

# Diverse Extraktionsverfahren

aus dem Portfolio der Firma Büchi Labortechnik AG Flawil (Teil1)

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

## Die verschiedenen Extraktionsgeräte und deren Einsatzgebiete im Labor

Das erste Gerät ist der sogenannte Speed Extractor E 914, E 916 welches die beste Lösung für Lösungsmittelextraktion unter Druck (PSE) darstellt. Da in diesem Gerät keine Glaskomponenten verwendet werden, werde ich auf dieses Gerät nicht näher eingehen.



Speed Extractor E 914 / E 916

### Die Heißextraktion

Die Heißextraktion E 812, E 816 ist die von den Glas-komponenten einfachste Extraktion und eignet sich deshalb perfekt für schnelle routinemäßige Fettanalysen. Sie besteht aus einer Glasprobenhülse mit Fritte, Heißextraktionsbecher und dem Kühler.

### Funktionsprinzip einer Heißextraktion

Die Extraktionseinheit E-812, E-816 HE dient zur schnellen und produktschonenden Extraktion von Fett aus Lebens- und Futtermitteln. Die Probe wird dabei in heißem Lösungsmittel extrahiert. Der Extraktionsprozess besteht aus den drei nachfolgend beschriebenen Schritten.

#### Schritt 1 - Extraktion

Das Lösungsmittel verdampft und der Dampf steigt in den Kühler. Von dort fließt das kondensierte Lösungsmittel in den 10 ml Auffangtrichter. Ist diese Aufnahme voll, läuft das Lösungsmittel durch die fünf Öffnungen des Auffangtrichters zurück in die Probe.

Das Lösungsmittelventil ist geschlossen. Die Probe verbleibt im heißen Lösungsmittel. Das Lösungsmittelniveau bleibt konstant. Ist die programmierte Extraktionszeit abgelaufen, geht das System zum nächsten Schritt über.

#### Schritt 2 - Spülung

Das Tankventil an der Rückseite der Einheit öffnet sich nun periodisch (der Standardwert von 15 Minuten kann im Parameter "Drain interval" in der Software angepasst werden) und entfernt etwa 10 ml Lösungsmittel aus dem Prozess. Das Lösungsmittelniveau sinkt.

Ist die programmierte Spülzeit abgelaufen, geht das System zum nächsten Schritt über.

#### Schritt 2 - Spülung

Das Tankventil ist geöffnet. Das verbleibende Lösungsmittel läuft ab. Schließlich wird das Extrakt so weit wie möglich getrocknet.

Ist die programmierte Spülzeit abgelaufen, geht das System zum nächsten Schritt über.

### Umlaufkühler B-740/41 oder vergleichbares Modell

Verwenden Sie beim Betrieb mit dem BÜCHI Umlaufkühler B-740/41 oder einem gleichartigen Modell eines anderen Herstellers den Adapter (siehe Abbildung unten) zum Anschluss des Wassereingangs mit dem Chillerausgang. Sicherstellen, dass die Axialdichtung eingelegt ist. Empfohlene Temperatur: 10 °C.

### Vorbereiten einer Extraktion

Zur Vorbereitung des Geräts für eine Extraktion folgendermaßen vorgehen:

- Saubere Lösungsmittelbecher mit je drei Siedesteinen 30 Minuten lang im Trocknungsofen trocknen. Becher im Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen lassen und wiegen.
- Proben wie erforderlich in den Glasprobenhülsen mit Fritten oder in den Papierhülsen vorbereiten, z.B. Hydrolyse und/oder Trocknung.
- Vorbereitete Glasprobenhülse oder Papierhülse mit dem entsprechenden Halter in den Lösungsmittelbecher stellen.
- Befüllen Sie die Becher direkt mit organischem Lösungsmittel.
- Becher in die entsprechenden Positionen direkt auf die Heizplatte stellen.
- Rack absenken.
- Belegte Positionen aktivieren.
- Gespeichertes Programm auswählen oder neues eingeben.
- Kühlwasserdurchfluss starten oder angeschlossenen Chiller einschalten.
- Extraktionsprozess starten.
- Nach Abschluss der Extraktion wird das gesamte Lösungsmittel im Tank gesammelt.

### Nach dem Extraktionsprozess

Der Abschluss eines Extraktionsprozesses wird im Display und durch einen Signalton angezeigt (sofern diese Funktion in den Geräteeinstellungen ausgewählt ist).

Nach dem Ende des Extraktionsprozesses folgendermaßen vorgehen:

- Bestätigen Sie die Meldung auf der Anzeige, indem Sie die Rückwärts-Taste drücken.
- Lösungsmitteltank entleeren.
- Rack anheben.
- Glasprobenhülsen oder Papierhülsen vorsichtig mit Hilfe der Zange aus den Bechern entfernen.
- Glasprobenhülsen oder Papierhülsen auf ein Tuch legen und unter dem Abzug trocknen lassen.
- Becher bei 100 °C in einem Trocknungsofen oder bei 200 mbar und 70 °C in einem Vakuumtrockenschrank trocknen, bis ihr Gewicht konstant ist.
- Becher in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen lassen.
- Becher wiegen und den, aus dem Gewicht resultierenden Fettgehalt berechnen.

### Glasteile

Alle Glasteile regelmässig auf Beschädigungen (Kratzer, Risse und abgesplitterte Stellen) prüfen.

#### Becher

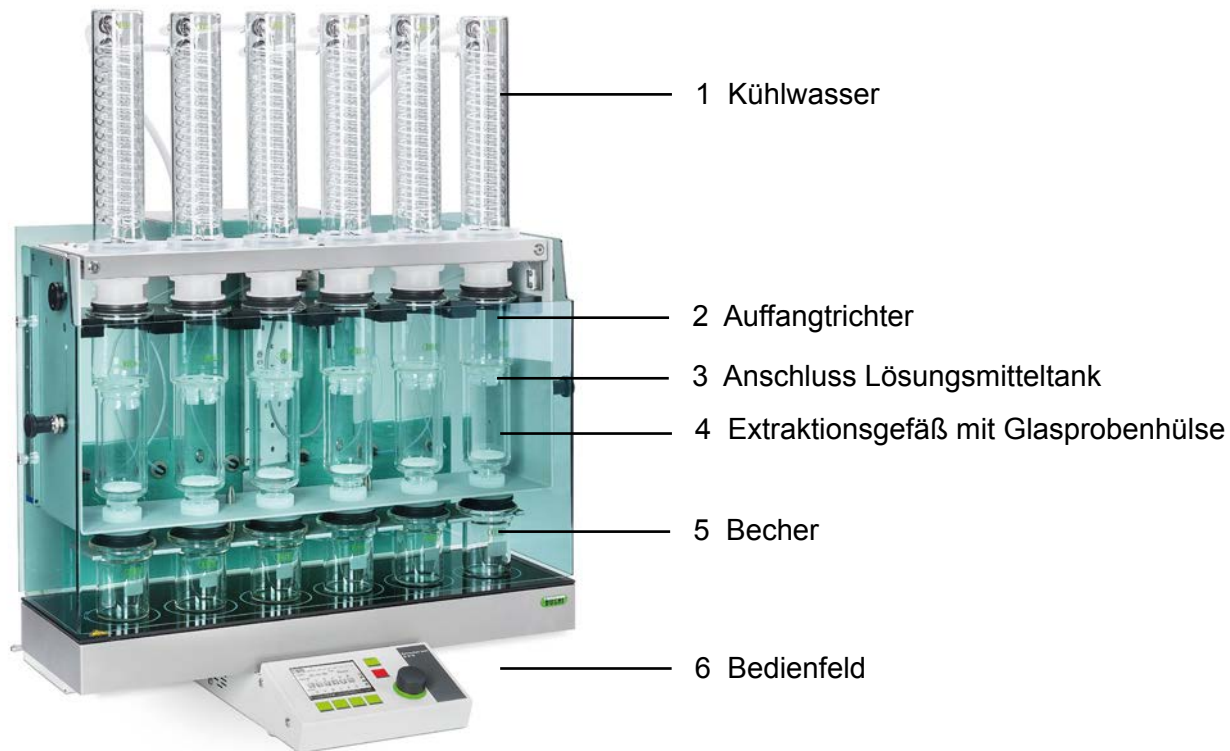
Becher nach der Extraktion mit heißem Wasser und Geschirrspülmittel spülen und mit einer Bürste sorgfältig reinigen. Anschließend in einer Laborspülmaschine waschen.

#### Probengläser

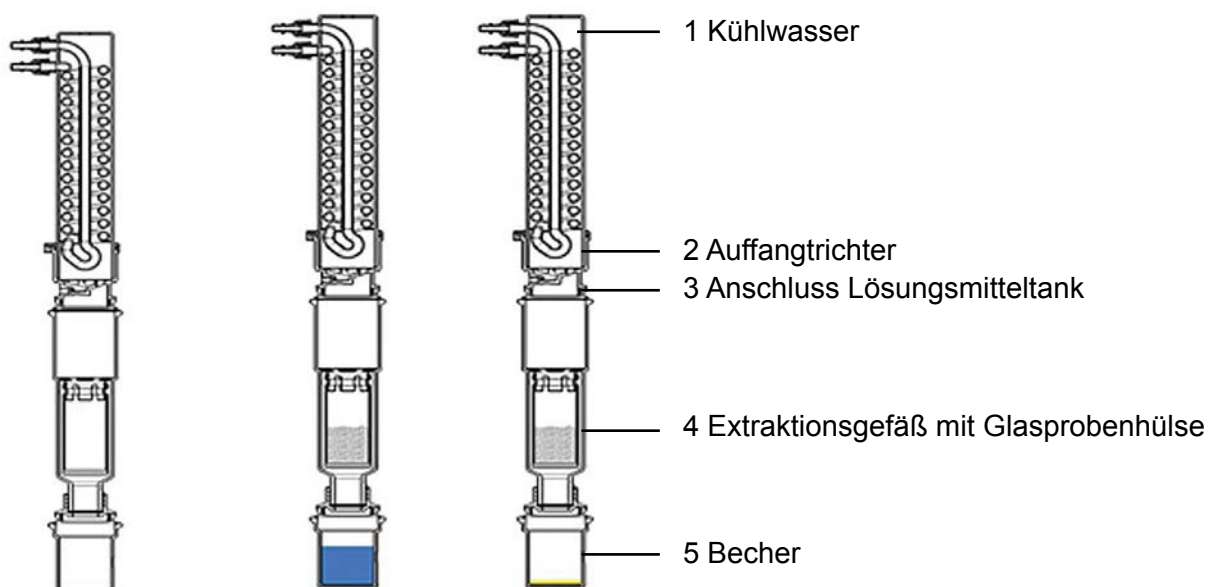
Probengläser in einem Abfallbehälter entleeren und mit Wasser spülen. Sie können ebenfalls im Geschirrspüler gewaschen werden. Sicherstellen, dass sie nicht in Kontakt mit den Düsen kommen. Alle Glasteile mit Ausnahme der Kühlspirale müssen vor dem erneuten Gebrauch sauber und trocken sein. Die Glasteile können in einem Trocknungsofen 30 Minuten bei 100 °C oder in einem Vakuumtrockenschrank 20 Minuten bei 70 °C getrocknet werden. Glasteile anschließend vor der erneuten Verwendung langsam auskühlen lassen, da sie heiß/warm unter zu hoher Spannung stehen.

## Die Twisselmann Extraktion

### Funktionsprinzip einer kontinuierlichen Extraktion (Twisselmann)



Die Extraktionseinheit E-816 ECE dient zur schnellen und produktschonenden Extraktion von Fett aus Lebens- und Futtermitteln. Die Probe wird ständig in heißem Lösungsmitteldampf gehalten, während sie effizient mit frisch destilliertem Lösungsmittel gespült wird. Der Extraktionsprozess besteht aus den zwei nachfolgend beschriebenen Schritten.



Schematische Darstellung einer Extraktionsposition

## 1. Extraktion

Das Lösungsmittel verdampft und der Dampf steigt in den Kühler. Von dort fließt das kondensierte Lösungsmittel in den 10 ml Auffangtrichter. Ist die Aufnahme voll, läuft das Lösungsmittel durch die fünf Öffnungen des Auffangtrichters zurück in die Probe.

Das Tankventil ist geschlossen.

Die Probe wird ständig in heißem Lösungsmitteldampf gehalten, während sie effizient mit frisch destilliertem Lösungsmittel gespült wird.

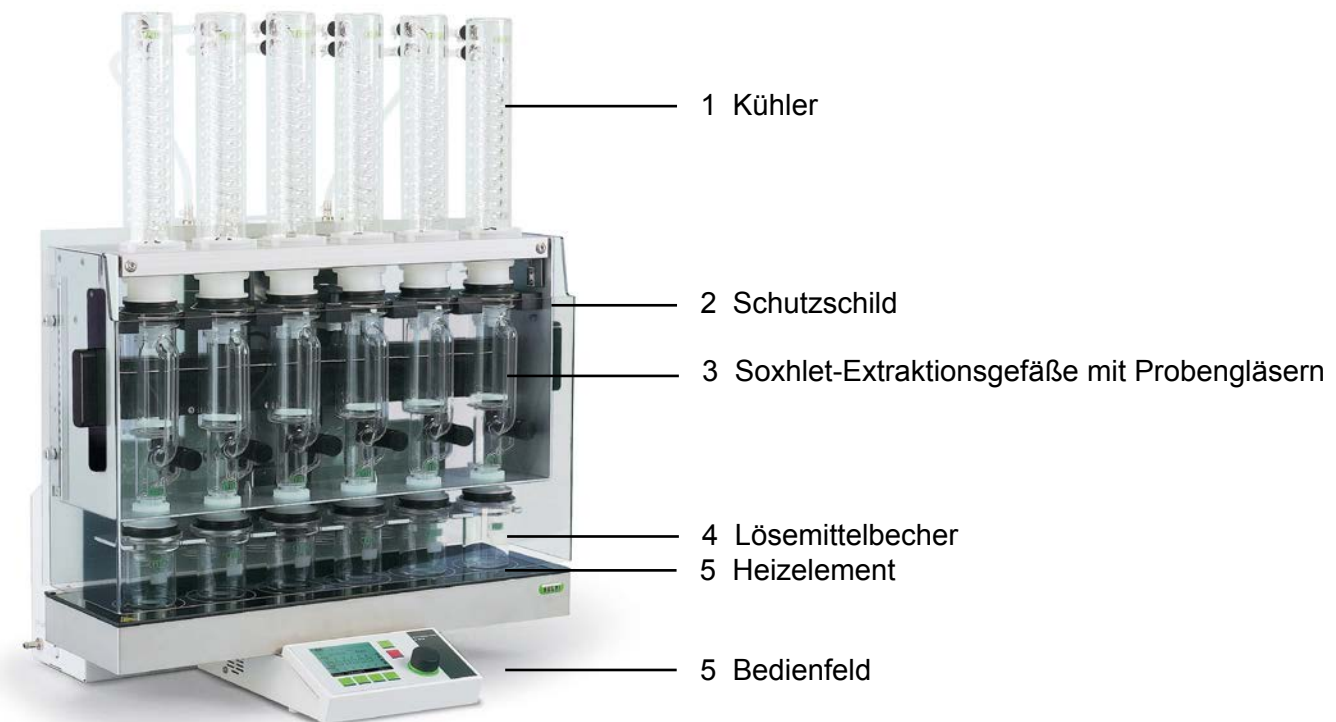
## 2. Trocknung

Das Tankventil ist geöffnet. Das Lösungsmittel läuft ab. Schließlich wird das Extrakt so weit wie möglich getrocknet. Das Glasventil ist noch immer geöffnet.

## Lösungsmittelsammlung

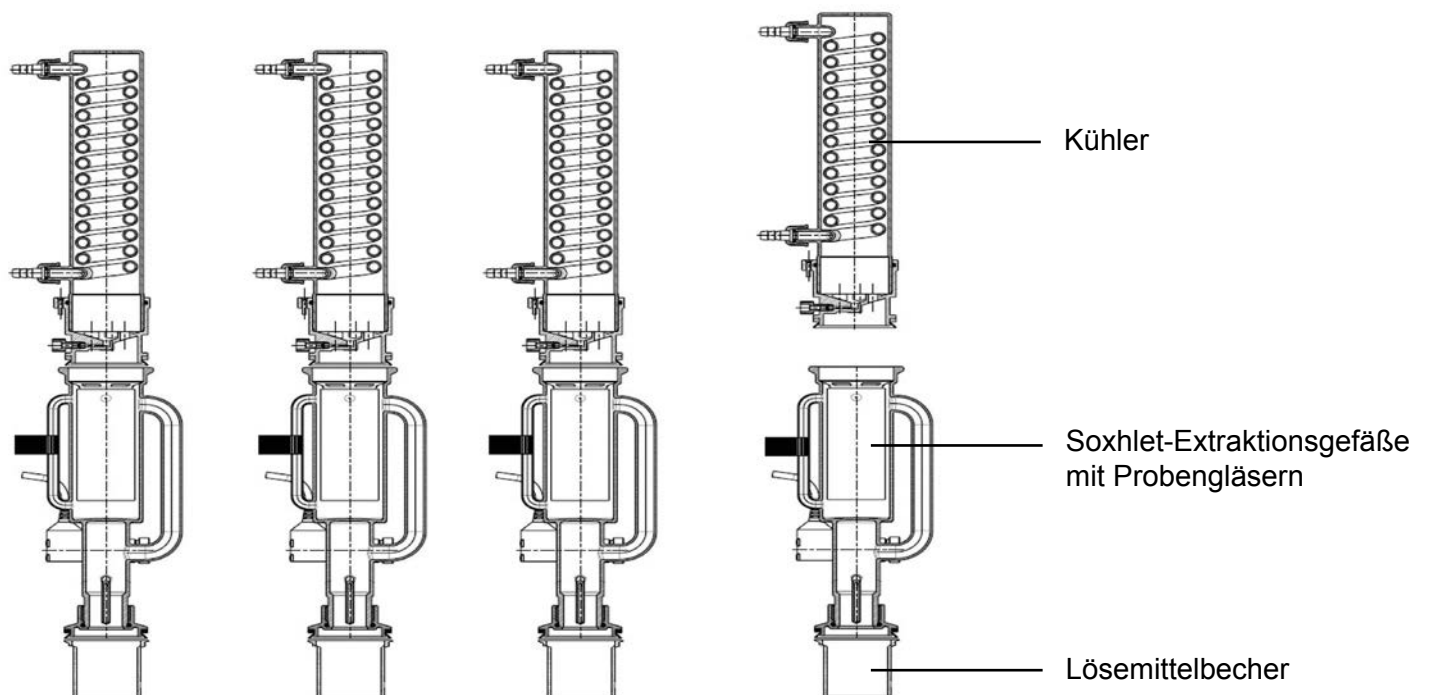
Nach Abschluss der Extraktion wird das gesamte Lösungsmittel im Tank gesammelt.

## Die Extraktion nach Soxhlet



## Funktionsprinzip einer Soxhlet-Extraktion

Die Extraktionseinheit E-812 / E-816 Soxhlet dient zur schnellen und produktschonenden Extraktion von Fett aus Lebens- und Futtermitteln. Die Probe wird dabei in Durchgangszyklen extrahiert. Der Extraktionsprozess besteht aus den drei nachfolgend beschriebenen Schritten.



Schematische Darstellung einer Extraktionsposition

### Schritt 1 - Extraktion

Das Lösungsmittel verdampft und der Dampf steigt in den Kühler. Von dort fließt das kondensierte Lösungsmittel in den 10 ml Auffangtrichter. Ist die Aufnahme voll, läuft das Lösungsmittel durch die fünf Öffnungen des Auffangtrichters zurück in die Probe. Tankventil und Glasventil sind geschlossen. Das Lösungsmittelniveau steigt bis zur Lichtschranke. Die Probe wird extrahiert.

Die Lichtschranke erkennt den Lösungsmittelstand und öffnet das Glasventil. Das Lösungsmittel mit dem Extrakt fließt zurück in den Lösungsmittelbecher.

Ist die programmierte Anzahl von Zyklen erreicht bzw. die Extraktionszeit abgelaufen, geht das System zum nächsten Schritt über.

### Schritt 2 - Spülung

Das Glasventil ist geöffnet. Das kondensierte Lösungsmittel fließt in den Auffangtrichter, tropft in das Extraktionsgefäß hinunter und fließt zurück in den Becher. Ist die programmierte Spülzeit abgelaufen, geht das System zum nächsten Schritt über.

### Schritt 3 - Trocknung

Das Tankventil ist geöffnet. Das Lösungsmittel läuft ab. Schliesslich wird das Extrakt so weit wie möglich getrocknet. Das Glasventil ist noch immer geöffnet.

### Lösungsmittelsammlung

Nach Abschluss der Extraktion wird das gesamte Lösungsmittel im Tank gesammelt.



### Gerätefunktion

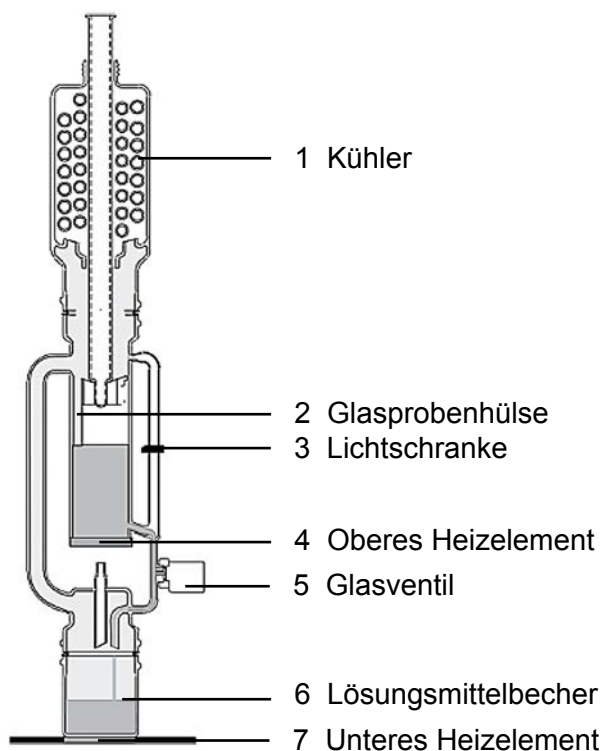
In das Extraktionssystem B-811 sind mehrere wichtige Komponenten integriert, die den Einsatz des Gerätes für verschiedene Anwendungen im Bereich der Fest-Flüssig-Extraktion ermöglichen.

Lösungsmittel und Extrakt gelangen nur mit Glas und PTFE in Berührung. Dies erlaubt die Nutzung des Geräts für Rückstandsanalytik-Anwendungen (z.B. Umweltanalytik).

Die Extraktions- und Trocknungsschritte können unter Inertgas durchgeführt werden. Dies verhindert eine Oxidation des Extrakts und ermöglicht ein schonendes und effizientes Einengen bzw. Trocknen des Extrakts.

Mit der verstellbaren Lichtschranke kann die benötigte Lösungsmittelmenge dem Probenvolumen angepasst werden. Jede Extraktionsposition verfügt über 2 Heizelemente. Die vier integrierten Extraktionsmodi können somit ohne Umbau oder Demontage von Glasteilen genutzt werden.

Das Bedienfeld erlaubt eine einfache Programmierung und Speicherung der Extraktionsparameter. Bis zu 50 Programme mit bis zu 9 Schritte können gespeichert werden. Das Extraktionsverfahren ist für jedes Programm frei wählbar. Der integrierte Schutzschild schützt den Bediener bei Glasbruch. Gleichzeitig vermindert es den Wärmeverlust nach außen und erhöht damit die Verdampferleistung.



Extraktionssystem B-811

Der gesamte Extraktionsprozess wird über das Bedienfeld definiert und folgt einem festgelegten Programm. Der Extraktionsprozess besteht aus drei Einzelschritten (Extraktion, Spülung und Trocknung) und läuft automatisch, anhand der im Programm definierten Parameter ab.

**Die Fortsetzung (Teil 2), finden Sie in der nächsten Ausgabe der VDG.**