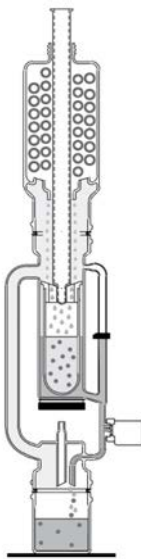


Diverse Extraktionsverfahren

aus dem Portfolio der Firma Büchi Labortechnik AG Flawil (Teil2)

Vortrag von Jürgen Quack, gehalten auf der Fachtagung 2018 am Säntis

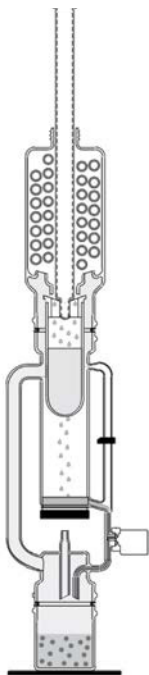


Extraktion

Die Probe kommt in einer Glasprobenhülle oder Papierhülle in das Extraktionsgefäß. Am Bedienfeld kann einer der vier verfügbaren Extraktionsmodi ausgewählt und für das Programm definiert werden.

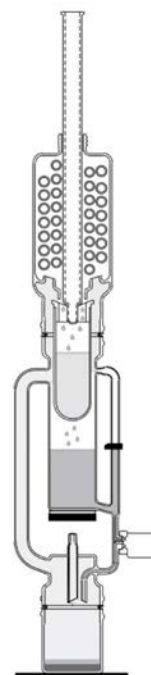
- Soxhlet-Standard
- Soxhlet-Warm
- Heiextraktion
- Durchlaufverfahren

Während des gesamten Prozesses (Schritt 1 bis 9) kann zur Vermeidung der Oxidation des Analyts ein Inertgas, wie Stickstoff, zugeführt werden. Bei hitzeempfindlichen Analyten kann zu Beginn der Extraktion ein Keeper (höhersiedendes Lösungsmittel) zugegeben werden, um ein Einengen bis zur Trockenheit zu vermeiden.



Spülung

Nach Abschluss der Extraktion öffnet sich das Glasventil und eine gründliche Spülung wird durchgeführt. Danach wird die Glasprobenhülle automatisch angehoben. Während des Spülvorgangs wäscht das kondensierte Lösungsmittel letzte Spuren der löslichen Substanz aus der Probe und vom Extraktionsgefäß.

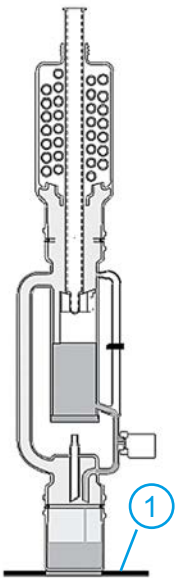


Trocknung

Nach dem Ende des Spülvorgangs schließt sich das Glasventil, während das untere Heizelement wieder aktiviert wird. Nun erfolgt die Lösungsmittelrückgewinnung. Das Lösungsmittel wird verdampft, im Kühler kondensiert und im Extraktionsgefäß gesammelt. Am Ende des Trocknungsvorgangs wird das gesamte Lösungsmittel verdampft und zur Wiederverwendung im Extraktionsgefäß gesammelt.

Extraktion – Schritt 1

Der Extraktionsprozess findet in Schritt 1 statt. Die Probe wird in die Glasprobenhülse oder Papierhülse gegeben. Die Lösungsmittelzugabe erfolgt von oben durch den Kühler oder direkt in den Becher. Die Extraktion erfolgt abhängig vom gewählten Verfahren. Zur Wahl stehen vier verschiedene Extraktionsverfahren.



Soxhlet-Standard

Beim Soxhlet-Standard-Verfahren handelt es sich um eine echte Soxhlet-Extraktion, wie vom Glasgerät bekannt. Das Lösungsmittel wird mit Hilfe des unteren Heizelements erhitzt und verdampft. Das obere Heizelement ist deaktiviert. Der Dampf steigt in den Kühler. Das kondensierte Lösungsmittel fließt durch das Kondensationsrohr hinunter in das Extraktionsgefäß, in dem sich die Probe befindet. Das kondensierte Lösungsmittel wird bei geschlossenem Glasventil im Extraktionsgefäß gesammelt. Die Probe wird extrahiert. Das Lösungsmittelniveau steigt bis zur Lichtschranke. Immer wenn das Lösungsmittelniveau die Lichtschranke erreicht, wird das Lösungsmittel mit den extrahierten Verbindungen durch Öffnen des Magnetventils in den Becher abgelassen. Das Glasventil bleibt geöffnet, bis das Extraktionsgefäß leer ist. Ein Zyklus ist abgeschlossen. Die Anzahl der Zyklen bzw. die Zeit definiert die Dauer des Extraktionsprozesses. Sobald die programmierte Anzahl von Zyklen erreicht bzw. die Extraktionszeit abgelaufen ist, werden alle Ventile geöffnet und das Lösungsmittel in den Becher abgelassen. Nun geht das Programm zum nächsten Schritt über.

1 = Unteres Heizelement aktiviert

Soxhlet-Warm

Beim Soxhlet-Warm-Verfahren handelt es sich um eine echte Soxhlet-Extraktion, wie vom Glasgerät bekannt. Die Extraktion erfolgt unter optimierten Bedingungen, da das Soxhlet-Extraktionsgefäß zusätzlich aufgeheizt wird.

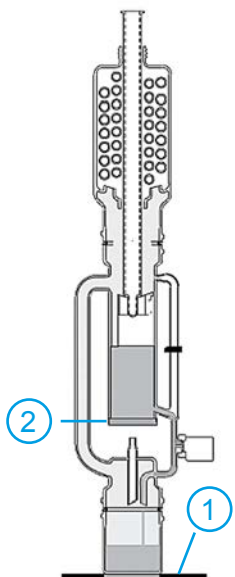
- Das Lösungsmittel wird mit Hilfe des unteren Heizelements erhitzt und verdampft. Der Dampf steigt in den Kühler. Das kondensierte Lösungsmittel fließt durch das Kondensationsrohr hinunter in das Extraktionsgefäß, in dem sich die Probe befindet. Das kondensierte Lösungsmittel wird bei geschlossenem Glasventil im Extraktionsgefäß gesammelt. Die Probe wird extrahiert.

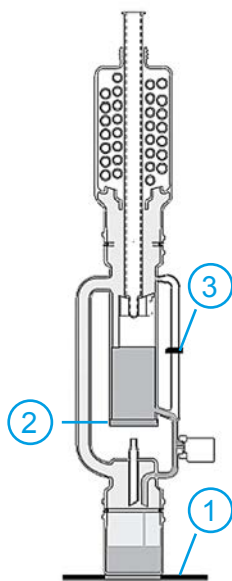
- Das Lösungsmittelniveau steigt bis zur Lichtschranke.

- Immer wenn das Lösungsmittelniveau die Lichtschranke erreicht, wird das Lösungsmittel mit den extrahierten Verbindungen durch Öffnen des Magnetventils in den Becher abgelassen. Das Glasventil bleibt geöffnet, bis das Extraktionsgefäß leer ist. Ein Zyklus ist abgeschlossen. Nach Abschluss des ersten Zyklus (erste Erkennung des Lösungsmittelniveaus durch die Lichtschranke) wird zusätzlich das obere Heizelement aktiviert und erwärmt das Lösungsmittel im Extraktionsgefäß.

Die Anzahl der Zyklen bzw. die Zeit definiert die Dauer des Extraktionsprozesses. Sobald die programmierte Anzahl von Zyklen erreicht bzw. die Extraktionszeit abgelaufen ist, werden alle Ventile geöffnet und das Lösungsmittel in den Becher abgelassen. Das obere Heizelement wird deaktiviert. Nun geht das Programm zum nächsten Schritt über.

1 = Unteres Heizelement aktiviert, 2 = Oberes Heizelement aktiviert





Soxhlet-Warm

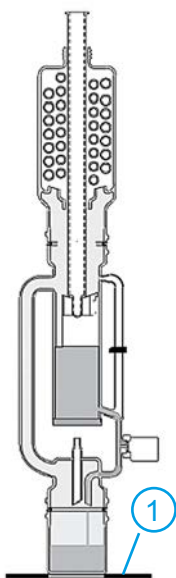
Bei einer Heißextraktion wird die Probe in das kochende Lösungsmittel gegeben und extrahiert. Diese Methode wird auch als Randall- oder Goldfisch-Extraktion bezeichnet.

Das Lösungsmittel wird mit Hilfe des unteren Heizelements erhitzt und verdampft. Der Dampf steigt in den Kühler. Das kondensierte Lösungsmittel fließt durch das Kondensationsrohr hinunter in das Extraktionsgefäß, in dem sich die Probe befindet. Das kondensierte Lösungsmittel wird bei geschlossenem Glasventil im Extraktionsgefäß gesammelt. Die Probe wird extrahiert.

- Das Lösungsmittelniveau steigt bis zur Lichtschranke.
- Immer wenn das Lösungsmittelniveau die Lichtschranke erreicht, öffnet sich das Glasventil kurz und einige Milliliter des heißen Lösungsmittels mit den extrahierten Verbindungen werden in den Becher abgelassen. Nach dem ersten Ablassen wird das obere Heizelement aktiviert und das Lösungsmittel im Extraktionsgefäß erwärmt. Aufgrund des konstanten Austausches von frischem und gebrauchtem Lösungsmittel wird die Extraktionseffizienz verbessert.
- Während des Extraktionsprozesses bleibt das Lösungsmittelniveau im Bereich der Lichtschranke.

Sobald die programmierte Extraktionszeit abgelaufen ist, werden alle Ventile geöffnet und das Lösungsmittel in den Becher abgelassen. Das obere Heizelement wird deaktiviert. Nun geht das Programm zum nächsten Schritt über.

1 = Unteres Heizelement aktiviert, 2 = Oberes Heizelement aktiviert,
3 = Lösungsmittelniveau bleibt im Bereich der Lichtschranke



Durchlaufverfahren

Das Durchlaufverfahren wird auch als Twisselmann-Extraktion bezeichnet. Bei diesem Verfahren handelt es sich um ein Auswaschen unter kontrollierten Bedingungen.

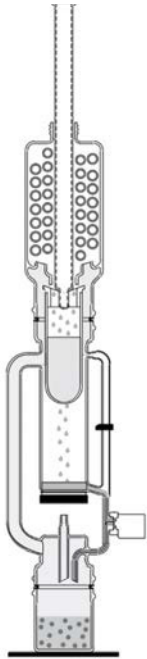
- Das Lösungsmittel wird mit Hilfe des unteren Heizelements erhitzt und verdampft.
- Der Dampf steigt in den Kühler. Das kondensierte Lösungsmittel fließt das Kondensationsrohr hinunter durch die Probe in den Becher.
- Das Glasventil ist während des gesamten Extraktionsprozesses geöffnet. Die Lichtschranke ist deaktiviert. Die Probe wird gründlich gespült.

Wenn die programmierte Zeit abgelaufen ist, befindet sich das Lösungsmittel im Becher und das Programm wechselt zum nächsten Schritt.

1 = Unteres Heizelement aktiviert

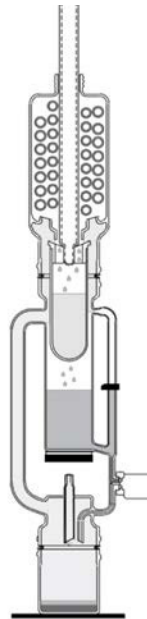
Spülung – Schritt 2

Sobald die Extraktion (Schritt 1) abgeschlossen ist (die programmierte Anzahl Zyklen ist erreicht bzw. die Extraktionszeit ist abgelaufen), öffnet sich auf allen Positionen das Glasventil und das Lösungsmittel wird in den Becher abgelassen. Das Lösungsmittel verdampft, steigt in den Kühler, kondensiert und fließt das Kondensationsrohr hinunter durch die Probe in den Becher. Das kondensierte Lösungsmittel wäscht letzte Spuren der löslichen Substanz aus der Probe und vom Extraktionsgefäß (Reinigung der Glasteile).



Keine Parameter in Schritt 3 bis 9 eingeben, wenn das Programm nach Schritt 2 (ohne Trocknung) stoppen soll. Nur in diesem Fall verbleibt das Lösungsmittel mit dem Extrakt am Ende des Spülschritts im Becher. Das Glasventil ist während des gesamten Spülvorgangs geöffnet. Dieses Verfahren eignet sich besonders für flüchtige bzw. hitzeempfindliche Analyte.

Nach Ablauf der Spülzeit (Schritt 2) wechselt das Programm zu Schritt 2a. Die Proben werden automatisch angehoben. Dann schließt das Ventil und das Lösungsmittel verdampft, steigt in den Kühler und kondensiert. Das gerade kondensierte Lösungsmittel wird im Extraktionsgefäß gesammelt. Wenn das Lösungsmittel vollständig verdampft ist, werden automatisch einige Milliliter Lösungsmittel in den Becher abgelassen. Dieses Lösungsmittel verdampft wieder, der Sensor des Heizelements erkennt einen Temperaturanstieg und erneut werden einige Milliliter Lösungsmittel abgelassen. Dieser Vorgang wird dreimal wiederholt. Nach dem dritten Mal verbleiben mehrere Milliliter Lösungsmittel im Becher. Das Heizelement wird automatisch abgeschaltet und die Position geht in den Wartemodus. Innerhalb von 30 Minuten, bevor das Programm zu Schritt 3 wechselt, sollten alle Positionen diesen Status erreichen. Andernfalls wird an der entsprechenden Position Error 5 angezeigt.



Trocknung – Schritt 3

Wenn das Programm zu Schritt 3 wechselt, heizen die Heizelemente erneut wie im Programm festgelegt. Üblicherweise wird die Heizleistung reduziert, um ein Überhitzen des Extrakts zu vermeiden. Das Lösungsmittel wird bei geschlossenem Ventil verdampft und im Extraktionsgefäß gesammelt. Die nachfolgenden Schritte ermöglichen eine schrittweise Reduktion der Heizleistung für eine schonende Trocknung.

Die Inertgasoption erlaubt eine Trocknung unter Inertgas. Die Option wird durch Drücken der Taste INERT GAS (Display) im entsprechenden Schritt aktiviert und bleibt bis zum Ende dieses Schrittes oder des kompletten Programms aktiv. Bei sauerstoffempfindlichen Analyten wird während der Verarbeitung Inertgas zugeführt. Hitzeempfindliche Analyte sollten nicht bis zur völligen Trockenheit extrahiert werden. Zur Vermeidung einer Überhitzung des Analyts empfiehlt sich die Zugabe eines Keeper vor der Extraktion.

Analyt = Probe / Analysenmaterial

Keeper = höhersiedendes Lösungsmittel

Chiller = Kälteerzeuger

Hydrolyse = Spaltung einer chemischen Verbindung durch Wasser oder unter Mitwirkung eines Katalysators

Extraktion = Trennverfahren bei dem eine oder mehrere Komponenten aus dem Extraktionsgut herausgelöst werden

Innertgas = Gase die sehr Reaktionsträge sind, also sich an nur wenigen Reaktionen beteiligen

H. Twisselmann: Chemiker nach dem ein Extraktionsverfahren benannt wurde

Franz von Soxhlet: deutscher Agrikulturchemiker geboren am 13. Januar in Brünn, gestorben am 5. Mai 1926 in München, Entwickler und Namensgeber für den Soxhlet Apparat