

Unpolare SPE: Trocknen

(veröffentlicht auf www.analytik-news.de am 3. März 2009)

Kontakt:

Tel. 06151-703273

ute.beyer@varianinc.com

Nachdem wir uns in der letzten Folge ausführlich mit dem Waschschrift beschäftigt haben, schauen wir uns heute an, was beim nächsten Schritt der unpolaren SPE, dem Trocknen, zu beachten ist.

Wann muss bei der unpolaren SPE getrocknet werden?

- ✓ Auf jeden Fall, wenn Wasser in den Poren sitzt und das Elutionsmittel nicht wassermischbar ist, z.B. Hexan, Dichlormethan, Ethylacetat.

Denn dann kann das Elutionsmittel nicht in die Poren gelangen, um die Analyten heraus zu lösen.

Zur Erinnerung: Die Wechselwirkungen finden **IN** den Poren statt.

- ✓ Wenn Wasser im Eluat stören würde, z.B. bei einer nachfolgenden Derivatisierung oder beim Einengen bis zur Trockne.

Hier hätte man allerdings auch die Möglichkeit, den Extrakt im Nachhinein über eine Kartusche mit Na₂SO₄ zu trocknen.

- ✓ Wenn das Wasser aus den Poren das Elutionsmittel zu stark verdünnen würde.

Wann ist Trocknen problematisch?

Trocknen ist immer dann problematisch, wenn die Analyten flüchtig sind oder labil (Verdampfung bzw. Zersetzung bei zu langem Trocknen).

Abhilfe: Eine allgemeine Empfehlung kann man hier nicht geben, da es zu sehr von den Eigenschaften der Analyten abhängt. Aber folgende Fragen könnte man sich stellen (immer vorausgesetzt, die Analyten „spielen mit“):

- ✓ Ist eine Messmethode möglich, die einen Anteil Wasser im Eluat erlaubt? (Z.B. HPLC statt GC)
- ✓ Ist ein anderer Mechanismus möglich, bei dem die Substanz nicht flüchtig ist? (Z.B. Ionenaustausch bei Säuren und Basen)
- ✓ Besteht die Möglichkeit einer Derivatisierung vor der SPE?

Bei flüchtigen und labilen Substanzen ist auch das anschließende Einengen des Extraktes ein Problem.

Abhilfe:

- ✓ Elutionsvolumen optimieren/reduzieren (ggf. durch Verringerung der Sorbensmenge)
- ✓ Zusatz eines „Keepers“ wie es beim Einengen von PAK-Extrakten (Hexan, Dichlormethan) häufig gemacht wird (z.B. Zugabe von 100 µL DMF).

Trocknen ist nicht gleich Trocknen

- ✓ Wenn das Elutionsmittel wassermischbar ist und ein Restgehalt Wasser im Eluat nicht stört bzw. anschließend noch entfernt wird, genügt häufig ein kurzes Trocknen, um zumindest das Wasser zwischen den Partikeln zu entfernen.
- ✓ Ist das Elutionsmittel nicht wassermischbar, muss vollständig getrocknet werden.

Wie kann man Trocknen?

- ✓ Bei Verwendung einer Vakuumkammer benutzt man meist diese auch zum Trocknen, d.h. man saugt Luft durch die Kartuschen.

Diese Vorgehensweise hat jedoch Nachteile:

- Man saugt unter Umständen Verunreinigungen aus der Laborluft an.

Abhilfe: Wenn das zum Problem werden sollte (Störpeaks im Extrakt), kann man eine zweite Kartusche aufstecken, die die Verunreinigungen „auffängt“.

- Der Durchfluss ist nicht bei jeder Kartusche gleich, aber das liegt in der Natur der Vakuumkammern.

- ✓ Die beste Möglichkeit zum Trocknen ist das Durchblasen von Stickstoff, insbesondere da man dadurch den gleichen Durchfluss für jede Kartusche erreichen kann.

Wie lange soll man trocknen?

- ✓ Dazu kann man keine allgemeine Angabe machen, da die Trockenzeit stark von der Art des Sorbens und der Füllmenge abhängt, außerdem auch von der Probe.
- ✓ Je weniger Sorbens, desto kürzer ist aber die Trockenzeit. Polymermaterialien haben den Vorteil, dass man mit weniger Sorbensmenge auskommt, also auch schneller getrocknet hat.
- ✓ Zum Trocknen können je nach Rahmenbedingung schon wenige Minuten ausreichen (z.B. 1 - 5 min).
- ✓ Es kann aber zum vollständigen Trocknen auch eine längere Zeit notwendig sein, z.B. 15 – 30 min, manch einer trocknet eine Stunde oder länger.

Wie gesagt, es hängt immer auch von der Effizienz der verwendeten Trocknungsmethode ab.

Zu empfehlen ist die Aufnahme einer Datenreihe mit Wiederfindungsraten in Abhängigkeit von der Trockenzeit, um die optimale Zeit herauszufinden.

Aber auch die Matrix kann einen Einfluss haben. Z.B. bei der Aufarbeitung von Plasmaproben hat sich gezeigt, dass vollständiges Trocknen unter Umständen Matrixeffekte im Eluat reduzieren kann.