

MSP-100E 微波萃取仪技术特点*

郭振库¹ 卜玉兰² 周 围^{3**} 姚家彪^{1**} 任新宇^{5**}

(1 北京雷明科技有限公司 北京 100022)

(2 中国出入境检验检疫协会 北京 100029)

摘 要 本文对新开发的国产MSP-100E微波萃取仪的技术进行描述。并就常用微波萃取系统及其MSP-100E微波萃取仪的关键部件如微波加热部分、程序控制部分、温度和压力控制部分、制样容器部分、萃取容器固定体系、专门的排风系统和废气监测等技术创新和其应用做介绍。

关键词 微波萃取 仪器 技术特点

气相色谱(GC)、液相色谱(LC)和质谱仪器已经成为化学分析人员在检测或研究工作中的常规设备,但化学分析工作者已越来越多地体会到,分析样品的萃取制备环节,目前不仅仅是耗费时间的步骤,而且是导致误差的主要来源。对于实验室的样品分析,理想的分析样品制备技术应当具备的条件是:(1)易于重复,不同实验室内有经验的工作人员,依此方法可做出重复结果;(2)试剂用量少,以使样品测定时空白最低;(3)测定挥发性组分如挥发油等在萃取中不损失;(4)快速,满足于现代实验室的测定需要;(5)易于控制,实验室内不同人员依据操作方法可完成相同的任务;(6)样品不被环境污染,制备的样品代表原始样品;(7)不污染环境,以利于保护实验室工作人员的健康。微波萃取技术的成功应用改变样品制备技术落后的状况,微波萃取技术基本上可满足上述制样要求^[1,2]。这样的制样技术革命,在近20年内取得令分析化学家们满意的进步^[3]。

1 目前微波萃取系统的主要类型

根据化学分析萃取和植物有效成分提取的不同要求,目前用于微波萃取和提取的微波系统具有很大的差异,从简单的家用电器微波炉和烧杯,或带有回溜装置的改造型家用电器微波炉,专门设计的具有温度控制系统和回溜装置的微波化学合成/萃取系统、完善的、专门设计的具有温度、压力、有机气体监测和程序控制的微波样品萃取制备系统。

1.1 家用电器微波炉加烧瓶/烧杯

用简单的烧瓶/烧杯放入家用电器微波炉中进行微波萃取的实验研究工作,是初期微波萃取研究

的方法,介于经济原因,目前仍在一些高校和研究院所采用。这种设施应用的突出优点是设备简单,成本低,不足之处是萃取条件不易控制,试剂挥发严重,操作繁琐并有可能发生的危险。

1.2 装回溜装置的改造型家用电器微波萃取设备

使用装有回溜装置的改造型家用电器微波萃取设备,萃取方法基本与常规电炉加热相同,一般一次可萃取的样品量比较大,试剂用量和样品将达到几百或上千克,为克服微波(在2450MHz)辐射穿透不足的问题,需要增加电磁或机械搅拌部件。

1.3 专门的微波消解/萃取系统

同时具有消解和萃取功能的微波样品制备系统,适合于化学分析的样品萃取,一次可以同时处理数十个或更多的被萃取样品,效率高。这种技术的样品容器设计时,考虑到微波(在2450MHz)辐射穿透的问题,因此,不需要附加搅拌功能。分析化学实验室的样品测定和研究应用这种系统。

2 MSP-100E 微波萃取仪的技术特点

MSP-100E微波萃取仪是适用于化学分析目的成分测定的萃取和提取效能或方法应用研究的萃取,可同时处理十个被萃取的样品,满足于化学分析实验室样品测定和研究需要。MSP-100E微波萃取仪的技术特点如下:

2.1 连续和精确功率的微波系统

微波系统腔体用不锈钢材料,一周往返转动电机和托盘系统,方便萃取时取放样品容器。微波功率850W,恒定的连续微波,满足萃取工作需要,1%微波功率设置精度有利于萃取条件的优化和掌握单

*此项目为国家十五重大攻关课题,课题号2004BA210A05。

**3,4,5作者分别为甘肃、沈阳、秦皇岛出入境检验检疫局

位时间内的微波辐射量,不仅方便测定操作,而且适合于科学研究工作。可存储十个工作程序的单板机控制,工作时间为99分99秒,适合于较短时间或更长时间的样品萃取。程序控制条件有:微波功率、温度/压力、运行总时间和恒温/压时间。多个条件控制选择,有利于不同研究工作的应用。

2.2 安全和精确的压力控制系统

微波萃取系统采用无水压力控制方式,无交叉污染,压力控制系统精度高。无金属部件置于微波腔内,安全可靠。微波萃取系统的压力控制 $0\sim 5\text{MPa} \pm 0.02\text{MPa}$,国内在微波样品萃取和消解系统首先应用精确的设置压力条件,可按 0.01MPa 设置压力值。

2.3 安全和精确的光纤温度控制系统

MSP-100E在国内最先采用光纤温度传感器测量和控制系统,无金属部件置于微波腔内,安全可靠。温度适用范围 $-40\sim 250\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ (或1%精度),控制温度达到 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 的精确度。在一个控制容器上连接压力、温度和安全系统,具有独到的创新。

2.4 挥发性有机试剂检测系统

微波萃取系统应用有机试剂时,有机挥发性试剂的泄漏需要监测,MSP-100E装置寿命长、检测精度达到0.1%的传感器报警,在有机气体体积浓度达到0.5%系统停止微波辐射,有效地保护操作人员的安全和实验室工作环境。微波制样系统装置可燃性有机气体报警系统具有重要的实际应用。

2.5 密闭性和可靠性好的萃取容器

微波萃取系统对样品容器密闭性需要高的要求,密闭程度不仅影响制样效果,而且对制样精度、

实验室环境好坏都有直接关系。MSP-100E微波萃取仪大斜面专利型萃取容器具有好的密闭效果。

2.6 简洁安全的萃取容器固定体系

为在同圆周上安排10套萃取容器,提高同一批次的萃取样品数量,MSP-100E微波萃取仪采用往复转动的托盘上安放容器固定架,不仅样品容器放入取出方便,而且使每个容器在微波场中得到相同的微波辐射。这样代表性的测量和控制容器内的温度或压力基本与其他萃取容器一致(样品和试剂相同)。

2.7 专门排风系统

为排除可能产生的酸雾或有机气体,使微波制样系统保持清洁的腔体,专门的排风系统是需要。不同的微波制样系统均有排风装置,只是不同的制造厂家设计的排风系统功力大小有差异。一些厂家用大排风系统,功力大,排风理想。为更好地达到排风效果,专门分体式排风系统最好,MSP-100E系统采用专门的排风系统。

3 MSP-100E微波萃取仪应用

MSP-100E微波萃取仪是气相色谱(GC)、液相色谱(LC)和质谱仪器、紫外可见分光光度计等分析化学实验室测定用的设备。

参考资料

- 1 郭振库.金钦汉.分析科学学报,2001,17(6):505~509
- 2 金钦汉,戴树珊,黄卡玛.微波化学.北京:科学出版社,1999
- 3 郭振库.现代仪器,2002,4,6~11
- 4 但德忠.分析测试中的现代微波制样技术,成都:四川大学出版社,2003

(上接第58页)

- 3 Atomic Force Microscopy: Biomedical Methods and Applications, edited by Pier Carlo Braga, Davide Ricci, Methods in Molecular Biology™(242), Human Press
- 4 A Wu, Z Li, L Yu, H Wang, E Wang A relocated technique of atomic force microscopy (AFM) samples and its application in molecular biology. Ultramicroscopy, 2002, 92:201

- ~207
- 5 M Su, Z Pan, V. P. David A convenient and rapid sample repositioning approach for atomic force microscopy. J Microsc 2004, 216: 194~196
- 6 F Zhang, L N Ji, L Tang, J Hu, H Y. Hu, H J Xu, J H He Structural evidence for α -synuclein fibrils using in situ atomic force microscopy. Acta Biochim Biophys Sin 2005, 37: 113~8

A highly effective in situ experimental method in liquid by AFM

Zhang Feng Tang Lin Xu Hongjie He Jianhua

(Shanghai Synchrotron Radiation Facility, Shanghai Institute of Applied Physics,
Chinese Academy of Sciences Shanghai 201800)

Abstract Atomic Force Microscopy has been an important research tool and now has been highly considered by more and more scientists from different since the atomic force microscopy has the unique advantages in micro-imaging. However, the reports about the in situ technique in liquid of atomic force microscopy are not seen usually so far. Here a kind of simple and effective in situ technique in liquid of atomic force microscopy is introduced.

Key words Atomic force microscopy In situ Tips mica