

# CIZORODÉ LÁTKY V POTRAVINÁCH - CVIČENÍ č. 5:

## VYUŽITÍ METODY PSE PRO STANOVENÍ XENOBIOTIK A POROVNÁNÍ S ÚČINNOSTÍ SOXHLETOVY EXTRAKCE

### 1. Princip

Extrakce podporovaná tlakem 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.

### 2. Pomůcky

- ✓ PSE patrony o objemu 22 ml, frit a utěšňovací matka
- ✓ Spe-ed<sup>TM</sup> PSE matrix
- ✓ Síran sodný – aktivovaný
- ✓ Hexan
- ✓ Dichlormethan
- ✓ Třecí miska, tlouček, lžičky
- ✓ Kádinky, baňky
- ✓ Pipety, mikropipety, špičky
- ✓ Vialka o objemu 60 ml
- ✓ Přístroj *onePSE*
- ✓ Papírová patrona
- ✓ Soxhletova aparatura
- ✓ Topné hnízdo
- ✓ Váhy

### 3. Postup

Každá skupina dostane přidělený vzorek a na začátku hodiny bude upřesněno, které látky bude ve vzorku stanovovat (OCHI, PCB, PAH).

### 3.1. Soxhletova extrakce

- 1) Pro Soxhletovu extrakci si navážíme 1 g másla, rozetřeme tloučkem v třecí misce do sypké konzistence spolu s aktivovaným síranem sodným.
- 2) Vzorek následně kvantitativně převedeme do extrakční papírové patrony, kterou umístíme do Soxhletovy aparatury. Zapneme topné hnízdo a do chladiče pustíme vodu. K extrakci použijeme hexan (v případě stanovení PAH - dichlormethan). V Soxhletově extraktoru vzorek extrahujeme po dobu 1 hodiny.
- 3) Získaný extrakt odpaříme dosucha a vypočítáme výtěžnost metody.

### 3.2. PSE extrakce

- 1) Nejdříve si připravíme vzorek. Navážíme 1 g másla, rozetřeme tloučkem do sypké konzistence spolu se Spe-ed<sup>TM</sup> matrixem v třecí misce.
- 2) Musíme sestavit PSE extrakční patronu. Připravíme si extrakční PSE patronu (22 ml), filtrační papírek, fritu a matičku. Patronu otočíme dnem vzhůru (je vidět závit). Na plošinku pod závitem položíme pinzetou kolečko filtračního papíru, potom fritu a matičku (prohlubní dovnitř); matičkou vše utáhneme, ne však na doraz.
- 3) Patronu otočíme zpět dnem dolů a přes nálevku do ní vsypeme připravený vzorek. (Při dávkování do patrony je vhodné dát na dno patrony a mezi vzorek skleněné kuličky.). Na povrch vzorku vložíme kolečko filtračního papíru.
- 4) Patronu umístíme do PSE extraktoru, přiklopíme víkem a zašroubujeme, potom víko povolíme o ¼ otáčky.
- 5) Nastavíme podmínky extrakce:  
**OCHI a PCB:** teplota 100°C, tlak 100 bar, 2 cykly po dobu 5-ti minut  
**PAH:** teplota 40 °C, tlak 100 bar, 2 cykly po dobu 5-ti minut
- 6) Před zapnutím programu nasadíme na vývod z extraktoru 60 ml vialku, která slouží k zachycení extraktu, otevřeme přívod dusíku a zkontrolujeme, zda je připraveno dostatečné množství extrakčního činidla (hexan nebo dichlormetan; každá dvojice dle přiděleného vzorku).
- 7) Získaný extrakt z vialky kvantitativně převedeme do předem zvážené baňky a odpaříme dosucha. Vypočítáme výtěžnost metody.

### **3.3. Stanovení xenobiotik**

Získané extrakty budou analyzovány pomocí plynové chromatografie v následujícím týdnu, tj. v 6.cvičení: Demonstrační cvičení zaměřené na stanovení vybraných xenobiotik.