



# Sistema di estrazione universale B-811

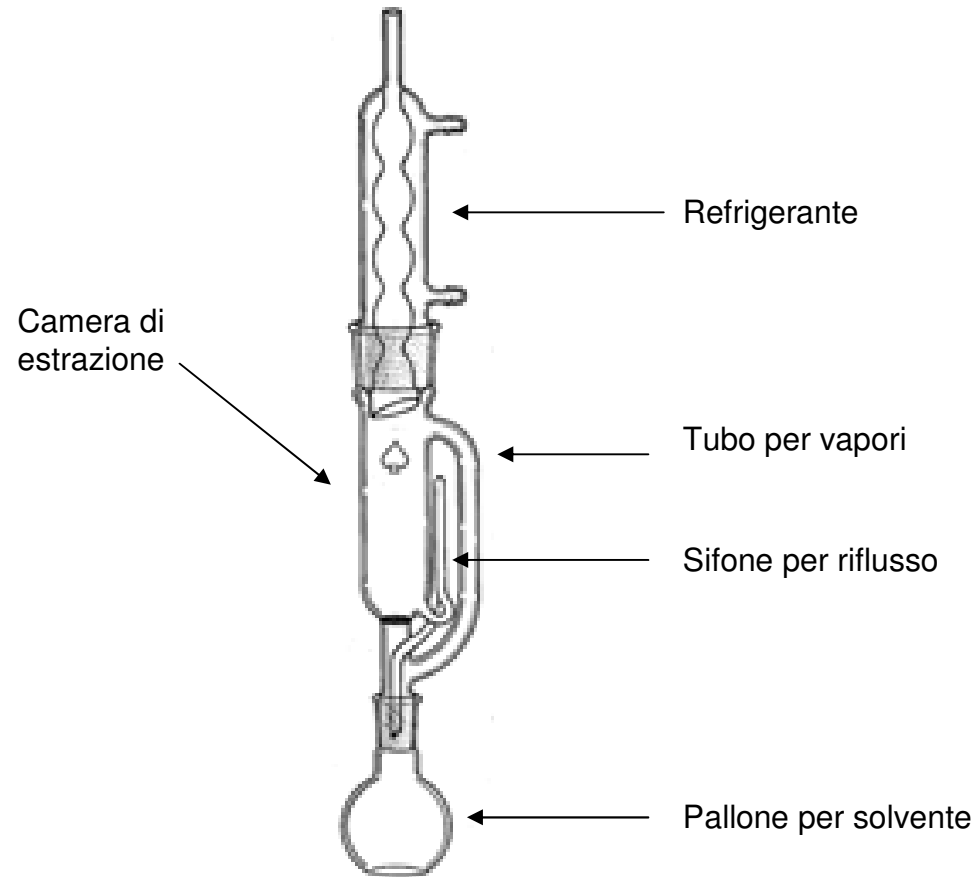
**l'attualità del metodo Soxhlet**

**Mauro Ferri – Buchi Italia Srl**

# Soxhlet: niente di nuovo sul fronte estrazione



Estrattore Soxhlet: inventato da Franz von Soxhlet (1848-1926)



## ...ma ancora attuale



### NIST SRM 1649a - Urban Dust

Polycyclic Aromatic Hydrocarbons ... 3 g were Soxhlet extracted for 20 h using 200 ml of 50% hexane/50% acetone  
PCBs and Chlorinated Pesticides ... 1 g were Soxhlet extracted for 18 h using dichloromethane  
Polychlorinated Dibenzo-p-dioxins and Dibenzofurans ... Soxhlet extraction with toluene  
Extractable Mass ... 15 g were Soxhlet extracted with 250 mL of 50 % hexane/50 % acetone for 20 h

### NIST SRM 1944 - Waterway Sediment



Metodi di campionamento e d'analisi per il controllo ufficiale di diossine e la determinazione di PCB diossina-simili nei prodotti alimentari (Direttiva 2002/69/CE) e nei mangimi (Direttiva 2002/70/CE) ⇒ metodo EPA 1613

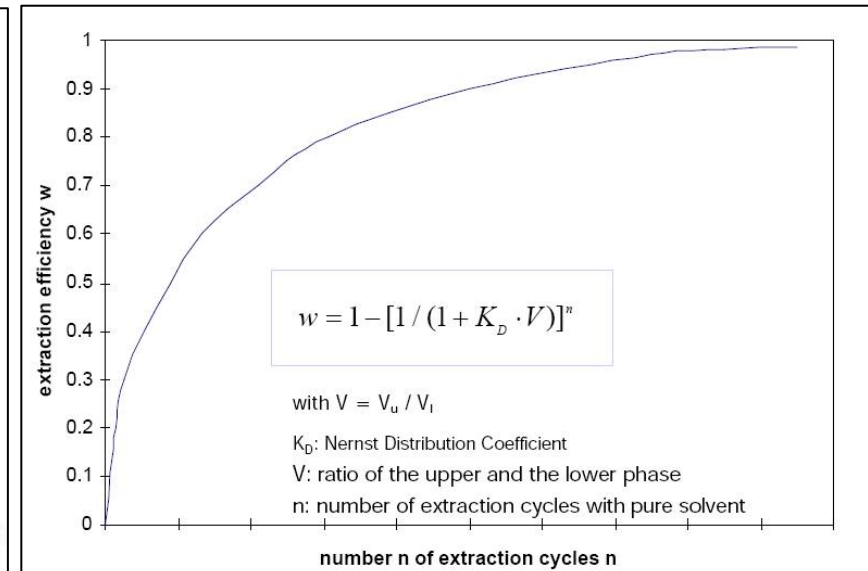
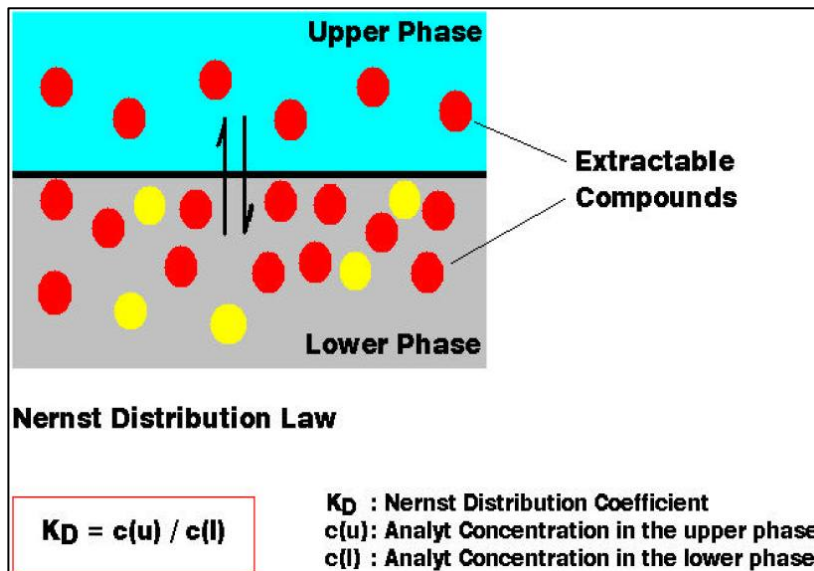
The sample is mixed with sodium sulfate, allowed to dry for 12-24 hours, and extracted for 18- 24 hours using methylene chloride:hexane (1:1) in a **Soxhlet** extractor.

Thimble 43 x 123 to fit Soxhlet

# L'estrazione con solvente



- Estrazione di un composto solubile nel solvente da una matrice solida
- Determinazioni quantitative gravimetriche
- Preparazione del campione (per analisi GC, GC-MS, HPLC...)

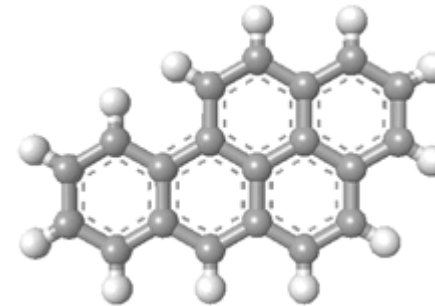


# L'estrazione con solvente nel laboratorio ambientale

**BUCHI**

## Analiti

- PCB (policlorobifenili)
- PCDD (policlorodibenzodiossine)
- PCDF (policlorodibenzofurani)
- IPA (idrocarburi policiclici aromatici)
- pesticidi organo-clorurati



## Matrici

- terreni
- fanghi
- vegetali
- rifiuti
- filtri per campionamento di aria
- alimenti

# Il sistema di estrazione B-811

**BUCHI**



## Caratteristiche

- 4 posizioni
- piastre elettriche
- 4 metodi di estrazione
- programmabile
- completamente automatico
- dispositivi di sicurezza
- tutti i solventi fino a bp 150 °C
- materiali inerti
- ingresso gas inerte
- visibilità
- variante LSV

# Applicazioni del B-811



**best@buchi**  
Information Bulletin 22/2002  
Nutrition

**Rapid extraction of PCB and PCDD/F from sewage sludge**

The content of toxins like polychlorinated biphenyl (PCB) and polychlorinated dibenz(p)dioxins and dibenzofurans (PCDD/F) in sewage sludge can be determined by extraction and subsequent analysis. The contents of PCB and PCDD/F extracted with the Extraction System B-811 are compared with those of other extraction procedures. This study demonstrates that the Büchi Extraction System B-811 accelerates the extraction process, an important detail in routine analysis.

[www.buchi.com](http://www.buchi.com)

## Estrazione rapida di PCB e PCDD/F da fanghi di depurazione

Erich E.; Kube-Schwickardi C.; Reinders G.; Schram J.; Schulte M.; Zürner C., Institut für Umwelttechnologie und Umweltanalytik e.V., Bliersheimer Strasse 60, 47229 Duisburg

Büchi Labortechnik AG, Postfach, CH-9230 Flawil and  
Büchi Labortechnik GmbH, Postfach 10 03 51, D-Essen

# Estrazione rapida di PCB e PCDD/F da fanghi



Tabella 1: confronto tra Soxhlet classico e Buchi Hot Extraction per l'analisi di PCB

	Classici estrattori Soxhlet in vetro	Sistema di estrazione B-811
Quantità di solvente (ml)	250	90
Durata dell'estrazione (h)	8	2 (+0.5 per risciacquo)

**Solvente – 64%**

**Tempo – 75%**



# Estrazione rapida di PCB e PCDD/F da fanghi

**BUCHI**

Tabella 3: risultati delle determinazioni di PCB su campioni di fanghi a contenuto certificato

Metodo di estrazione	Concentrazione di sei congeneri PCB espressa come $\mu\text{g}/\text{kg}$ sul secco (numerazione Ballschmider)					
	28	52	101	153	138	180
Hot Extraction (B-811)	108	78	137	298	336	335
Estrattori Soxhlet classici	109	59	127	279	318	327
Concentrazione di PCB % (B-811 vs. Soxhlet)	99	132	108	107	106	102
Valore certificato	100	79	134	288	*	313
Concentrazione di PCB % (B-811 vs. certificato)	108	99	102	103		107

\* Il valore certificato del congenere di PCB 138 non è specificato

## Estrazione rapida di PCB e PCDD/F da fanghi

**BUCHI**

Tabella 4: risultati delle determinazioni di PCB su campioni di fanghi oggetto di un ring test

Metodo di estrazione	Concentrazione di sei congeneri PCB espressa come $\mu\text{g}/\text{kg}$ sul secco (numerazione Ballschmider)					
	28	52	101	153	138	180
Hot Extraction (B-811)	1150	1300	516	175	160	80
Estrattori Soxhlet classici	1050	1200	448	155	200	75
Concentrazione di PCB % (B-811 vs. Soxhlet)	109	108	115	113	80	107
Valore medio ring test	1080	1300	510	130	150	66
Conc. di PCB % (B-811 vs. media ring test)	106	100	102	135	106	122

## Estrazione rapida di PCB e PCDD/F da fanghi

**BUCHI**

Tabella 2: confronto tra Soxhlet classico e Buchi Hot Extraction per l'analisi di diossine

	Classici estrattori Soxhlet in vetro	Sistema di estrazione B-811
Quantità di solvente (ml)	300	100
Durata dell'estrazione (h)	20	0.5 - 8 (+0.5 per risciacquo)

**Solvente – 67%**

**Tempo – 60/97%**

# Estrazione rapida di PCB e PCDD/F da fanghi

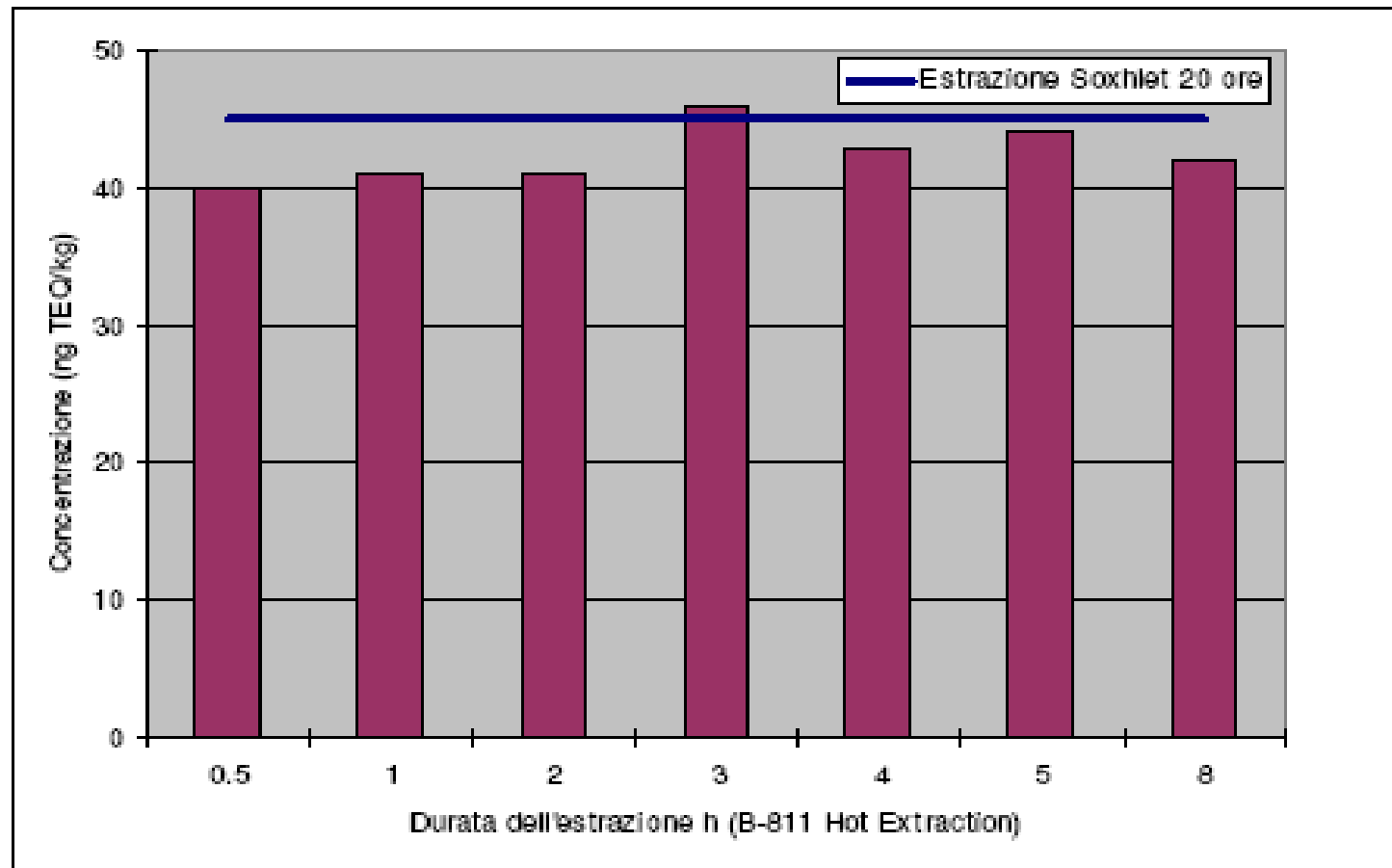


Figura 4: valori di PCDD/F a diversi tempi di estrazione

# Applicazioni del B-811



## Estrazione di (IPA) Idrocarburi Policiclici Aromatici da terreno

Ms. C. Blachnik, Chemisches Untersuchungsinstitut  
Duisburg in cooperation with Büchi Labortechnik AG,  
Switzerland

# Estrazione di IPA da terreno



Table 1: PAH content of soil in  $\mu\text{g}/\text{kg}$

	<b>Sample 1</b>		<b>Sample 2</b>	
	Soxhlet (16h)	Büchi (4h)	Soxhlet (16h)	Büchi (4h)
naphthalene	0.1	0.1	0.1	0.1
acenaphthylene	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
acenaphthene	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
fluorene	0.1	0.1	0.1	0.1
phenanthrene	2.5	3.0	2.6	2.4
anthracene	0.4	0.4	0.4	0.4
fluoranthene	3.9	4.1	4.1	4.0
pyrene	3.0	3.3	3.2	3.0
benzanthracene	1.5	1.8	1.6	1.6
chrysene	1.7	1.9	1.8	1.8
benzfluoranthene	1.5	1.7	1.7	1.7
benzpyrene	1.0	1.1	1.1	1.1
indenopyrene	0.9	1.0	1.0	1.0
dibenzanthracene	0.2	0.2	0.3	0.3
benzperylene	0.9	0.9	1.0	1.0

**Tempo – 75%**

# Come è possibile?

**BUCHI**



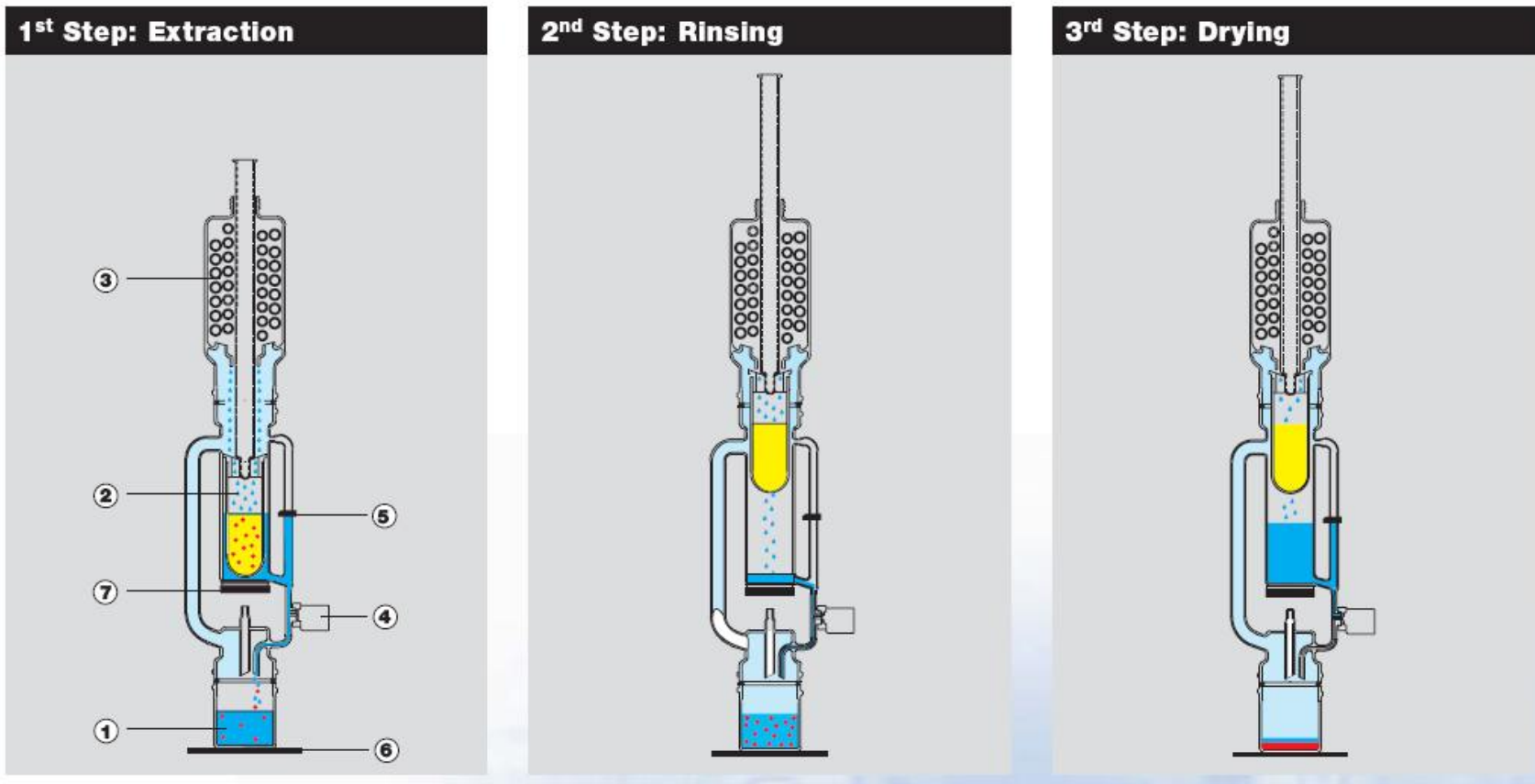
**Sensore ottico di livello**

**Piastra riscaldante superiore**

**Valvola**

# Il sistema di estrazione B-811: tre step

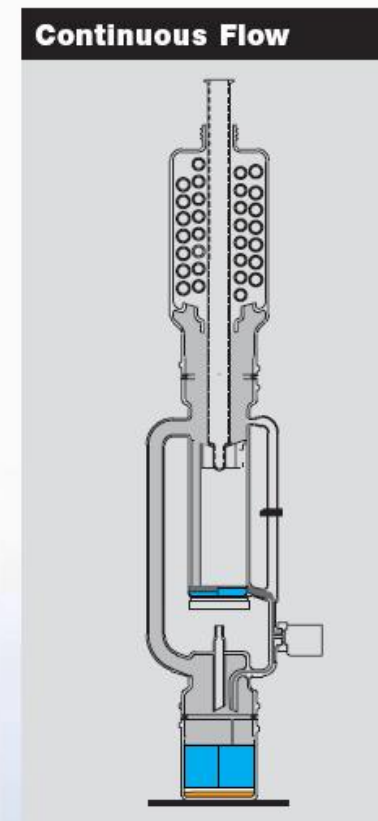
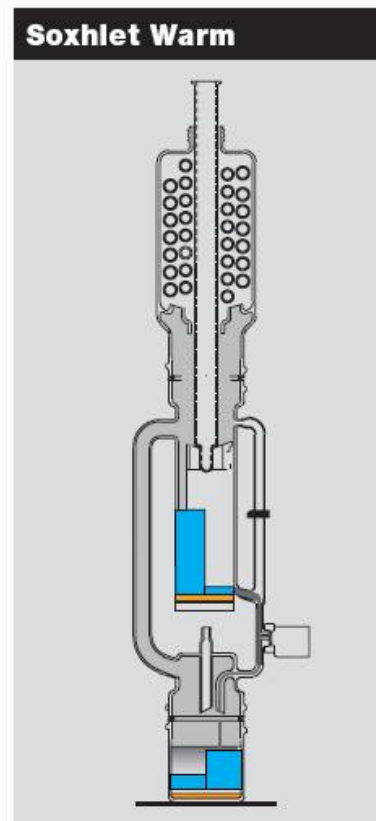
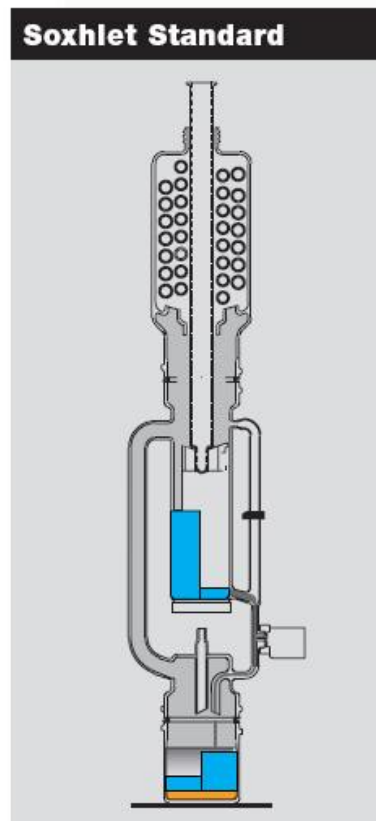
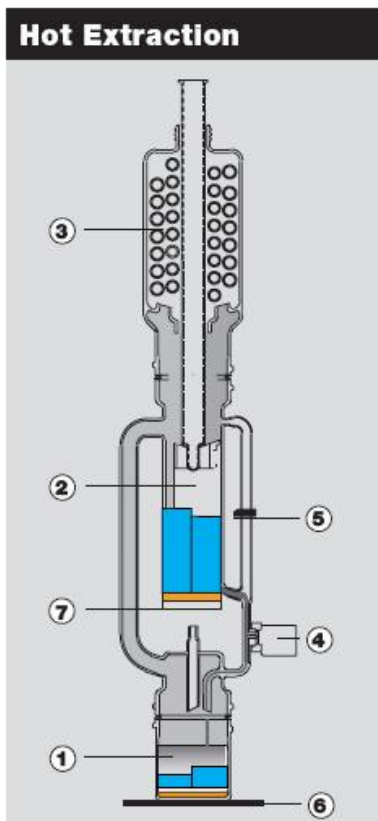
**BUCHI**



- ① Solvent cup
- ② Sample tube
- ③ Condenser
- ④ Glass valve
- ⑤ Optical sensor
- ⑥ Lower heater
- ⑦ Upper heater



# Il sistema di estrazione B-811: quattro metodi



# Perché piace



## Il metodo Soxhlet è:

- conosciuto e consolidato  $\Rightarrow$  ampia possibilità di confronto
- semplice  $\Rightarrow$  tutti gli operatori sanno come funziona
- spesso ufficiale  $\Rightarrow$  riferimenti sicuri

## Il B-811 è:

- versatile  $\Rightarrow$  metodo ufficiale e metodi veloci
- semplice  $\Rightarrow$  tutti gli operatori possono utilizzarlo da subito
- spesso ufficiale  $\Rightarrow$  nessuna messa a punto o validazione dei metodi

**Perché lo utilizzano già in molte sedi ARPA e laboratori privati !!!**

**BUCHI**

**Grazie**

*Tom Fe*