

Unpolare SPE: Probenvorbehandlung für verschiedene Probenotypen

Teil 1: Wasser und wassermischbare Extrakte

(veröffentlicht auf www.analytik-news.de am 4. November 2008)

In der letzten Folge wurde die Notwendigkeit der pH-Werteinstellung in Abhängigkeit vom Analyten besprochen. Zusätzlich werden häufig noch weitere Arten der Probenvorbehandlung empfohlen, und zwar in Abhängigkeit vom Probenotyp, also der Matrix. Die matrixabhängige Probenvorbehandlung steht heute im Vordergrund. Wir bleiben vorerst auch noch bei der unpolaren SPE mit C18 und Polymermaterialien, die für wässrige Proben im Einsatz ist. (Polare SPE, die häufig zur Aufreinigung von Extrakten verwendet wird, wird später auch noch ein Thema in dieser Reihe sein.)

Bei wässrigen Proben kann man grob Umweltmatrices (Wasser) und biologische Matrices (Serum, Plasma, Vollblut) unterscheiden sowie wässrige bzw. wassermischbare Extrakte von Feststoffen. In dieser Folge wird die Matrix Wasser behandelt sowie wassermischbare Extrakte, in der nächsten Folge biologische Matrices.

Wasser

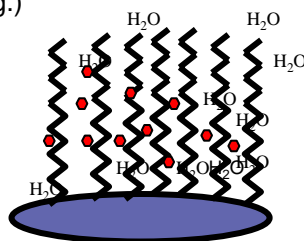
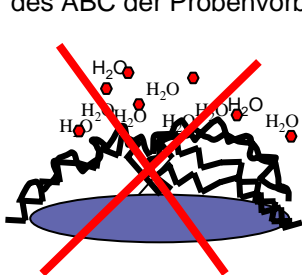
Warum wird manchmal die Zugabe von Methanol, Isopropanol oder Aceton empfohlen?

Beispiel **PAK** in Wasser (1 L Probe)

- Zugabe von 10-15% Isopropanol
- Erklärung: PAK neigen sehr stark zu Adsorption an Oberflächen, z.B. an den Glaswänden der Probenflasche, an Kunststoffleitungen auf dem Weg zur Kartusche usw. Die Zugabe von Isopropanol unterdrückt diese Adsorption und hilft, die PAK in Lösung zu halten.

Beispiel **unpolare Pestizide** in Wasser mit C18:

- Zugabe von 1-5% Methanol oder Aceton zu 1L Probe
- Erklärung: Der Lösemittelzusatz soll das „Zusammenbrechen“ der Konditionierung verhindern, ist also eine Sicherheitsmaßnahme, um die Benetzung des C18-Materials durch die großvolumige wässrige Probe aufrecht zu erhalten. (Detailliertere Infos zur Konditionierung finden Sie in einer der nächsten Folgen des ABC der Probenvorbereitung.)



Wieviel organisches Lösemittel kann man maximal zugeben?

Das hängt stark von den Analyten ab, die auf dem SPE-Material angereichert werden sollen.

- Bei den unpolaren PAK sind selbst 15% und mehr kein Problem.
- Je polarer die Analyten sind, umso weniger organisches Lösemittel darf in der Probe sein, sonst funktioniert die Anreicherung nicht richtig, die Analyten brechen durch.
- Faustregel: maximal 5-10% in Abhängigkeit von der Polarität der Analyten, bei sehr polaren Analyten lieber darauf verzichten

Warum wird manchmal die Zugabe von Salzen empfohlen?

Man nutzt dadurch den Aussalzeffekt, bei dem durch Zugabe von Salzen (z.B. bis zu 360 g NaCl pro Liter Wasser = etwa gesättigte Lösung) die Löslichkeit von nicht-ionischen Substanzen im Wasser herabgesetzt wird. Je schlechter die Löslichkeit in Wasser, desto besser die Retention an der unpolaren SPE-Phase. (Dieser Effekt wird übrigens auch bei der Headspace-GC-Analytik angewendet, um die Empfindlichkeit zu erhöhen und Matrixeffekte auszugleichen.)

Was tun bei Partikelbelastung?

Vor der Anreicherung an SPE-Kartuschen sollten Partikel weitestgehend entfernt werden, um die Kartuschen nicht zu verstopfen, meist wird filtriert.

Problem: Adsorption von Analyten an den abfiltrierten Teilchen und damit Minderbefunde

Abhilfe:

- Extraktion des Filtrerrückstandes mit Elutionsmittel
- Verwendung von Disks mit größerem Durchmesser, die weniger zum Verstopfen neigen, z.B. SPEC C18 AR 47mm

Wassermischbare Extrakte von Feststoffen

Wurde ein Feststoff mit einem wassermischbaren Lösemittel extrahiert, kann dieser Extrakt mit unpolarem SPE an C18 oder Polymermaterial aufgereinigt bzw. angereichert werden.

Voraussetzung: man verdünnt den Extrakt so stark mit Wasser bis der Gehalt an organischem Lösemittel nur noch 5-10% beträgt. Der „erlaubte“ Gehalt an Organik hängt natürlich, wie bereits oben beschrieben, von der Polarität des einzelnen Analyten an. Diese Vorgehensweise ist zwar nicht immer praktikabel, aber manchmal doch nützlich.