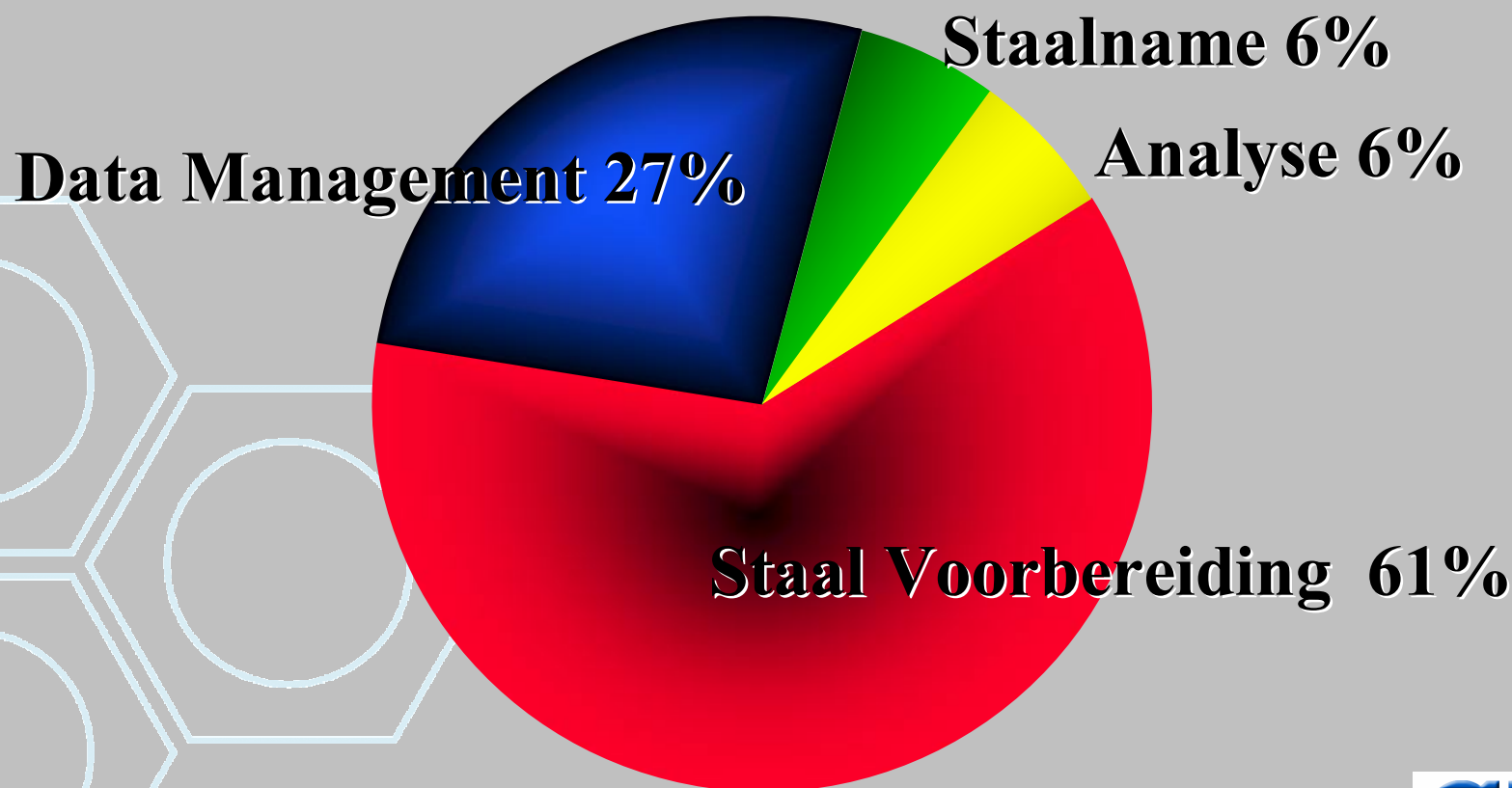


Microwave Assisted Solvent Extraction (MASE)

A better way to prepare samples
for GC- and HPLC Methods

Waarom een nieuwe extractietechniek?



Problemen bij de klassieke Extractiemethoden

Methoden: Soxhlet, Sonicatie, Scheidtrechter
Shaking,...

Problemen: Tijd (x hours), Solventverbruik (x 100 ml)
Gasvorming (solvent)

EPA SW846 Method 3546-MASE

voor

- Semivolatile Organics
- Organohosphorous Pesticides
- Polychlorinated Biphenyls
- Polynuclear Aromatic Hydrocarbons
- Organochlorine Pesticides
- Phenols
- Chlorinated Herbicides
- Dioxins and Furans

EPA SW846 Method 3546*-MASE

Samenvatting methode:

- **Type Staal:** Vaste Stoffen zoals bodem-, slibmonsters en sedimenten
- **Hoeveelheid Staal:** 2 tot 20 gr
- **Extractie Solvent:** Aceton/Hexaan of Aceton/DCM
- **Solvent Volume:** 25 ml
- **Extractie Temperatuur:** 100-115°C
- **Extractie Tijd:** 10-20 minuten



Waarom is MASE zo SNEL?

- ***De extractietemperatuur ligt tot 100°C hoger dan het solventkookpunt***
- ***Opwarming gebeurt sneller dan convectie***
- ***Een versnelde desorptie en dissolutie kinetiek***

NB: voor elke temperatuursstijging van 10°C is er een verdubbeling van de kinetische energie !

Kookpunten van Extractiesolventen

Solvent	Kookpunt °C (1 atm)	Extractietemp °C (Gesloten vessel)
Dichloormethaan	39.8	140
Aceton	56.2	164
Methanol	64.7	151
2-Propanol	82.4	145
Cyclohexaan:Aceton	52.0	160
Hexaan	68.7	162*

**gebruik makend van de carbofloninserts*

Soxhlet Procedure - EPA 3540 c

Weeg 10 gram staal in een soxhlet huls

Voeg **300 mL solvent*** toe

Kook bij 62°C gedurende 12-24 h

Afkoelen

Indampen van het extract

Collectie van het staal

Analyse dmv GC/LC

***Aceton/Hexaan of
Aceton/DCM**



MASE Procedure

Weeg 2-20 gram staal of in de teflon of glazen liner van de greenchem vaten

Voeg **25 mL solvent*** toe en sluit de vessel

Extraheer in de MARS-X voor **10-20 min.**
@100-115 °C

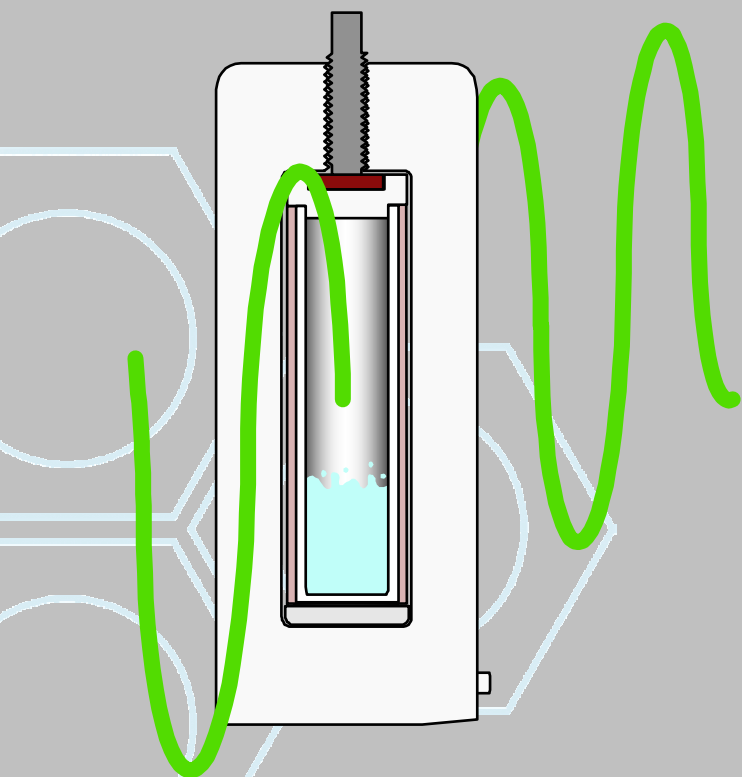
Afkoeling en filtratie

Concentreer het extract

Collecteer het staal

Analyseer dmv GC/LC

***Aceton/Hexaan; DCM/Aceton**





Microgolfhardware: Veiligheid

- ◆ **Temperatuur gecontroleerde extracties**
- ◆ **Microgolfvermogen is temperatuurgestuurd**
- ◆ **Efficiënt afvoer- / ventilatiesysteem**
- ◆ **Solvent Detectie Sensor**
- ◆ **Solvent Resistente Vessels**



CEM

MARSx

METHOD: POLYMER - GreenChem
STAGE 1 OF 1 100% 300W
CURRENT 09:59 0000PSI 117°
PROGRAM 10:00 0200 PSI 140°
STATUS: DOOR OPEN

1 2 3
4 5 6
7 8 9
P/T 0

BACK NEXT
SCREEN
HOME SELECT
STOP
SETUP PRINT

*°T controle standaard

*Magnetische roerder

*14 vaten simultaan



Greenchem Plus Extraction Vessel



- Teflon of Glas inserts
- Temperatuur control standaard dmv Fiber Optic Sensor
- 14 extracties simultaan
- Volume 100 ml

GreenChem Extraction Control Vessel



- Fiber Optic Probe
- Druksensor
- Cover
- Liner
- Sleeve

MARSX^{press}



Xpress Extraction/Digestion vessels

40 vessels simultaan
vanaf 8 vessels





Simple to use, 3 part vessel

Vessel



Cap

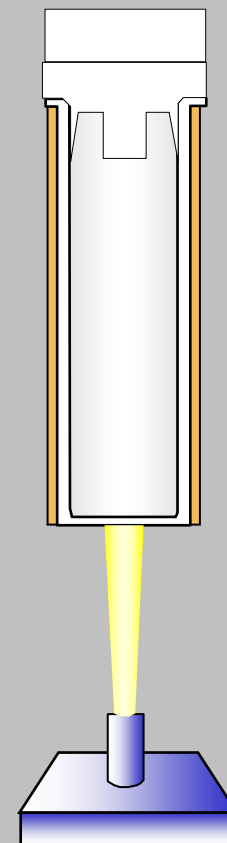
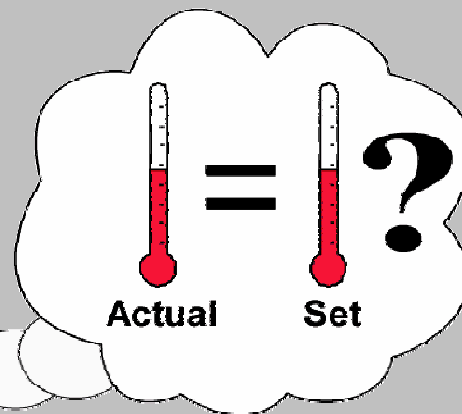


Pressure Seal



Ann De Winne – BRS
14/10/05

IR Temperature Control

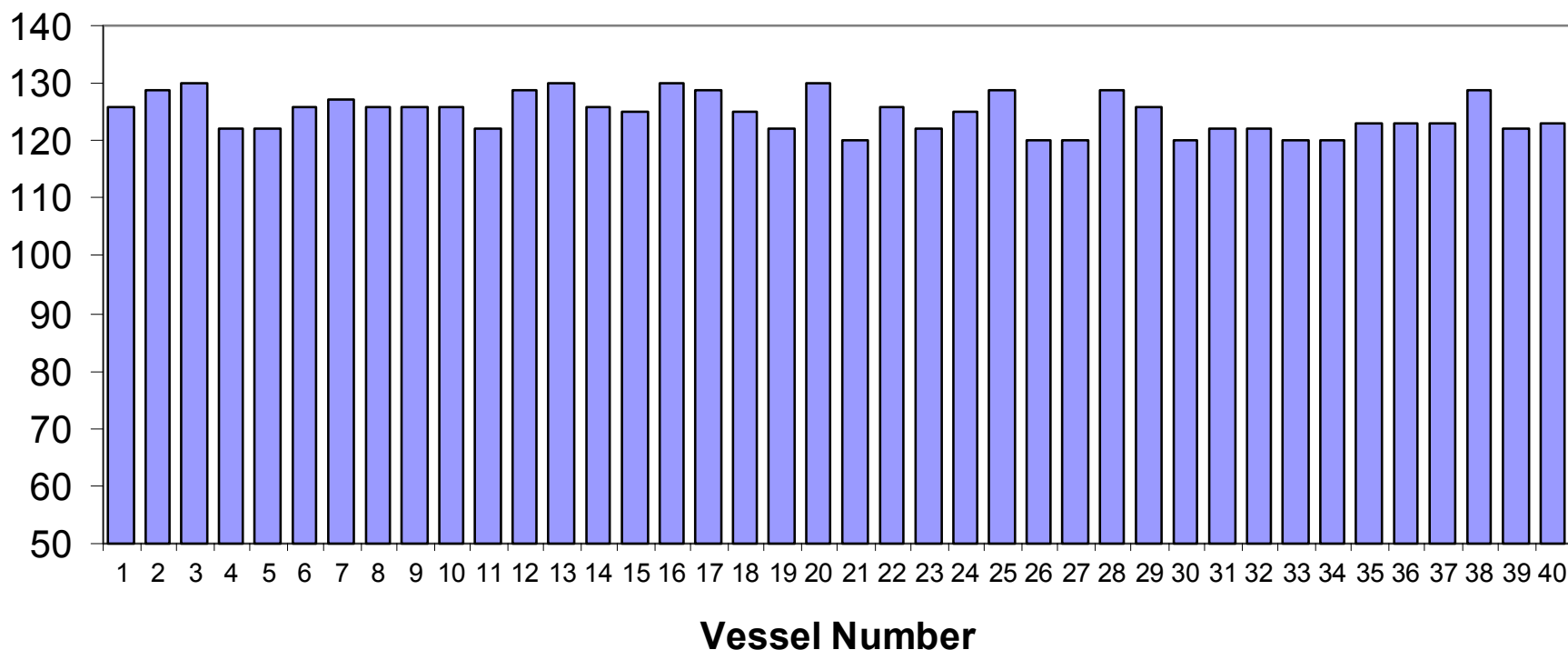




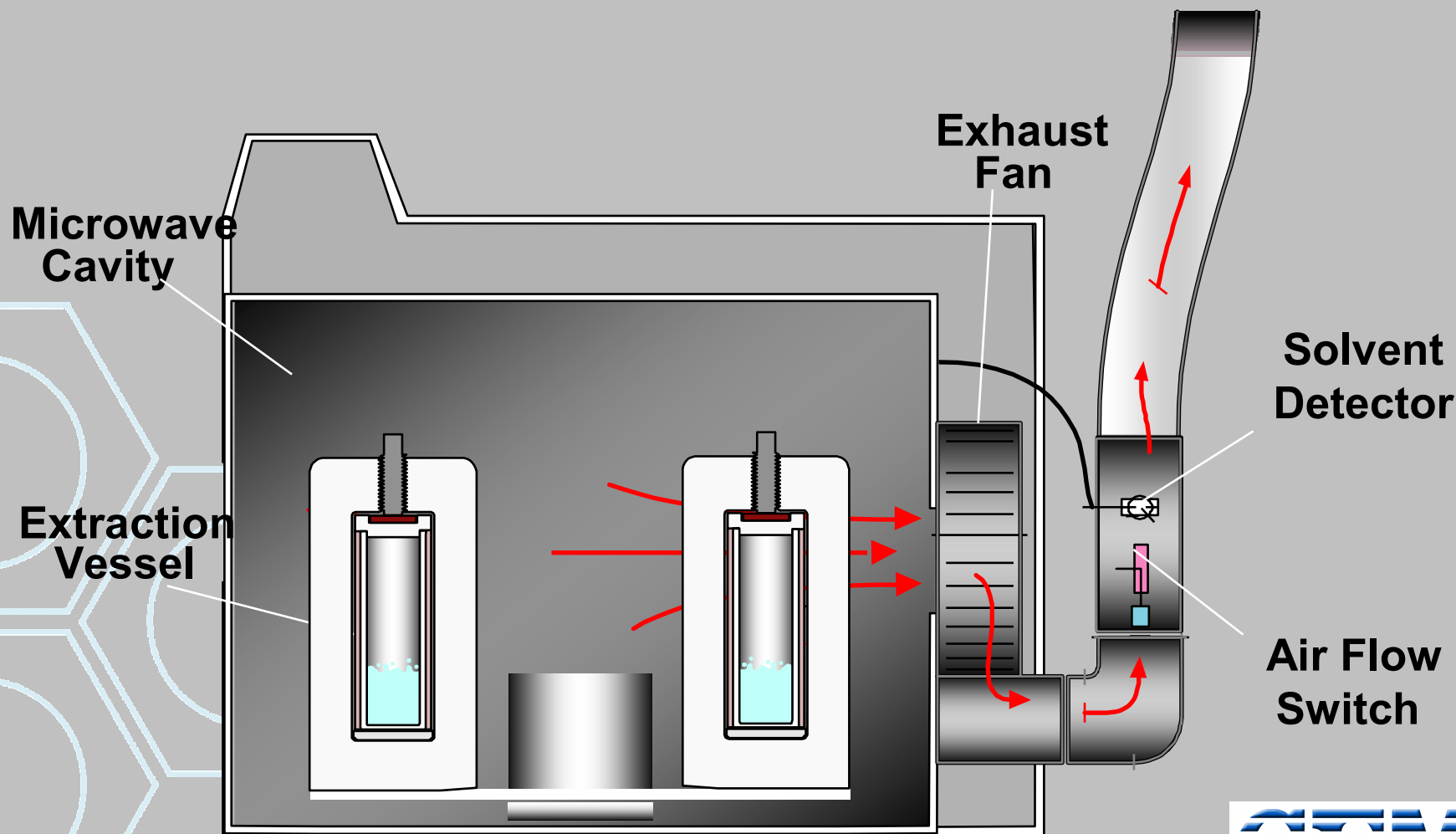
Real Time Computer Output

Current Average : 126 C
Current Max : 130 C

XpressLink

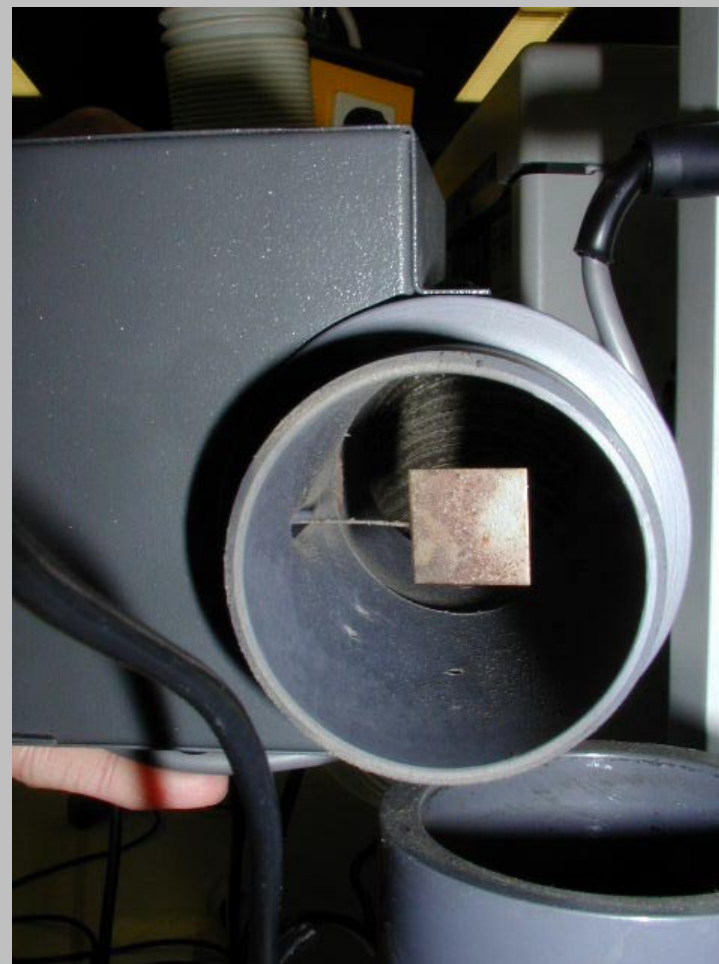


MARS Caviteit, Vessels en Afvoer Systeem



Ann De Winne – BRS
14/10/05

Mars X en XPress Solvent Detector En Airflow Switch Box



LabXpress Filtration Station

Snelle filtratie
tot 20 stalen



LabXpress

- = Snel druk gestuurd filtratie systeem
- Extracten kunnen tot 10 x sneller gefiltreerd worden dan gravimetrische filtratie
- Neemt weinig plaats in
- Gebruiksvriendelijk

Analytische resultaten

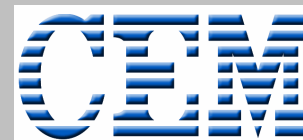
**Recovery data van verschillende
organische componenten**

MASE: Recovery van Pesticiden uit Sedimenten

<u>Pesticide</u>	<u>Percent Recovery (n=5)</u>
Hexachlorobenzene	91.7 ± 4.8
α -BHC	83.8 ± 5.0
Lindane	86.7 ± 4.9
Aldrin	93.8 ± 4.7
trans-Chlordane	89.3 ± 4.8
cis-Chlordane	85.8 ± 4.5
Dieldrin	88.8 ± 4.1
p,p'-DDE	83.8 ± 4.9
Endrin	91.5 ± 4.9
p,p'-DDD	74.0 ± 3.0
o,p-DDT	81.7 ± 4.3
p,p'-DDT	81.6 ± 4.2
Methoxychlor	95.3 ± 3.9
Mirex	81.2 ± 4.0
Decachlorobiphenyl	84.0 ± 4.9

Source; F.I. Onuska, K.A. Terry, Extractions of Pesticides from Sediments Using a Microwave Technique, Chromatographia, 1993, Vol. 36, pp. 191-194.

Ann De Wilt
14/10/05





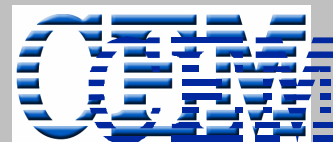
Chlorinated Pesticide Residue Recovery van CRM (bodem)*

	Certified Value (mg/Kg)	EPA Methods 12 Lab Mean Recovery (%)	Microwave Extraction Recovery (%) ¹
Aldrin	338	88	92
alpha-Chlordane	313	78	93
beta-BHC	148	75	82
4,4' DDE	340	89	92
Heptachlor	384	86	90
alpha-BHC	235	80	96
Lindane	425	81	88
Dieldrin	324	81	99
Endrin	233	91	96
4,4' DDD	196	89	97
4,4' DDT	229	79	90

* Environmental Resource Associates Priority Pollutant CLP Soil

1 Acetone:hexane 3:2 (v/v) 50 mL, 120 °C, 20 min., 2.5 g samples, GC analysis, ECD; Average of 6 individual extractions

Ann De Winne – BRS
14/10/05



Na 15 minutes bij verschillende temperaturen

% of Soxhlet

PAH	Soxhlet	40 °C	85 °C	100 °C
napthalene	906 ± 65	92	87	121
phenanthrene	480 ± 11	85	93	108
anthracene	170 ± 5	92	100	118
fluoranthene	925 ± 40	90	95	104
pyrene	839 ± 32	91	89	105
benz[a]anthracene	387 ± 17	100	106	108
chrysene	468 ± 19	100	101	108
perylene	442 ± 22	-	91	-
benzo[k]fluoranthene	379 ± 20	91	-	100
benzo[a]pyrene	622 ± 30	94	102	100
benzo[ghi]perylene	487 ± 31	98	-	100
indeno[123]pyrene	621 ± 36	94	-	96
mean, % Soxhlet		93	96	106
(±)		5	7	8

Note: Mean of three one g (dry) samples of spiked (deuterated) sediment in 30 mL of solvent; 1 spiked solvent blank and 2 dummies in 120 mL Teflon™ PFA vessels. Heating at 632 W.

bij 100 °C en **verschillende tijden**

% of Soxhlet

PAH	Soxhlet*	10 Min	15 Min	20 Min	30 Min
napthalene	906 ± 65	92	121	125	-
phenanthrene	480 ± 11	85	108	101	105
anthracene	170 ± 5	92	118	118	119
fluoranthene	925 ± 40	90	104	100	99
pyrene	839 ± 32	91	105	95	94
benz[a]anthracene	387 ± 17	100	108	115	111
chrysene	468 ± 19	100	108	98	95
perylene	442 ± 22	-	-	ind	ind
benzo[k]fluoranthene	379 ± 20	91	100	92	90
benzo[a]pyrene	622 ± 30	94	100	108	105
benzo[ghi]perylene	487 ± 31	98	100	-	-
indeno[123]pyrene	621 ± 36	94	96	112	112
mean, % Soxhlet		93	106	106	103
(±)		5	8	11	10

Note: Mean of three one g (dry) samples of spiked (deuterated) sediment in 30 mL of solvent; 1 spiked solvent blank and 2 dummies in 120 mL Teflon™ PFA vessels. Heating at 631

Method 3546: MASE

Compound	% Recovery	% RSD
2-chlorophenol	101	4.5
2,3,4,6-tetrachlorophenol	112	4.7
2,4-dimethylphenol	98	2.9
2,4-dinitrophenol	85	13.2
2,4,5-trichlorophenol	108	3.8
2,6-dichlorophenol	105	3.9
m-+p-cresol	106	3.1

Material spiked at 250 ug/kg. n=3



Besluiten

- ❖ MASE is een aanvaarde **EPA Methode (3546)**
- ❖ MASE is **10 x sneller** dan klassieke methoden
- ❖ MASE geeft dezelfde of **betere recoveries**
- ❖ MASE verbruikt veel **minder solvent (10%)**
- ❖ De Extracties zijn **temperatuur gecontroleerd**
- ❖ Sluit aan bij ‘**groene chemie**’

Meer informatie:

- BRS
- Ann De Winne
- Steenweg op Ruisbroek 290
- 1620 Drogenbos
- Tel 02 334 22 70
- Fax 02 334 22 71
- dewinne@brs.be
- www.brs.be