

Polare SPE zum Clean-up

(veröffentlicht auf www.analytik-news.de am 29. Januar 2010)

Die polare SPE wird häufig verwendet zur einfachen Aufreinigung unpolarer Extrakte (Matrixabtrennung).

Prinzip:

- ✓ Unpolare Analyten werden quasi „durchgespült“.
- ✓ Matrixbestandteile, die polare funktionelle Gruppen enthalten, bleiben am polaren SPE-Material hängen.
- ✓ Voraussetzung: die Probe ist in unpolarem Lösemittel gelöst

Typisches Beispiel:

Clean-up Schritt bei der Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index nach DIN-EN-ISO 93377-2 (H53).

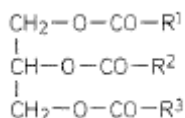
✓ Analyten:

reine Kohlenwasserstoffe, nur C und H,
unpolar



✓ Abzutrennende Begleitstoffe:

z.B. Fette (= Glycerinester, C, H, O),
auch unpolar, aber polare Gruppen enthaltend



- ✓ Bei der Extraktion mit Petrolether werden alle unpolaren Probenbestandteile erfasst, allerdings sind nur die reinen Kohlenwasserstoffe für die Analyse von Interesse, andere Substanzen müssen entfernt werden. Das geschieht durch Aufreinigung mit Florisil.
- ✓ Der Petrolether-Extrakt wird über Florisil „gesäult“. Die reinen Kohlenwasserstoffe gehen keine Wechselwirkungen mit dem Florisil ein, laufen durch bzw. werden durch Nachspülen mit Petrolether hindurchgespült.
- ✓ Alle Substanzen, die eine oder mehrere polare Gruppen enthalten, bleiben am stark polaren Sorbens Florisil hängen und werden somit abgetrennt.

Ein weiteres Beispiel, das nach diesem Prinzip funktioniert, ist die Aufreinigung von unpolaren Extrakten, die PAH oder PCB enthalten. Im einfachsten Fall (wenn nicht gerade eine spezielle Norm zugrunde liegt) können solche Extrakte mit Kieselgel aufgereinigt werden.

Standardmethode für den Clean-up mit polarer SPE

Konditionierung mit 1 - 2 Säulenvolumina Hexan, Dichlormethan oder dem unpolaren Lösemittel, in dem die Probe gelöst ist

Probe langsam durchlaufen lassen (2 – 5 mL/min)

Waschen mit etwas Hexan, Dichlormethan oder dem unpolaren Lösemittel, in dem die Probe gelöst ist (= Nachwaschen, um die Analyten aus der Kartusche zu spülen).

Kritische Punkte

Waschen:

- ✓ Man sollte mit gerade soviel Lösemittel nachwaschen, dass die Analyten möglichst vollständig am Ende der Kartusche aufgefangen werden können.
- ✓ Nimmt man zuviel Lösemittel, kann es je nach Applikation passieren, dass Matrixbestandteile durchbrechen.

Sorbensmenge:

- ✓ Beim Clean-up soll die Matrix, die im Überschuss vorliegt, gebunden werden, d.h. man benötigt eine hohe Kapazität.
- ✓ Sorbensmengen von mindestens 500 mg oder 1 g sollten zunächst getestet werden. Je nach Probenmenge, die aufgereinigt werden soll, gibt es nach oben kaum Grenzen.
- ✓ Unnötig viel Sorbens sollte man aber auch nicht nehmen, denn umso mehr Lösemittel wird benötigt, um die Analyten am Ende vollständig wieder zu erhalten.

Kartuschengröße:

- ✓ Meist gibt es kaum einen Unterschied im Ergebnis, wenn bei gleichbleibender Sorbensmenge eine Kartusche mit größerem oder kleinerem Volumen verwendet wird, z.B. 500mg 3mL anstelle von 500mg 6mL und umgekehrt.
- ✓ Aber gerade beim Clean-up kann die „Trennstrecke“ von Bedeutung sein. Zur Matrixabtrennung ist es manchmal besser, wenn die Kartusche kleiner und das Sorbensbett dadurch höher ist.
- ✓ Auch der Durchfluss ist bei höherem Sorbensbett langsamer unter gleichen Bedingungen, was auch von Vorteil sein kann. Man neigt weniger leicht dazu, zu schnell zu arbeiten.