda, objevují se další pojmenování. V následujícím textu bude pro tuto metodu uváděna zkratka PSE.

Většina PSE aplikací využívá statického modu následovaného krátkým post-extrakčním proplachem patrony rozpouštědlem. V tomto případě zvolené rozpouštědlo naplní extrakční patronu se vzorkem, následně dojde k zahřátí a natlakování patrony na stanovené hodnoty a potom po zvolenou dobu probíhá extrakce. Po extrakci následuje vypuštění extrakčního rozpouštědla do sběrné vialky a proplach systému malým množstvím rozpouštědla a pročištění dusíkem (nejčastěji po dobu 1 – 2 min). V dynamickém modu zahřáté rozpouštědlo při stanoveném průtoku proudí přes vzorek kontinuálně po určenou dobu. Schéma základního typu extraktoru PSE je uvedeno na obrázku 1.

**Tabulka I:** Metody extrakce podporované tlakem

Zkratka	Název metody anglicky	Překlad názvu metody
<b>PSE</b>	pressurized solvent extraction	zrychlená extrakce podporovaná tlakem
<b>ASE</b>	accelerated solvent extraction	zrychlená extrakce rozpouštědlem
<b>PFE</b>	pressurized fluid extraction	fluidní extrakce podporovaná tlakem
<b>PLE</b>	pressurized liquid extraction	kapalinová extrakce podporovaná tlakem
<b>PHSE</b>	pressurized hot solvent extraction	horká extrakce rozp. podporovaná tlakem
<b>HPSE</b>	high - pressure solvent extraction	vysokotlaká extrakce rozpouštědlem
<b>HPHTSE</b>	high - pressure, high temperature solvent extraction	vysokotlaká, vysokoteplotní extrakce rozpouštědlem
<b>SSE</b>	subcritical solvent extraction	subkritická extrakce rozpouštědlem
<b>SWE</b>	subcritical water extraction	subkritická extrakce vodou
<b>HWE</b>	hot water extraction	horká extrakce vodou
<b>PHWE</b>	pressurized hot water extraction	horká extrakce vodou podporovaná tlakem
<b>HTWE</b>	high temperature water extraction	vysokoteplotní extrakce vodou



**Obrázek 1:** Schéma základního typu PSE systému

### 3. Optimalizace metody

Optimalizací extrakčního procesu se musí vytvořit metoda nejvhodnější pro extrakci sledovaných látek z daného materiálu. Lze optimalizovat tyto parametry: množství a skladba vzorku, typ, objem a průtok rozpouštědla, teplota, tlak, extrakční doba a počet cyklů. Běžně se provádí tak, že se jeden z proměnných parametrů mění a ostatní zůstávají konstantní.

### **3.1. Vliv přípravy vzorku**

Analyzované vzorky často potřebují před vlastní extrakcí upravit. Jedním z kroků je prosetí nebo rozemletí vzorku, protože čím menší jsou jednotlivé části vzorku, tím snáze se extrahují analyty do rozpouštědla.

Sušení vzorku je také velmi důležité, protože jakákoliv vlhkost vzorku může zmenšit účinnost extrakce. Tento krok je zvláště významný, jestliže se jako extrakční činidlo používají nepolární rozpouštědla. Obvykle se provádí přidávkem dehydratačního činidla, kterým může být síran sodný bezvodý, infuzoriová hlinka, celulosa a mořský písek. Další alternativou sušení vzorku je použití vakuové pece, sublimačního sušení a lyofylizace. I přes výběr vhodného dehydratačního činidla se voda může někdy koextrahovat, a může rušit průběh analýzy v dalších krocích. Někteří autoři doporučují přidávat bezvodý síran sodný přímo do sběrné vialky.

### **3.2. Vliv rozpouštědla**

Optimalizace PSE metody začíná nejčastěji výběrem vhodného extrakčního rozpouštědla. Pro první zkoušky se volí rozpouštědla používaná u konvenčních extrakcí jako je např. Soxhletova extrakce. Extrakční rozpouštědlo musí být schopné izolovat sledované analyty a zároveň minimalizovat koextrakci dalších látek z matrice vzorku. Také je výhodné, aby vybrané rozpouštědlo bylo co nejvíce slučitelné s rozpouštědly, používanými v pozdějších krocích (čištění, zakoncentrování analytu).

Polarita rozpouštědla by měla být blízká polaritě sledovaného analytu. Nepolární a s vodou nemísitelná rozpouštědla, jakými jsou hexan, pentan, případně směsi nepolárních a středně polárních rozpouštědel (pentan : dichlormethan, cyklohexan : ethylacetát) jsou nejčastěji používány při extrakci nepolárních a lipofilních sloučenin. Více polární rozpouštědla (acetonitril, methanol, ethylacetát, voda) se využívají v případech extrakce polárních hydrofilních látek. Směsi málo polárních a více polárních rozpouštědel poskytují účinnější extrakce než použití jednoho rozpouštědla, zejména při extrakcích, kdy je izolováno více analytů o různé polaritě.

### **3.3. Vliv teploty**

Teplota, stejně jako povaha rozpouštědla, ovlivňují účinnost extrakce. Obecně platí, že vyšší extrakční teplota způsobuje lepší pronikavost extrakčního rozpouštědla a také vyšší difúzi a desorpční rychlost analytu z matrice do rozpouštědla. Výjimkou jsou případy, když se

extrahují termolabilní látky, případně, když je původní matrice syntetický polymer nebo plast, které mají nízké teploty tání.

### **3.4. Vliv tlaku**

Tlak rovněž významně ovlivňuje účinnost PSE extrakce. Hlavní význam vysokého tlaku spočívá v tom, že se při dané teplotě udržuje rozpouštědlo v kapalném stavu. Přesto bylo zjištěno, že u některých vzorků vysoký tlak účinnost extrakce ovlivňuje, například u vzorků vlhkých, vysoce adsorptivních a vzorků složených z malých částic, protože zatlačuje organické rozpouštědlo dovnitř pórů matrice.

### **3.5. Vliv extrakční doby**

Extrakční doba se nejčastěji používá v rozsahu 5 – 10 minut. Bylo zjištěno, že lepší účinnosti extrakcí jsou dosaženy při kratších extrakcích v několika krocích, než při jedné dlouhotrvající extrakci. Při extrakci PCB prováděné 2 x po dobu 5 minut byly prokázány lepší výsledky; 14 % některých PCB obsažených ve vzorku bylo izolováno až ve druhém extrakčním kroku.

## **4. Využití a význam PSE**

Metoda PSE je vhodná pro analýzu biologických vzorků a vzorků potravin, zejména ze dvou důvodů; prvním důvodem je extrakce kontaminantů, druhým důvodem je izolace vzorků od matričních komponent. Metoda PSE se používá pro stanovení kontaminantů a obsahových látek (PCB, PAH, silice, polyfenoly a farmaceuticky aktivní látky) izolovaných z různých environmentálních matric.