

## Unpolare SPE: Konditionierung

(veröffentlicht auf [www.analytik-news.de](http://www.analytik-news.de) am 13. Januar 2009)

Nachdem wir uns bisher mit der Vorbehandlung der Probe für die unpolare SPE beschäftigt haben, wenden wir uns heute der Behandlung des SPE-Materials zu.

### Welche Materialien kann man für die unpolare SPE (Anreicherung aus wässriger Lösung) einsetzen?

Kieselgelbasierendes Material, z.B.

- [Bond Elut C18](#), C8, C2, C1, CH (Cyclohexyl), PH (Phenyl)
- [SPEC C18AR](#), C18, C8, C2, Phenyl

Polymer, z.B.

- [Bond Elut Plexa](#), [PPL](#), LMS, ENV
- [Nexus](#), [Focus](#)

### Warum muss man konditionieren?

Das unpolare SPE-Sorbens muss für die polare (wässrige) Probe „aufnahmefähig“ gemacht werden.

Das heißt: Die **Oberfläche** des Sorbens muss vollständig von wässriger Lösung **benetzt** sein. Da die Oberfläche aber **unpolar** ist, kann man nicht direkt **Wasser** aufgeben, es würde quasi abgestoßen werden, man braucht einen **Lösungsvermittler**, der die unpolare Oberfläche benetzen kann

### Oberfläche des Sorbens

Es handelt sich bei den Sorbentien um **hoch poröse** Teilchen. Die äußere, leicht zugängliche Oberfläche ist sehr gering im Vergleich zur Oberfläche **IN den Poren**. Um maximale Wechselwirkungen zu ermöglichen, muss die riesige **innere Oberfläche** der Sorbenspartikel aufnahmefähig, also **benetzt** sein



### Typische Konditionierungsvorschrift:

- 1 – 2 Säulenvolumina **Methanol**
  - kurz einwirken lassen
  - **langsam** durchtropfen lassen (ca. 1-2 mL/min)
  - Sorbens **nicht trocken laufen** lassen, d.h. STOP, wenn die Flüssigkeit knapp über der Fritte steht
2. Anschließend 1 – 2 Säulenvolumina **Wasser** (bzw. Puffer oder Säure/Base, falls eine pH-Wert-Einstellung notwendig ist)
  - aufgeben
  - **langsam** durchtropfen lassen (ca. 1-2 mL/min)
  - Sorbens **nicht trocken laufen** lassen, d.h. STOP, wenn die Flüssigkeit knapp über der Fritte steht

### Warum ist ein langsamer Durchfluss günstig?

Es braucht etwas **Zeit**, bis das Lösemittel **IN alle Poren** gelangt ist. Bei zu schnellem Durchfluß erreicht man u.U. nicht die ganze (innere) Oberfläche, so dass die **Kapazität** der Kartusche (drastisch) abnehmen kann.

Bei der Methodenentwicklung unbedingt das **Durchtropfen beobachten!** Auch bei automatisierten Systemen und insbesondere dann, wenn die Kartuschengröße, Sorbensmenge oder das Material geändert wurde.

### Warum sollte das Sorbens nach der Zugabe von Methanol nicht mehr trocken laufen?

Weil dann u.U. die Benetzung nicht mehr vollständig ist. Folge:

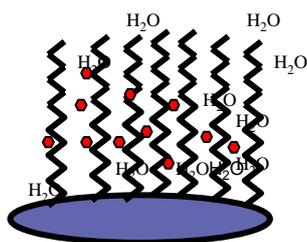
- **Geringere Kapazität**, weniger (bzw. im Extremfall keine) Wechselwirkungen
- Und damit: geringere Wiederfindungsraten

## Unpolare SPE: Konditionierung

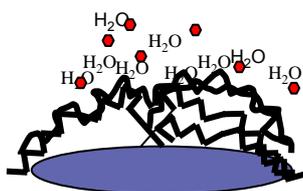
(veröffentlicht auf [www.analytik-news.de](http://www.analytik-news.de) am 13. Januar 2009)

### Warum ist Trockenlaufen bei C18-Materialien schlimmer als bei Polymer-materialien?

Durch die **Konditionierung** werden die **C18-Ketten** „aufgefaltet“ und so erst für die wässrige Probe **zugänglich**.



Läuft das Sorbens nach der Konditionierung trocken, ist es nur eine Frage der Zeit, bis die **C18-Ketten** quasi wieder „zusammenfallen“ und wie im **unkonditionierten** Zustand von der wässrigen Probe **nicht benetzt** werden können.



Bei **Polymermaterialien** sind **keine Ketten** vorhanden, die aufgeklappt werden müssten. So lange die **Poren innen** noch **benetzt** sind, ist es nicht ganz so schlimm wenn das Material nach der Konditionierung **kurz** trocken läuft. (**Bond Elut Plexa** beispielsweise verträgt dies nahezu ohne Einbußen bei der Wiederfindung.)

### Was ist „non-conditioned“ SPE?

Es gibt sogar **Polymermaterialien**, die durch entsprechende **Oberflächenmodifikation** für den Einsatz **ohne Konditionierung** konzipiert sind (z.B. **Nexus**). Das funktioniert tatsächlich, da die Oberfläche **ausreichend wasserbenetzbar** ist (im Gegensatz zu nicht modifizierten Polymeren).

**ABER: wer maximale Reproduzierbarkeit und Kapazität erreichen möchte, sollte immer ordentlich konditionieren.**

### Was kann man tun, wenn die Kartusche aus Versehen trocken gelaufen ist?

Wenn die Probenaufgabe noch nicht begonnen hat, konditioniert man einfach **neu mit Methanol** und Wasser.

### Wie fällt eine schlechte Konditionierung auf?

Häufig schon durch **Änderung des Flußwiderstandes** bei gleichbleibendem Vakuum oder Überdruck. Und natürlich am Ende der Analyse durch zu **geringe Wiederfindungsraten** aufgrund ungenügender Retention der Analyten

### Warum wird in manchen Methoden mit mehreren organischen Lösemitteln konditioniert?

z.B. Dichlormethan → Methanol → Wasser oder Isooctan → Methanol → Wasser

In erster Linie macht die **Konditionierung** das **Sorbens aufnahmebereit** für die Probe, d.h. sie ermöglicht die Wechselwirkungen zwischen Analyt und Sorbensoberfläche. Die Konditionierung kann aber **auch als Reinigungsschritt** angesehen werden, mit dem evtl. vorhandene Spuren von Verunreinigungen aus dem Sorbens und der Kunststoff-Kartusche entfernt werden. Insbesondere bei Polymermaterialien war dies früher notwendig, die **modernen Materialien** weisen aber eine viel **höhere Reinheit** auf.

Wer auf **Nummer Sicher** gehen will, **konditioniert** mit dem **Elutionsmittel** (gefolgt von Wasser/Puffer), dann kann man relativ sicher sein, dass bei der Elution keine Verunreinigungen welcher Art auch immer (aus Sorbens, Kartusche, aus dem Labor) im Eluat landen.

### Was ist bei der Wahl der organischen Lösemittel für die Konditionierung zu beachten?

Sie müssen **wassermischbar** sein, denn sie sollen ja als Lösungsmittel für die wässrige Probe dienen.

Ist das **Elutionsmittel nicht mit Wasser mischbar**, braucht man ein **zweites Lösemittel zum Vermitteln**, z.B. nach Dichlormethan kann Methanol eingesetzt werden, dann erst Wasser.

Ist das **Elutionsmittel bzw. „Reinigungslösemittel“ auch nicht mit Methanol mischbar**, muss die **Kartusche** danach **getrocknet** werden, z.B. Reinigung mit Isooctan, dann trocknen, dann Konditionierung mit Methanol und Wasser.