

LABORATORNÍ PŘÍSTROJE A POSTUPY

VYUŽITÍ ZRYCHLENÉ EXTRAKCE ROZPOUŠTĚDLEM PRO IZOLACI ADITIV Z JEDNOSLOŽKOVÝCH BEZDÝMÝCH PRACHŮ*

ALEŠ EISNER, KATEŘINA KUREČKOVÁ
a KAREL VENTURA

*Katedra analytické chemie, Fakulta chemicko-technologická,
Univerzita Pardubice, nám. Čs. Legií 565, 532 10 Pardubice,
e-mail: ales.eisner@upce.cz*

Došlo dne 26.1.2000

Klíčová slova: extrakce, zrychlená extrakce rozpouštědlem,
bezdýmý prachy, GC-MS, HPLC

Úvod

Vzhledem k časové náročnosti běžně používaných extrakčních technik (extrakce v Soxhletově extraktoru, extrakce ultrazvukem) jsou prováděny různé pokusy nahradit klasické extrakční techniky pro úpravu tuhých vzorků technikami, které by snížily množství extrakčního rozpouštědla, množství analyzovaného vzorku a dobu extrakčního procesu. Klasickou a nejvíce využívanou extrakční technikou je především extrakce v Soxhletově extraktoru. Jednou z možností jak urychlit úpravu vzorku je použití superkritické fluidní extrakce¹ (SFE). Tato technika výrazně redukuje množství používaných rozpouštědel (do 10 ml) a zkracuje dobu extrakce (1 h). Její nevýhodou je však značná závislost na druhu tuhé matrice a nízká polarita extrakčního média, kterým je ve většině případů oxid uhličitý.

Další extrakční technikou, která výrazně zkracuje dobu extrakce a snižuje množství použitého rozpouštědla, je zrychlená extrakce rozpouštědlem (Accelerated Solvent Extraction^{2,3} – ASE, FastEx⁴). V principu je to extrakční proces v systému tuhá látka–kapalina prováděný po krátký časový interval (5–20 min) za zvýšené teploty (50–200 °C) a zvýšeného tlaku (10–15 MPa). K extrakci se používají rozpouštědla běžná pro extrakce kapalinami (methanol, aceton, hexan apod). Potřebné množství rozpouštědla se pohybuje v rozmezí 10–20 ml na jednu extrakci. Teploty používané při extrakci jsou vyšší než je atmosférický bod varu rozpouštědla a proto musí být použito přiměřeně zvýšených tlaků pro udržení rozpouštědla v kapalném stavu. Vlivem extrakčních podmínek se mění některé vlastnosti použitého rozpouštědla. Použití vyšších teplot se projevuje:

- zvýšením rozpouštěcí kapacity rozpouštědla vůči analytům,

- snížením viskozity rozpouštědla, což umožňuje lepší penetraci do částic matrice,
- zvýšením rozpustnosti vody v organických rozpouštědlech⁵, což usnadňuje přístupnost vodou uzavřených pórů matrice,
- zvýšením rychlosti difuze (je však obtížné získat přesný vztah pro vliv teploty, ale pro ilustraci je možno uvést, že při zvyšování teploty od 25 do 150 °C se rychlost difuze⁶ zvýší 2 až 10 krát),
- rychlejším přechodem přes fázové rozhraní způsobeným rozrušením pevných interakcí mezi matricí a analytem založených na van der Waalových silách, vodíkových vazbách a dipólových přitažlivých silách mezi molekulami analytu a aktivními centry matrice,
- snížením povrchového napětí analytu, rozpouštědla a matrice, což rovněž usnadní přístup do pórů tuhé matrice.

Použití vyšších teplot a tlaků u ASE usnadní extrakci analytů z pórů blokových vodou. Analyty jsou tedy extrahovány rychleji než je možné při laboratorní teplotě a za atmosférického tlaku. Práce za vyšších tlaků má i praktický aspekt. Cely mohou být plněny rozpouštědlem za vyšších tlaků rychleji, hlavně v případě malých částic extrahovaných vzorků.

Počáteční naplnění extrakční cely rozpouštědlem při extrakci je možné provádět dvěma odlišnými postupy. První možností je předehřívací metoda, při které je cela se vzorkem vložena do vyhřívávacího bloku a vyhřívána na požadovanou extrakční teplotu. Při následném plnění extrakční cely rozpouštědlem dochází k jejímu natlakování na požadovanou hodnotu. Tato metoda je vhodná pro méně těkavé sloučeniny, neboť u více těkavých sloučenin dochází k výrazným ztrátám ještě před vstupem rozpouštědla do cely (naftalen, chlorované pesticidy – ztráty 30–50 % z výtěžku³).

Druhou možností je metoda předplnění, která byla navržena ve snaze předejít ztrátám těkavých sloučenin. Prvním krokem následujícím po vložení extrakční cely do vyhřívávacího bloku je její naplnění rozpouštědlem před vyhřátím extrakční cely. Díky tomu jsou těkavé sloučeniny zachyceny v rozpouštědle. V průběhu vyhřívání cely se rozpouštědlo rozpíná, čímž dochází ke zvyšování tlaku. Tlakování cely během vyhřívání je snižováno odpouštěním části extraktu do sběrné nádoby.

Sledování obsahu komponent ve výbušninách je zajímavou a současně i aktuální tematikou v analytické chemii. Některá silná exploziviva jsou složena z toxických, případně karcinogenních látek, a proto je analyzován jejich obsah v půdách a podzemních vodách. U vyrobených výbušnin a prachů je nutná kontrola správného obsahu aditiv v nich obsažených. K získání sloučenin nacházejících se v explozivech z půd a dalších tuhých matric se využívají nejčastěji extrakce v Soxhletově přístroji nebo extrakce pomocí ultrazvuku. Pro tyto metody je potřebné relativně velké množství rozpouštědla a jsou i poměrně časově náročné (několik hodin až dní). Další jejich nevýhodou je získání velmi zředěného extraktu, který je nutné dále

* 1. cena v soutěži Cena Shimadzu 1999

zakoncentrovávat. Tyto nevýhody je možné odstranit zavedením moderních extrakčních technik, kterými jsou extrakce za použití mikrovln, superkritická fluidní extrakce nebo zrychlená extrakce rozpouštědlem.

Základní složkou jednosložkových bezdýmých prachů je vysokomolekulární sloučenina – nitrát celulosy (nitrocelulóza). Dalšími komponentami mohou být stabilizátory (centralit – CI, difenylamin – DPA) a energetické komponenty (dinitrotolueny – DNT, trinitrotoluen – TNT atd.). Během stárnutí bezdýmého prachu dochází k reakcím primárního stabilizátoru s rozkladnými produkty nitroesterů za vzniku nitroso- nebo nitroderivátů použitého stabilizátoru⁷. Tyto látky jsou schopné dále reagovat a působí v prachu jako sekundární stabilizátory.

Experimentální část

Zařízení pro extrakci

Používaný prototyp zařízení pro zrychlenou extrakci rozpouštědlem⁴ (FastEx 01) byl ve spolupráci s Univerzitou Pardubice navržen a vyvinut ve vývojových laboratořích Ústavu analytické a instrumentální chemie AV ČR v Brně. Na obr. 1 je znázorněno schéma aparatury používané pro zrychlenou extrakci rozpouštědlem. Tento přístroj je schopen pracovat v teplotním rozsahu od 70 do 200 °C a při tlacích, které jsou limitovány použitými přepínacími ventily (25–40 MPa), s maximálním objemem kapalné fáze 500 ml daným objemem pracovního válce vysokotlakého čerpadla HPP 5001 (Laboratorní přístroje, Praha, Česká republika). K extraktoru jsou dodávány extrakční patrony z nerezové oceli o objemech 11, 22 a 33 ml.

Podmínky extrakce

Vlastní extrakce byla prováděna methanolem, dichlormethanem, 2-propanolem a směsí methanol a 2-propanol (1:1) při různých teplotách (70, 80, 90 a 100 °C) a tlaku 10 MPa. Extrakce byla prováděna ve dvou krocích a každý krok trval stejnou dobu (3 nebo 5 minut). Vzorek byl navážen (ca 0,5 g) do extrakční cely o objemu 11 ml, přičemž volný prostor cely byl vyplněn skleněnými kuličkami o průměru 1 mm, aby se snížil objem používaného rozpouštědla. Cella se vzorkem byla umístěna do vyhřívaného bloku. Po ustálení teploty na požadované hodnotě byla cella naplněna rozpouštědlem a extrakce probíhala po dobu 3 minut. Extrakt byl poté vypuštěn a jeho část zbývající v cele byla vytlačena dusíkem do sběrné nádoby. Postup extrakce byl znovu opakován po dobu 3 minut. Druhé vypouštění extraktu bylo uskutečněno do stejné sběrné nádoby jako v prvním kroku. Stejným způsobem byla provedena extrakce po dobu 5+5 minut.

Pro měření obsahu stanovovaných látek bylo 2,5 g vzorku bezdýmého prachu podrobena extrakci v Soxhletově extraktoru s 50 ml dichlormethanu po dobu 8 hodin.

Použité chemikálie a vzorky

Jako extrakční rozpouštědla byly použity methanol (J. T. Baker, Holandsko), dichlormethan a 2-propanol (oba Riedel-de Haën, SRN). Pro propláchnutí celého systému po skončení extrakce byl použit dusík čistoty 4.0 (Linde Technoplyn a.s., Česká republika).

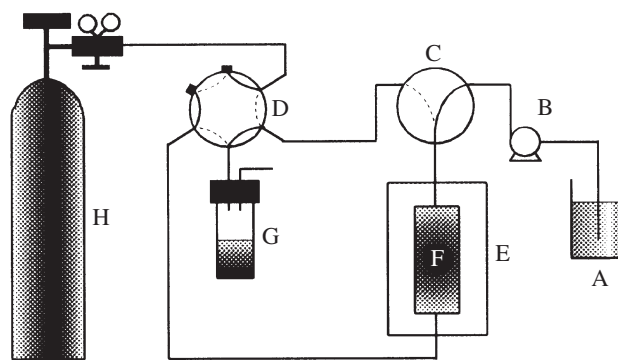
Pro HPLC analýzu byl používán methanol (gradient grade, Merck) a redestilovaná voda. Pro GC-MS analýzu bylo používáno helium čistoty 5.0 (Linde Technoplyn a.s., Česká republika).

Pro vytvoření kalibračních závislostí byl použit 2,4-dinitrotoluen (Aldrich, zastoupení Česká republika) a difenylamin (Lachema a.s., Česká republika) a jako vnitřní standard 2,4,6-trinitrotoluen (Synthesia a.s., Česká republika)

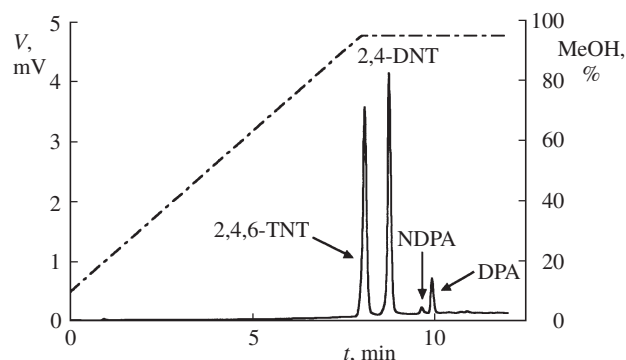
Byly prováděny extrakce vzorku bezdýmého prachu vyráběného pod označením R-5027, který obsahoval jako aditiva 2,4-dinitrotoluen (2,4-DNT) a difenylamin (DPA). Tento prach je vyráběn ve formě válečků o přibližném průměru 3 mm a délce 5 mm a je povrchově upraven grafitováním. K extrakci byl používán vzorek v původním stavu a vzorek před extrakcí namletý na menší částičky.

Analýza extraktů

Získané extrakty byly analyzovány pomocí kapalinové chromatografie s UV detektorem a plynové chromatografie s hmotnostním detektorem. Pro HPLC byla používána kolona s náplní Nucleosil 120-5, 150×4 mm (Watrex, zastoupení Česká republika). Před kolonu byla umístěna ochranná předkolonka Separon SGX C18 7 μm, 30×3,3 mm (Tessek s.r.o., Česká republika). Vzorek byl na kolonu dávkován ventilem s vnější smyčkou o objemu 20 μl. Průtok mobilní fáze byl udržován pumpou LCP 4000 (Ecom s.r.o., Česká republika)



Obr. 1. Zjednodušené schéma extraktoru Fastex 01; A – zásobník s rozpouštědlem, B – vysokotlaké čerpadlo, C – ventil „1–0–1“, D – šesticestný ventil, E – vyhřívací pec, F – extrakční cella, G – sběrná nádoba, H – tlaková láhev s dusíkem



Obr. 2. HPLC chromatogram extraktu vzorku bezdýmého prachu; pracovní podmínky uvedeny v experimentální části (--- profil gradientu)

na hodnotě 0,8 ml.min⁻¹ a pro analýzu byla používána gradientová eluce, která byla zajišťována pomocí gradientového programátoru GP 5 (Ecom s.r.o., Česká republika). Pro tvorbu gradientu byla zvolena směs methanol–voda a jeho profil je znázorněn na obr. 2. Zvolená gradientová eluce je vhodná pro analýzu bezdýmých prachů obsahujících i jiná aditiva, než jsou uváděna v této práci. UV detektor LCD 2084 (Ecom s.r.o., Česká republika) byl nastaven na vlnovou délku 230 nm. Pro kvantitativní vyhodnocení naměřených chromatogramů byla používána metoda vnitřního standardu vytvořená pomocí chromatografické stanice CSW pro sběr dat (Data Apex, Česká republika). Jako vnitřní standard byl používán 2,4,6-trinitrotoluen (2,4,6-TNT). Pro všechny tři sledované komponenty byly vytvořeny kalibrační závislosti. Korelační koeficient pro N-nitrosodifenylamin byl 0,9998, pro difenylamin 0,9999 a pro 2,4-dinitrotoluen byl 0,9998.

Dále byly extrakty analyzovány plynovým chromatogramem GC 17A s hmotnostním detektorem QP 5050A (Shimadzu, Japonsko). Pro analýzu byla použita kapilární kolona typu Ultra 2 (25 m×0,2 mm; 0,11 μm film 5 % fenylmethylsilikonu, Hewlett Packard, USA). Byl použit teplotní program, počáteční teplota 150 °C, okamžitý nárůst 10 °C.min⁻¹ na 190 °C a od této teploty nárůst 20 °C.min⁻¹ na 210 °C s následným 0,5 min – izotermálním krokem. Teplota injektoru byla 185 °C a detektoru 230 °C. K dávkování vzorku byl používán automatický dávkovač Combi Pal (CTC analytics, Švýcarsko). K analýze byl dávkován 1 μl vzorku, který byl redukován děličkem toku v poměru 1:50. Měření na MS detektoru bylo provedeno ve scan modu (*m/z* 60–320). Pro kvantitativní vyhodnocení byly zvoleny charakteristické ionty pro jednotlivé sloučeniny (169 pro DPA, 122 pro DNT a 210 pro TNT). Získané chromatogramy po GC analýzách byly kvantitativně vyhodnocovány metodou vnitřního standardu. Poněvadž v průběhu plynové chromatografie dochází k přechodu N-nitrosodifenylaminu na difenylamin⁸, byl kalibrován pouze DPA a 2,4-DNT. Jako vnitřní standard byl opět používán 2,4,6-TNT. Korelační koeficient pro 2,4-DNT byl 0,9968 a pro DPA 0,9911.

Výsledky a diskuse

Byly provedeny extrakce nepolymerních organických komponent ze vzorku bezdýmého prachu vyráběného pod označením R-5027. Ten obsahuje jako aditiva 2,4-dinitrotoluen a difenylamin. Extrakcí namletého vzorku v Soxhletově extraktoru a následnou HPLC analýzou bylo zjištěno, že vzorek obsahoval 4,46 % 2,4-DNT a 1,17 % DPA. Během analýzy byla identifikována přítomnost N-nitrosodifenylaminu (NDPA), který vzniká nitrosací DPA během stárnutí prachu. Část NDPA také pravděpodobně vzniká i při samotném extrakčním procesu. Z tohoto důvodu byl jejich obsah sumarizován a je uváděn pouze jako DPA. Výsledky získané analýzou extraktů ze Soxhletova extraktoru byly považovány za srovnávací hodnoty, ke kterým byly vztahovány výtěžky získané analýzou extraktů po zrychlené extrakci rozpouštědlem.

První část práce byla zaměřena na sledování vlivu použitého rozpouštědla a vlivu doby extrakce na extrakční výtěžek při zrychlené extrakci rozpouštědlem. Extrakční teplota byla při všech pokusech 100 °C. Vyšší teploty nebyly používány z bezpečnostních důvodů, vzhledem k explozivnímu charakteru

vzorků a možnosti rozkladu stanovovaných komponent. Získané extrakty byly po vhodném naředění sedmkrát analyzovány pomocí HPLC/UV; ukázkový chromatogram je uveden na obr. 2. Získaná data z jednotlivých analýz byla statisticky zpracována. V tabulce I jsou shrnuty obsahy jednotlivých látek pro sledovaný vzorek prachu extrahovaného zrychlenou extrakcí rozpouštědlem. Jako výtěžek jsou uváděny hodnoty vztažené k hodnotám získaným extrakcí v Soxhletově extraktoru.

Z tabulky je patrné, že srovnatelných výtěžků zrychlené extrakce rozpouštědlem s výtěžky extrakcí v Soxhletově extraktoru bylo dosaženo za použití methanolu jako rozpouštědla po extrakční dobu 5+5 minut.

Při extrakci dichlormethanem docházelo pravděpodobně ke zvýšenému rozpouštění matrice, tzn. nitrocelulózy. To se

Tabulka I

Analýza extraktů namletého vzorku R-5027 pro 2,4-DNT a DPA. Sledování vlivu použitého rozpouštědla a doby extrakce na extrakční výtěžek

Podmínky ASE: *t* = 100 °C, *p* = 10 MPa (obsah složek stanovených Soxhletem: 4,46 % 2,4-DNT, 1,09 % DPA)

Rozpouštědlo	2,4-DNT [%]		DPA [%]	
	prům. hodnota ^a	výtěžek	prům. hodnota ^a	výtěžek
<i>Doba extrakce 3+3 min</i>				
Methanol	4,10±0,19	91,9	1,05±0,09	96,3
Dichlormethan	4,00±0,27	89,7	0,80±0,13	73,4
2-Propanol	4,17±0,23	93,5	0,87±0,08	79,8
<i>Doba extrakce 5+5 min</i>				
Methanol	4,50±0,27	100,9	1,07±0,09	98,2
Dichlormethan	4,05±0,17	90,8	0,94±0,13	86,2
2-Propanol	4,24±0,20	95,1	0,90±0,04	82,6
Methanol a 2-propanol	3,91±0,33	87,7	0,97±0,71	89,0

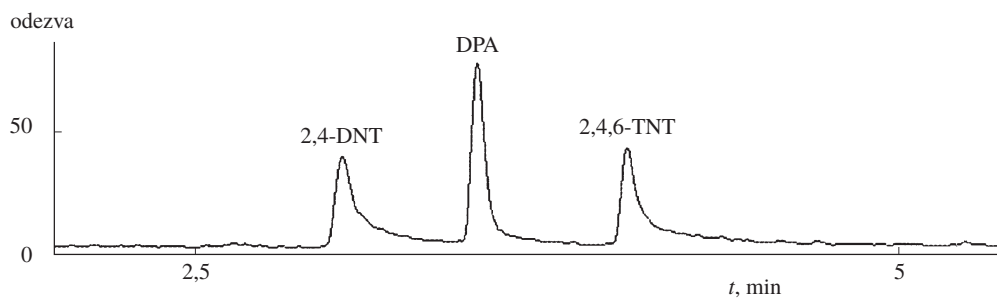
^a Získána z osmi nezávislých extrakcí za experimentálních podmínek

Tabulka II

Sledování vlivu teploty na extrakční výtěžek 2,4-DNT a DPA. Podmínky ASE: 5+5 minut, *p* = 10 MPa, methanol (obsah složek stanovených Soxhletem: 5,10 % 2,4-DNT, 1,17 % DPA)

<i>t</i> [°C]	2,4-DNT [%]		DPA [%]	
	prům. hodnota ^a	výtěžek	prům. hodnota ^a	výtěžek
70	4,58 ± 0,09	89,8	1,07 ± 0,04	91,5
80	4,73 ± 0,28	92,8	1,03 ± 0,06	88,0
90	5,07 ± 0,10	99,4	1,07 ± 0,02	91,5
100	5,09 ± 0,12	99,8	1,15 ± 0,08	98,3

^a viz tab. I



Obr. 3. GC/MS chromatogram extraktu vzorku bezdýmého prachu; pracovní podmínky uvedeny v experimentální části

Tabulka III

Sledování vlivu jednoho extrakčního kroku na extrakční výtěžek 2,4-DNT a DPA při dvou teplotách

Podmínky ASE: 5 minut, $p = 10$ MPa, methanol (obsah složek stanovených Soxhletem: 5,10 % 2,4-DNT, 1,17 % DPA)

t [°C]	2,4-DNT [%]		DPA [%]	
	prům. hodnota ^a	výtěžek	prům. hodnota ^a	výtěžek
80	4,07 ± 0,17	79,8	0,96 ± 0,01	82,1
100	4,32 ± 0,23	84,7	0,98 ± 0,03	83,8

^a viz tab. I

Tabulka IV

Sledování vlivu pomletí vzorku na extrakční výtěžek 2,4-DNT a DPA

Podmínky ASE: 5+5 minut, $p = 10$ MPa, $t = 100$ °C, methanol (obsah složek stanovených Soxhletem: 5,10 % 2,4-DNT, 1,17 % DPA)

Vzorek	2,4-DNT [%]		DPA [%]	
	prům. hodnota ^a	výtěžek	prům. hodnota ^a	výtěžek
Namletý	5,09 ± 0,12	99,8	1,15 ± 0,08	98,3
Původní	4,04 ± 0,09	79,2	0,71 ± 0,04	60,7

^a viz tab. I

projevilo při analýze extraktů pomocí HPLC rychlejším zanesením předkolumny.

U difenylaminu nebylo dosaženo srovnatelné extrakční účinnosti při zrychlené extrakci rozpouštědlem za použití ani jednoho z výše uvedených rozpouštědel. Sledovaný vzorek byl vyroben v roce 1994 a hodnoty určující obsah jednotlivých komponent byly rovněž z této doby. Lze tedy předpokládat, že obsah DPA bude vlivem stárnutí prachů nižší než je uváděná hodnota. Proto byla provedena srovnávací extrakce v Soxhletově extraktoru a analýzou tohoto extraktu byla tato domněnka potvrzena. Obsah DPA byl ve skutečnosti 1,09 %. Na základě předchozích výsledků byl zvolen jako extrakční rozpouštědlo methanol, s nímž bylo dosaženo nejvyšší ex-

trakční účinnosti. Ze stejného důvodu byla zvolena doba extrakce 5+5 minut. Jednotlivé extrakce byly prováděny při teplotách 70, 80, 90 a 100 °C.

Pro následující pokusy byl používán nově dodaný vzorek bezdýmého prachu se stejným výrobním označením. Analýzy obsahu jednotlivých komponent po extrakci v Soxhletově extraktoru poskytly výsledky odlišné od hodnot deklarovaných výrobcem pro dosud používaný vzorek. V novém vzorku bylo stanoveno extrakcí v Soxhletově extraktoru 5,10 % DNT a 1,17 % DPA. Následující analýzy již byly také prováděny na plynovém chromatografu s hmotnostním detektorem. Při 2,5 krát kratším čase byly výsledky získané GC/MS srovnatelné s výsledky získanými HPLC/UV a umožnily potvrzení identifikace jednotlivých komponent. Na obr. 3 je uveden ukázkový chromatogram extraktu vzorku získaného zrychlenou extrakcí rozpouštědlem.

V tabulce II jsou shrnuty výsledky získané při různých extrakčních teplotách. Z ní je patrné, že při teplotách 70 a 80 °C nebylo dosaženo dostatečné extrakční účinnosti pro obě stanovované komponenty. Při teplotě 90 °C byla účinnost extrakce pro 2,4-DNT srovnatelná s extrakcí pomocí Soxhletova přístroje, ale pro DPA nebylo dosaženo požadovaných výsledků. Až při zvýšení teploty na 100 °C došlo ke zvýšení extrakčního výtěžku na hodnotu srovnatelnou s extrakcí pomocí Soxhletova přístroje. Statistické zpracování bylo prováděno stejně jako u výsledků získaných HPLC.

Dále byla sledována účinnost jednoho extrakčního kroku na výtěžek extrakce. Vzorek bezdýmého prachu byl extrahován po dobu 5 minut při dvou teplotách. Z výsledků uvedených v tabulce III je patrné, že během této doby dojde k vyextrahování značné části sledovaných komponent, ne však v požadovaném rozsahu. Účinnost extrakce je ovlivňována ustavením rovnovážné koncentrace analytu v rozpouštědle a matici. Na základě těchto faktů nelze předpokládat, že v průběhu prvního extrakčního kroku dojde k přechodu veškerého analytu do rozpouštědla. Současně během snižování tlaku v extrakční cele (tzn. během vypouštění extraktu) dochází k poklesu rozpouštěcí kapacity rozpouštědla, přičemž se může vyloučit část rozpuštěných analytů, které se usadí na částicích matrice a stěnách extrakční cely.

Byla také testována možnost extrahování vzorku bez předchozí úpravy namletím vzorku. Hodnoty získané analýzou extraktů neupraveného vzorku jsou uvedeny v tabulce IV. Z ní vyplývá, že sledované komponenty nejsou kvantitativně vyextrahovány. Nízká účinnost je pravděpodobně způsobena povrchovou úpravou vzorku grafitováním a nedostatečným pronikáním rozpouštědla k analytům uvnitř částic vzorku.

Proto je nutné před extrakcí upravit velikost částic vzorku bezdymého prachu namletím.

Další alternativní metodou je superkritická fluidní extrakce, kterou bylo během ca 60 minut dosaženo stejné extrakční účinnosti jako při použití zrychlené extrakce rozpouštědlem za ca 15 minut^{1,9}.

Závěr

Bylo sledováno několik faktorů ovlivňujících extrakční účinnost zrychlené extrakce rozpouštědlem. Mezi optimalizované parametry patřilo používané rozpouštědlo, extrakční teplota, doba extrakce a předúprava vzorku před extrakcí. Z naměřených výsledků vyplývá, že nejvhodnějšími podmínkami pro zrychlenou extrakci rozpouštědlem aplikovanou na vzorek bezdymého prachu je použití methanolu při 100 °C po dobu 5+5 minut. Dalším nezbytným krokem ke kvantitativnímu vyextrahování stanovovaných komponent je namletí vzorku před extrakcí. Použitím této metody dochází k výraznému zkrácení extrakčního času a úspoře rozpouštědel, která jsou většinou toxická a drahá.

Práce byla realizována v rámci grantů Grantové agentury ČR, grant č. 203/99/0044 a MŠMT VS 96058.

LITERATURA

1. Eisner A., Ventura K.: *Chem. Listy* 91, 698 (1997).
2. Dean J. R.: *Extraction Methods for Environmental Analysis*. Wiley, Chichester 1998.

3. U.S Environmental Agency: *Test Methods for Evaluating Solid Waste*, Method 3545. U.S.EPA SW-846 3rd. ep. Update III: U.S.GPO: Washington, DC, July 1995.
4. Ventura K., Adam M.: *Chem. Listy*, v tisku.
5. Richter B. E., Jones B. A., Ezzell J. L., Porter L. N., Avdalovic B., Pohl C.: *Anal. Chem.* 68, 1033 (1996).
6. Perry R. H., Green D. W., Maloney J. O.: *Perry's Chemical Engineers' Handbook*, 6. vyd., kap. 3. McGraw-Hill, New York 1984.
7. Skládal J.: *Proceedings of the Second Seminar „New Trends in Research of Energetic Materials“* (Zeman S., ed.), str. 258. Univerzita Pardubice, Pardubice 1999.
8. Yinon J., Zitrin S.: *Modern Methods and Applications in Analysis of Explosives*. Wiley, Chichester 1993.
9. Eisner A., Kurečková K., Ventura K.: *Proceedings of the Second Seminar „New Trends in Research of Energetic Materials“* (Zeman S., ed), str. 232. Univerzita Pardubice, Pardubice 1999.

A. Eisner, K. Kurečková, and K. Ventura (*Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemical Technology, University Pardubice, Pardubice*): **Accelerated Solvent Extraction of Additives from Gun Powders**

Application of accelerated solvent extraction (ASE), which is an alternative to liquid extraction, was investigated for the isolation of additives from gun powders. ASE combines elevated temperatures and pressures with liquid solvents normally used in standard liquid extraction techniques such as Soxhlet extraction or sonication. ASE gave analogous results to those obtained with common techniques, but consuming less solvent and time.