

ABC der Probenvorbereitung (17)

Dr. Ute Beyer, SGE Europe

Ionenaustausch-SPE, Teil 3:

Konditionierung, Probenaufgabe, Waschen und Trocknen

veröffentlicht auf www.analytik-news.de am 17. Dezember 2010)

Nachdem **pH-Wert** und **Ionenstärke** der Probelösung (wie in den letzten beiden Folgen beschrieben) **kontrolliert** und **eingestellt** wurden, geht es weiter in der SPE mit der **Konditionierung der Phase**.

- Zu empfehlen ist zunächst die Konditionierung mit **Methanol**, um das Sorbens komplett zu benetzen.
- Anschließend (**nicht trocken laufen lassen!**) konditionieren mit **Wasser bzw. Puffer, Säure oder Base**, je nach benötigtem **pH-Wert**, um den Ionenaustauscher in den ionischen Zustand zu überführen:
 - **starker Ionenaustauscher generell:** kein bestimmter pH-Wert für das Sorbens notwendig, der **pH-Wert** des Konditionierungsmittels richtet sich sicherheitshalber nach **der Probe**. (Es kann durchaus von Vorteil sein, wenn bei der Probenaufgabe in den Poren des Sorbens schon das gleiche Milieu herrscht wie in der Probe.)
 - **schwacher Anionenaustauscher:** muss kationisch vorliegen, konditionieren mit $\text{pH} \leq \text{pKa} - 2$
 - **schwacher Kationenaustauscher:** muss anionisch vorliegen, konditionieren mit $\text{pH} \geq \text{pKa} + 2$
 - **Konzentration** von Puffer / Säure / Base: maximal 20 – 50 mM

Bei der anschließenden **Probenaufgabe** gibt es ebenfalls eine Besonderheit gegenüber den bisher besprochenen Mechanismen:

- Ionenaustausch hat eine **sehr langsame Kinetik**, es dauert einfach viel länger bis sich elektrostatische Wechselwirkungen ausgebildet haben als die gewohnten unpolaren Wechselwirkungen.
- Deshalb: auf **besonders langsamen Durchfluss** achten, ideal: **1 mL/min** Flussrate, was bei den üblicherweise eher kleinen Probenvolumina ja kein Problem sein sollte.

Nach der Probenaufgabe folgt der **Waschschritt**, bei dem Folgendes zu beachten ist:

- Gewaschen wird zunächst mit **Wasser bzw. Puffer, Säure oder Base**, je nach benötigtem pH-Wert. Dabei sollen **nicht gebundene Matrixbestandteile** einfach **ausgespült** werden.
- Für den pH-Wert gilt: er soll sich möglichst nicht ändern, um zu verhindern, dass Ionenaustauscher oder Analyt die Form ändern und es zur Elution der Analyten kommt, also sicherheitshalber beim Waschlösemittel den **pH-Wert der Probe** einstellen.
- Aus dem gleichen Grund sollte die **Ionenstärke** der Waschlösung **maximal 20 – 50 mM** betragen.
- Um **gebundene Matrixinterferenzen** zu entfernen, kann man (wie bei der unpolaren SPE beschrieben), ein **Elutionsprofil** aufnehmen mit Waschlösungen steigender Elutionsstärke (Elution siehe nächste Folge).

Das **Trocknen** des Sorbens ist bei der Ionenaustausch-SPE stark methodenabhängig.

- Falls das **Elutionsmittel** einen **wässrigen Anteil** hat, was oft der Fall ist, ist das **Trocknen nicht unbedingt notwendig**.
- **Grobes Trocknen verhindert** aber die **Verdünnung des Elutionsmittels** und ist grundsätzlich empfehlenswert (d.h. einfach mal **kurz trocken saugen**, um die Hauptmenge an Wasser zwischen den Sorbenspartikeln zu entfernen.)
- Wenn mit **Mixed-Mode-Phasen** gearbeitet wird, ist ein **Trockenschritt** sehr wohl **notwendig**, dazu aber mehr in einer späteren Folge.