

ABC der Probenvorbereitung (15)

Dr. Ute Beyer, SGE Europe

Ionenaustausch-SPE, Teil 1

(veröffentlicht auf www.analytik-news.de am 30. Juli 2010)

Nachdem wir bisher die unpolare SPE zur Extraktion von unpolaren bis polaren Analyten aus wässriger Matrix sowie die polare SPE zur Extraktion von Analyten mit einer oder mehreren polaren funktionellen Gruppen aus unpolare Matrix behandelt haben, wollen wir uns nun der Ionenaustausch-SPE zuwenden.

Welche Wechselwirkungen liegen zugrunde?

Hier wirken elektrostatische Wechselwirkungen, d.h. die Anziehung zwischen entgegengesetzt geladenen Molekülen.

Diese Wechselwirkungen sind mit etwa 100 – 400 kJ/mol viel stärker als unpolare (etwa 2 – 10 kJ/mol) oder polare Wechselwirkungen (etwa 8 – 50 kJ/mol).

Welchen Vorteil bringen diese starken elektrostatischen Wechselwirkungen?

Es sind sehr selektive Extraktionen möglich.

Warum ist der Ionenaustausch-Mechanismus trotzdem meist nicht die erste Wahl beim Anwender?

Weil die Rahmenbedingungen (pH-Wert, Ionenstärke) eine sehr große Rolle spielen und kontrolliert werden müssen.

Außerdem müssen während der Methodenentwicklung erst einmal die optimalen Bedingungen herausgefunden werden.

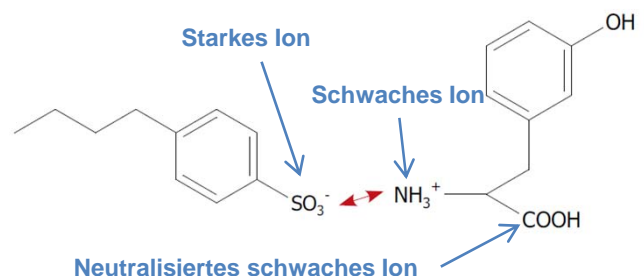
Welches sind die Voraussetzungen zur Anwendbarkeit von Ionenaustausch-SPE?

- Die Analyten müssen ionisch, also geladen vorliegen.
- Die Ionenstärke der Probelösung darf nicht zu hoch sein, sonst erfolgt eine Verdrängung der Analyten durch die Überzahl konkurrierender Ionen.

Welche grundsätzlichen Typen von Ionen sind zu unterscheiden?

Man unterscheidet starke und schwache Ionen.

- **Starke Ionen**
 - sind die Salze starker Säuren und Basen
 - z.B. anorganische Ionen wie Chlorid und Sulfat, Sulfonate ($R-SO_3^-$), quaternäre Amine NR_4^+
 - **wichtig:** Sie sind permanent geladen, da starke Säuren bzw. Basen in wässriger Lösung komplett dissoziiert sind!
- **Schwache Ionen**
 - sind die Salze schwacher Säuren und Basen
 - z.B. Carboxylate ($R-COO^-$), primäre, sekundäre oder tertiäre Amine ($R-NH_3^+$, $R-NH_2^+-R'$, R_3NH^+)
 - **wichtig:** Sie sind nicht permanent geladen, sondern können durch pH-Wertänderung neutralisiert werden!
Schwache Säuren und Basen liegen ja bekanntlich in wässriger Lösung nur teilweise dissoziiert vor (je nach pH-Wert und pK-Wert)



ABC der Probenvorbereitung (15)

Dr. Ute Beyer, SGE Europe

Ionenaustausch-SPE, Teil 1

(veröffentlicht auf www.analytik-news.de am 30. Juli 2010)

Warum ist es für die SPE wichtig, ob ein Analyt-Ion stark oder schwach ist?

Es beeinflusst die Auswahl der SPE-Phase, denn auch bei den Ionenaustausch-SPE-Phasen unterscheidet man starke und schwache Ionenaustauscher, je nachdem ob sie permanent geladen sind (stark) oder durch pH-Wertänderung neutralisiert werden können (schwach).

Beispiele Kationenaustauscher:

Funktionalität	Formel
Benzolsulfonsäure (SCX)	
Propylsulfonsäure (SCX)	
Propylcarbonsäure (WCX)	

SCX: strong cation exchanger, WCX: weak cation exchanger

Beispiele Anionenaustauscher:

Funktionalität	Formel
Quaternäre Ammonium-Verbindung (SAX)	
Aminopropyl (WAX)	
Primäres und sekundäres Amin (WAX)	
Diethylaminopropyl (WAX)	

SCX: strong cation exchanger, WCX: weak cation exchanger

Wichtig:

Man sollte möglichst **nie ein starkes Ion mit einem starken Ionenaustauscher kombinieren**, denn dies erschwert später die Elution.

Warum ist die Ionenstärke so wichtig?

Bei der Ionenaustausch-SPE ist es wichtig, dass nicht zu viele Ionen neben den Analytionen in der Probe vorhanden sind, da sonst die Konkurrenz zwischen Analyt und Matrixionen zu groß wird und die Analyten vom Ionenaustauscher verdrängt werden.

Dabei sind nicht nur die Ionen störend, die die gleiche Ladung tragen wie der Analyt, sondern die Menge an Ionen insgesamt.

Die Ionenstärke einer Probe sollte möglichst **< 0,1 M** sein, **besser maximal 0,05 M**