



Mikrowellenbeschleunigte Lösungsmittel-Extraktion (MASE) Eine Alternative zur klassischen Soxhlett-Extraktion

Problemstellung:

Bei der klassischen Extraktionsmethode Soxhlett-Extraktion wird typischerweise für 24 Stunden eine Extraktion unter Rückfluss mit Lösemittelmengen von ungefähr 250 ml durchgeführt. Der daraus gewonnene Extrakt wird anschließend entweder gravimetrisch ausgewertet oder chromatographisch analysiert (GC, HPLC). Dieser relativ einfache Arbeitsschritt kostet viel Zeit und verursacht hohe Kosten in den Labors.

Dem gegenüber gewinnen zeit- und kostensparende mikrowellenunterstützte Analyseverfahren sowohl in der Forschung als auch in der Routineanalytik zunehmend an Bedeutung.

Mit dem Mikrowellen-Laborsystem Discover können neben den etablierten „Mikrowellenaufschlüssen“ für die Elementbestimmung zusätzlich die „mikrowellenbeschleunigten Lösungsmittelextraktionen (MASE)“ einfach, bequem, sicher und kostensparend durchgeführt werden. Diese mikrowellenbeschleunigte Extraktionstechnik im Discover findet immer häufiger als Ersatzmethode für die extrem langwierige Soxhlettextraktion Verwendung.



Extraktionszeiten bis zu 24 Stunden sind bei der Soxhlettextraktion keine Seltenheit

Die Alternative:

Viele weitere hundert Veröffentlichungen beschreiben die Vorteile dieser Mikrowellen-Extraktion (MASE), wie den Zeitgewinn, die Kostenreduktion durch eine deutliche Minimierung des Lösungsmittels um den Faktor 10 - 20, was wiederum niedrigere Anschaffungs- & Entsorgungskosten zur Folge haben. Durch die Verwendung von wesentlich weniger Lösungsmittel kommt neben dem Aspekt des Arbeitsschutzes noch der Um-

weltschutzgedanke zum Tragen, da die Lösungsmittelexposition auf ein Minimum begrenzt wird. Im Jahre 2000 wurde die US EPA Methode 3546 veröffentlicht.

Die beiden Methoden „Mikrowellen-Extraktion MASE im Discover“ und Soxhlettextraktion ergeben gleiche Ausbeuten und Ergebnisse der Extraktion. Dabei können bestehende Extraktionsbedingungen wie z. B. die Wahl des Lösungsmittels und die Glasgerätschaften einfach auf die Mikrowellenextraktion im Discover hin übertragen werden.

Entgegen älteren Mikrowellenextraktionsgeräten mit Teflonbehältern wird im Discover als Extraktionsgefäß Glas verwendet, was zudem die Handhabung deutlich vereinfacht.



Extraktionsbehälter aus Glas im Discover



Einfacher Verschluss des Extraktionsbehälters mit einem Schnappdeckel

Somit bleiben die chemisch-physikalischen Extraktionsbedingungen wie Lösemittelauswahl und Gefäßmaterial gleich. Mit diesen Voraussetzungen kann nun die Kostenanalyse durchgeführt werden. Hier kommen Faktoren wie einfache Bedienung, Platzbedarf, Zeit, Probendurchsatz, Automatisationsgrad und Lösemittelkosten für Einkauf und Entsorgung, Umwelt- und Arbeitsschutz zum Tragen.

Erhebliche Vorteile dieser neuen Mikrowellentechnologie ergeben sich einerseits durch die drastische Zeitverkürzung von vielen Stunden auf wenige Minuten. Andererseits ermöglicht die Mikrowellenextraktion im Discover die gleichzeitige Probenvorbereitung von bis zu 96 Proben binnen kurzer Zeit mit einem Autosampler.



samplerholt sich der Probengeber jede Probe mit dem notwendigen Lösemittel in die Mikrowelle und dort wird die Probe dann individuell extrahiert, in 2 min. auf Raumtemperatur abgekühlt und vom Autosampler wieder zurück ins Rack gebracht. Nun ist die nächste Probe zur Extraktion dran. Die fertig extrahierten Proben können jederzeit entnommen werden und zur Bestimmung im GC oder in der HPLC verwendet werden. Auf das Discover können 3 unterschiedliche Autosampler aufgesetzt werden: Ein Autosampler fasst 48 Proben, ein weiterer Probengeber fasst 72 Proben und der größte Autosampler kann bis zu 96 Proben am Tag und über Nacht abarbeiten.



Der Automatisierungsgrad kann aber noch weiter erhöht werden: So kann das Discover an Kombinationssysteme mit LC oder GC und Probengeber eingebunden werden, was den manuellen Arbeitsaufwand auf ein Minimum begrenzt und den Arbeitsschutz erhöht.



terner eine Kostenreduktion durch eine deutliche Minimierung des Lösungsmittels um den Faktor 10 - 20, was wiederum niedrigere Anschaffungs- und Entsorgungskosten zur Folge hat. Es stehen verschiedene Extraktionsgefäße mit unterschiedlichen Volumina zur Verfügung.

In den meisten Labors belegen die Soxhlett-Extraktionseinheiten viel Platz im Abzug. Abzugplatz wiederum ist in immer mehr Labors extrem knapp bemessen und zudem in der Laboreinrichtung recht kostenintensiv. Bei einer Kostenanalyse zeigt sich ein weiterer Vorteil der MASE im Discover. Das Mikrowellen-Extraktionsgerät Discover passt auf die Fläche eines DIN A3 Blattes. Es kann also flexibel überall aufgebaut werden.

Typische Anwendungsbeispiele

Einsatzgebiete sind hier die gängigen Umweltstoffgruppen (PAK, Pestizide, Herbizide, CKW, Dioxine und PCB, etc. gemäß EPA 3546) in den verschiedenen Matrices wie Boden, Sedimenten, Wasser, Klärschlamm, etc. Die Bestimmung von PFC aus Umweltmatrices nach der Mikrowellenextraktion zeigt große Vorteile. Ebenfalls von großem Interesse sind biologische Materialien, wie Gewebeuntersuchungen, Rückstandsanalytik von Metaboliten (u. a. radioaktiv markiert) in div. Pflanzen und Lebensmitteln. Die Spezies-Analytik mit der Extraktion von selektiven Lösemitteln zur Untersuchung von Elementen in ihren unterschiedlichen Wertigkeiten wie z. B. Cr III und Cr VI oder auch Methyl-Hg werden in der Literatur beschrieben. Von großem Interesse ist die Extraktion einer Vielfalt der pharmazeutischen Substanzen in den verschiedensten Darreichungsformen, wie Pflaster, Dragees, etc., oder auch von Pflanzenschutzmitteln, deren Wirkstoffen oder Zersetzungsprodukten in den unterschiedlichen Applikationen. Weit verbreitet ist der Einsatz der Mikrowellenextraktion auch bei Kunststoffuntersuchungen (Additive in Polymeren, Weichmacher, Anti-Oxidantien, UV-Stabilisatoren, etc.). Die gravimetrische Bestimmung von Fett und nach der MASE gewinnt immer mehr an Bedeutung. Bei der Textilforschung werden Weichmacher wie Phthalate, Pestizide und Azo-Farbstoffe mittels Mikrowelle extrahiert.

Vielfältig ist auch der Einsatz der MASE bei der Lebensmittelanalytik. So werden beispielsweise Chlorierte Kohlenwasserstoffe, Ergosterin oder Ochratoxin A extrahiert.