

传统萃取到微波萃取



1 引言

传统萃取方法如索氏萃取，常常受限于几个缺点

此类方法时间长——索氏萃取时间从几个小时到几天——试剂的量要很多，并无法自动化

微波萃取 (MAE) 可避免这些弊端。时间15-30分钟，试剂6-50ml，这跟传统方法比起来，微波萃取是个有效和广泛接受的加速萃取应用的方法要想成功的微波萃取需要考虑以下因素

2 仪器

Multiwave PRO SOLV可用于有机试剂，只要安装Safety Module SOLV.此附件非常容易升级到Multiwave PRO上

根据萃取的温度可选SOLVMF100(200℃) 或 SOLV HF100 (240℃)。

萃取中测定参比管内部温度是必应的，而对所有反应管的红外温度监控则防止能过热及爆管建议配置P/T传感器

当样品量超过2-3克时强烈建议配置磁力搅拌以获得较好的萃取效率。不建议样品量超过10克。

3 选择反应管

选择反应管的基本准则是根据萃取的温度。注意所选试剂在目标温度下的蒸汽压会不会超过所选反应管条件。下表1中是常见试剂蒸汽压达18bar的温度

表 1: 达18 bar的温度

| 试剂 | 温度 (°C) | 需加热子 |
|------|---------|------|
| 二氯甲烷 | 157 | ● |
| 甲醇 | 161 | |
| 丙酮 | 174 | |
| 乙醇 | 176 | |
| 氯仿 | 187 | ● |
| 四氢呋喃 | 193 | |
| 正己烷 | 201 | ● |
| 乙酸乙酯 | 201 | ● |
| 水 | 207 | |
| 乙腈 | 208 | |
| 环己烷 | 219 | ● |
| 甲苯 | 255 | ● |

防爆膜打开的压力是22bar，以防有不可控自发反应。

SOLV MF100反应管（带PEEK外套管）的反应温度可达200℃，更高则需SOLV HF100(陶瓷外套管)

若要使用混合试剂，蒸汽压最高的试剂决定反应管内压力。例如，1:1的丙酮正己烷混合试剂在160-170℃，管内压力取决于丙酮（图5）

4 试剂选择

正确的试剂配比选择对萃取结果的非常重要的。经典萃取方法使用的试剂可提供好的参考。
1:1丙酮和正己烷在微波萃取中得到了广泛的认可

需要注意的是试剂对微波的吸收效率（表2）。试剂极性越强微波下加热效率越高。

需注意随温度升高，加热效率会大幅降低。

表2: 不同试剂在微波下的加热效率

| 好(极性) | 中 | 差（非极性） |
|-------|------|--------|
| 甲醇 | 水 | 二氯甲烷 |
| 乙醇 | 乙腈 | 氯仿 |
| 丙醇 | 丙酮 | 正己烷 |
| 丁醇 | 乙酸乙酯 | 环己烷 |
| | 四氢呋喃 | 甲苯 |
| | | 二甲苯 |

当使用低加热效率的试剂时，微波能量会被反应管、转子或传感器吸收而造成损坏。为避免此类事情，弱吸收的试剂应改变配比或掺入强吸收的试剂。两种选择：加入极性试剂（至少8ml）；
使用辅助加热子

在MF/HF反应管中最低试剂量为8ml详情参考D19IA073EN文档

5 样品量

由于不会有自发反应，样品量不会像微波消解那么严格。为得到合适的萃取效果，样品与试剂的比例至少为1:5，最好是1:10

样品量超过2-3g建议选配磁力搅拌。不建议超过10g即使有磁力搅拌。

若参比管内无法确保有效混匀（如高样品量，高含量样品），参比管内可只放纯试剂，无样品无磁子。用此方式萃取潮湿样品时要小心。由于样品含水及试剂吸收微波能量大大超过参比管，可能导致防爆膜打开。

6 萃取程序

萃取最好有温度压力传感器运行温度程序。

加热坡度取决于混合试剂的类型和量，使用加热子的数量，反应管数量及最大功率。反应管数增加或使用加热子在低吸收试剂时应拉长加热坡度（使用“定时升温”加热模式）。通常在10-15分钟达到萃取温度。萃取温度的取决于多个因素，萃取温度高会增加萃取效率，但可能限制分析物的稳定、样品基体行为（如塑料样品融化）或无效成分的萃取。

另外最高萃取温度也可能被试剂的蒸汽压限制。蒸汽压图（图1）提供了探索合适反应条件所需信息。参考D19IA073EN蒸汽压表。常见试剂的温度限值在表1.在编辑方法时不要超过此温度限值以免防爆膜打开！

创建温度程序时建议低于这些温度限值
5-10 °C。设置红外温度应低于温度压力传感器所测得内部温度30 °C。例如，最大内部温度120 °C，红外温度应为90 °C。

7 标准方法

有几个微波萃取标准方法

- **ASTM D 6010**-用封闭容器微波溶剂从固体基质中萃取有机化合物的规程
- **ASTM D 5765**用封闭式容器微波加热法从土壤和沉积物中溶剂萃取全部石油烃类的标准实施规程
- **EPA 3546** 土壤、粘土、沉积物、污泥和固体废物中水溶性或微溶性有机物提取规程

这些方法都是使用1:1丙酮正己烷，在温度100-150 °C，样品量2-20g
即时当前分析任务和标准方法不同，这些也是可以对方法开发提供很好的参考。**EPA**方法已整合到Multi wave PRO SOLV方法库中。

8 蒸汽压数据

图1显示了几种试剂的蒸汽压变化16SOLV MF100 / HF100的限值

可见丙酮达到防爆膜打开压力2.2bar低于200 °C，而正己烷和环己烷200-240 °C。

表2到4显示了基于计算和实验情况下的蒸汽压图若在高温下使用非极性试剂会稍有不同，由于温度压力传感器的液压系统在过热情况。如用混合试剂，低沸点的试剂比例，决定了蒸汽压决定了此蒸汽压。图5显示了1:1丙酮正己烷变化

9 特别提示

当萃取塑料材料，萃取温度不能太高。否则样品会膨胀甚至融化。这会导致萃取效率降低由于试剂和被分析物被样品基体包裹。若萃取不完全，增加萃取时间而不是温度。
若是空白试剂加到参比管内，必须跟样品试剂保持一致。当萃取潮湿样品时应注意（如**EPA 3645**中的土壤），参比管内也必须加相似含量的水。具体的量要提前测定。
由于大量的分析方法和潜在的分析物与样品基体互相影响，萃取方法的适用性须通过分析之后来改变。萃取效率是肉眼难以评判的

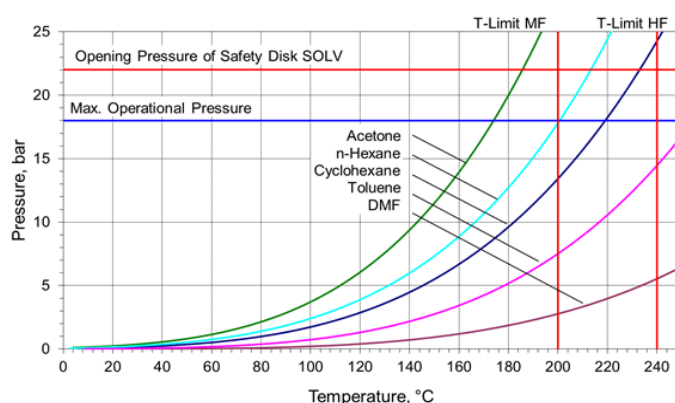


Fig. 1 蒸汽压及限值

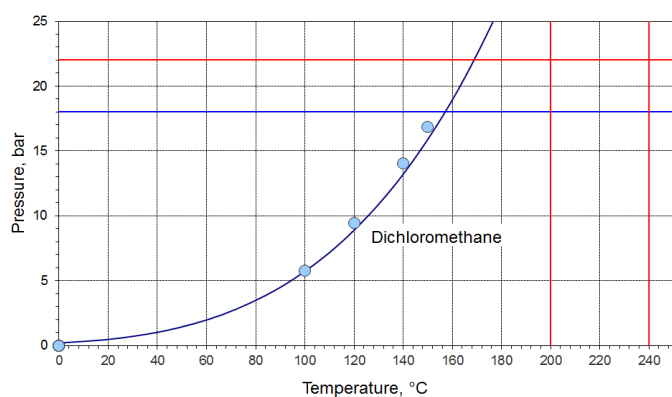


Fig. 2 二氯甲烷蒸汽压 (— 计算数据, ● 测量数据)

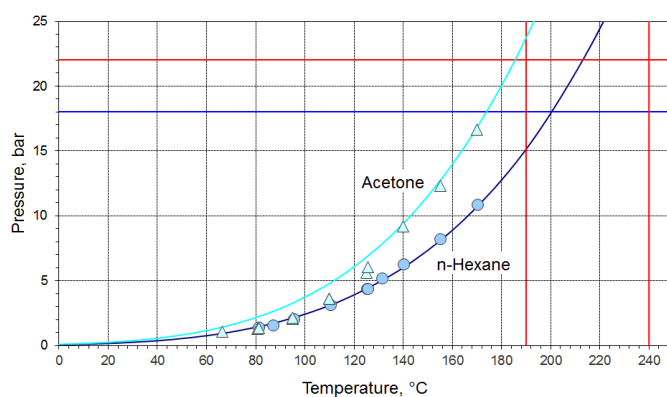


Fig. 4 丙酮蒸汽压(▲) 正己烷 (●)(— 计算数据, ▲● 测量数据)

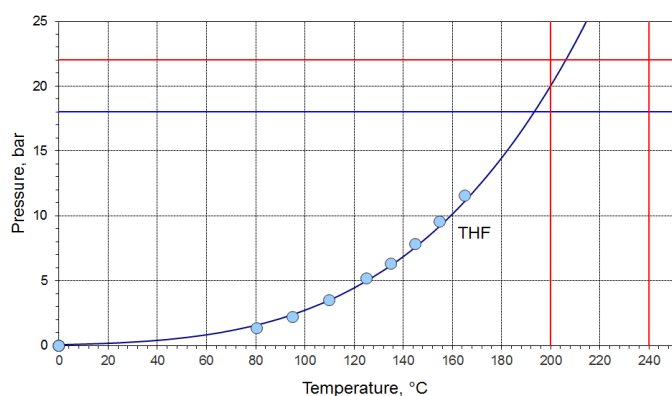


Fig. 3 四氢呋喃蒸汽压 (— 计算数据, ● 测量数据)

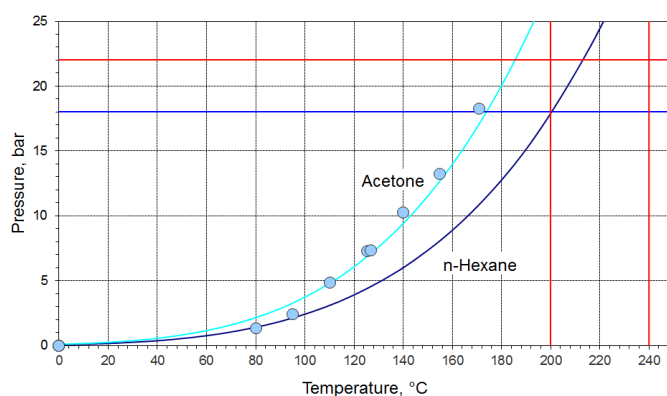


Fig. 5 1:1丙酮正己烷 (— 计算数据, ● 测量数据)

Contact Anton Paar GmbH:

Tel: +43 316 257-0

Fax: +43 316 257 257

asc@anton-paar.com

www.anton-paar.com