

Chromatographie

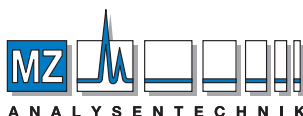
CHROMABOND® HR-Xpert

Das professionelle Konzept
innovativer SPE-Phasen



polymer-RP-Phasen
und mixed-mode
Ionentauscher-Phasen

MACHEREY-NAGEL
www.mn-net.com



AUTHORIZED DISTRIBUTOR

MZ-Analysentechnik GmbH
Barcelona-Allee 17 • D-55129 Mainz
Tel +49 6131 880 96-0
Fax +49 6131 880 96-20
e-mail: info@mz-at.de
www.mz-at.de



Since 1911



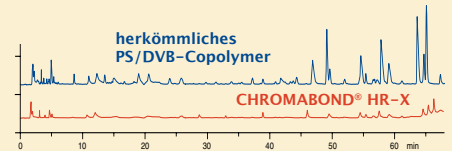
CHROMABOND® HR-Xpert

... das innovative Konzept der fünf polymer-basierten RP- und mixed-mode Ionentauscher-Phasen:

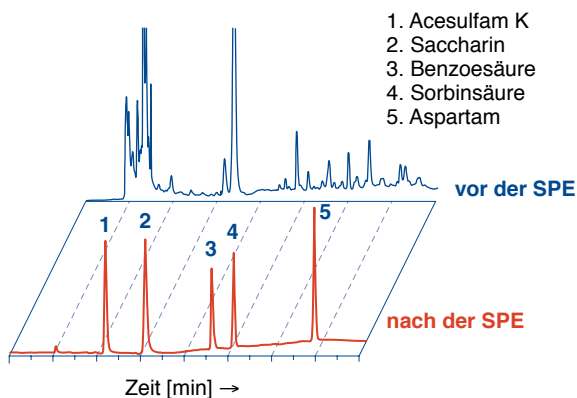
- CHROMABOND® HR-X hydrophobes PS/DVB-Copolymer
- CHROMABOND® HR-XC starker mixed-mode Kationentauscher
- CHROMABOND® HR-XA starker mixed-mode Anionentauscher
- CHROMABOND® HR-XCW schwacher mixed-mode Kationentauscher
- CHROMABOND® HR-XAW schwacher mixed-mode Anionentauscher

... was die innovativen SPE-Phasen bieten:

- **modernes, sphärisches Polymer**
 - ⇒ verschiedene Partikelgrößen (45 µm und 85 µm) passend je nach Probenvolumen und Matrix
 - ⇒ breites Anwendungsspektrum mit besonders guter Eignung zur Anreicherung von Pharmazeutika speziell aus biologischen Matrices
 - ⇒ ideales Fließverhalten durch geringen Feinstaubanteil
- **optimierte Porenstruktur und hohe spezifische Oberfläche**
 - ⇒ hohe Beladbarkeit und hervorragendes Elutionsverhalten im RP wie auch mix-mode Modus
 - ⇒ geringer Lösemittelverbrauch
 - ⇒ schnelle, kostengünstige Analytik
- **hochreines Adsorber-Material**
 - ⇒ blindwertfreies Arbeiten mit größtmöglicher Reproduzierbarkeit
 - ⇒ zuverlässige Analysen im Ultraspurenbereich
 - ⇒ einfache Übertragbarkeit und Auswertbarkeit ohne Anpassung der Methode bei neuer Charge



Trennung von Lebensmittelzusatzstoffen



In der modernen Analytik hat die SPE 3 wichtige Aufgaben:

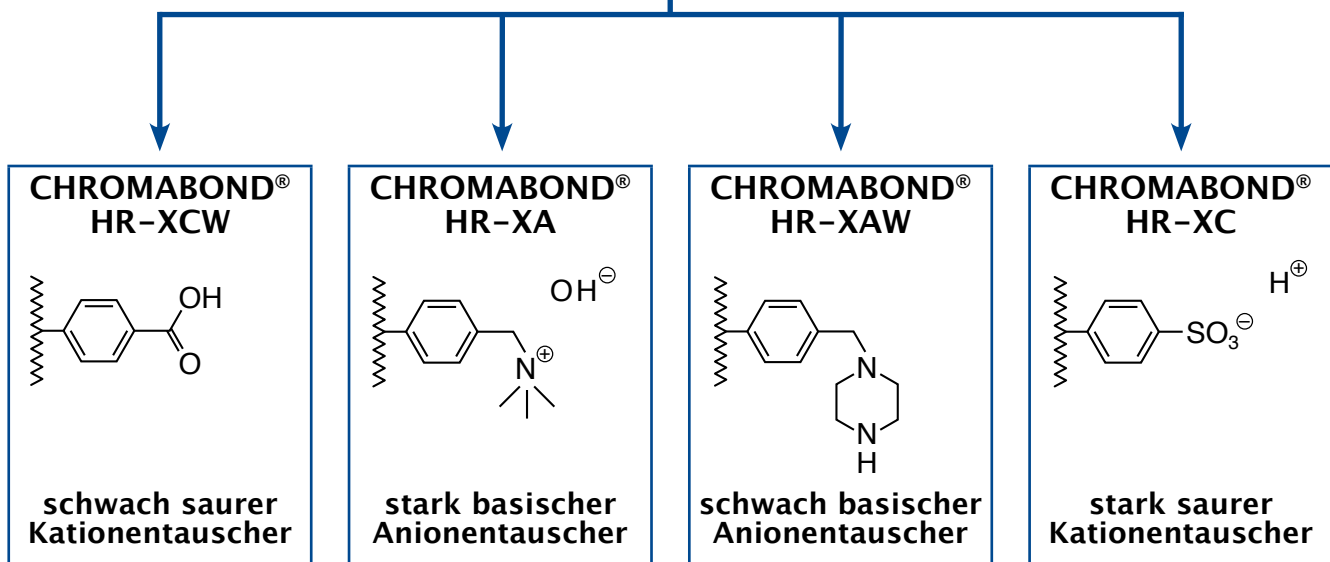
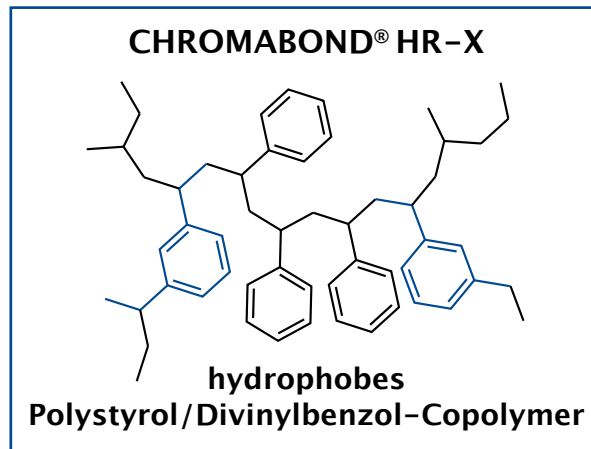
- ⇒ **Anreicherung der Analyten**
bis zum Faktor 10.000 – Erhöhung der chromatographischen Empfindlichkeit / Verbesserung der Nachweisgrenzen
- ⇒ **Entfernen von Störkomponenten**
Schutz vor übermäßiger Kontamination der nachfolgenden Analytik wie HPLC, GC, DC, UV, MS oder IR-Spektroskopie, ...
- ⇒ **Wechsel der Matrix des Analyten**
Matrix die einfacher bzw. für die nachfolgende Analytik besser geeignet ist

... das HR-Xpert-Konzept garantiert:

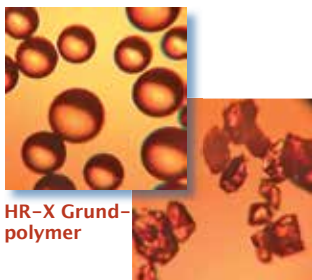
- RP- und mixed-mode SPE-Phasen mit ausgeprägten Ionentauscher- und RP-Eigenschaften
Ihr Nutzen ⇒ sehr gute Anreicherung neutraler, saurer und basischer Analyten
 - modernes, sphärisches Basis-Polymer mit optimierter Porenstruktur und hoher Oberfläche
Ihr Nutzen ⇒ hohe Reproduzierbarkeit, zuverlässige und kostengünstige Analytik
 - Möglichkeit für deutlich aggressivere Waschprozeduren zur Matrixabtrennung
Ihr Nutzen ⇒ saubere Proben und Schutz der analytischen HPLC- und GC-Geräte
 - Quantifizierung von Analyten aus stark belasteten Proben
Ihr Nutzen ⇒ niedrigere Nachweisgrenzen auch bei kritischen Matrices
- CHROMABOND® HR-Xpert ist die perfekte Kombination für alle Herausforderungen in der modernen Probenvorbereitung**



Chemische Strukturen



Festphasenextraktion



HR-X Grundpolymer

herkömmliches
PS/DVB-Copolymer

HR-X: sphärisches Grundmaterial für effiziente Anreicherung und ideales Fließverhalten

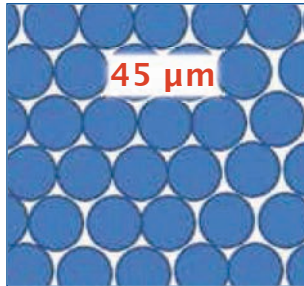
Vergleichbare Phasen:

CHROMABOND® HR-X:	Oasis® HLB, Strata™ X, Nexus, ENVI-Chrom P
CHROMABOND® HR-XC:	Oasis® MCX, Strata™ X-C, StyreScreen® DBX, HyperSep™ Retain™-CX
CHROMABOND® HR-XA:	Oasis® MAX, Strata™ X-A, HyperSep™ Retain™-AX, StyreScreen® QAX
CHROMABOND® HR-XCW:	Oasis® WCX, Strata™-X-CW
CHROMABOND® HR-XAW:	Oasis® WAX, Strata™-X-AW

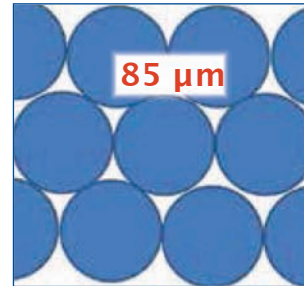
(Warenzeichen von Waters, Phenomenex, Varian, Thermo Fisher Scientific Inc. und UCT)



2 Partikelgrößen – 1 Ziel ... mit HR-Xpert zur optimalen Applikation für unterschiedliche applikative Anforderungen ergänzen sich die Partikelgrößen ideal



- besonders geeignet für:**
- ⊕ Kleinere Probenvolumen
 - ⊕ Kleinere Sorbensmenge
 - ⊕ Geringeres Elutionsvolumen



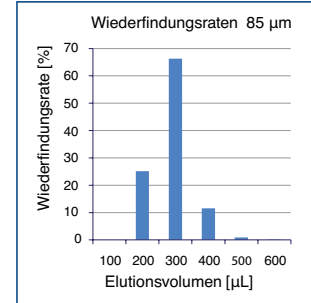
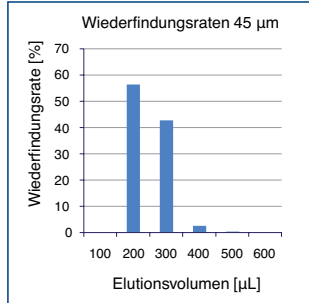
- ⊕ Großvolumige oder viskose Proben/ starke Matrixbelastung
- ⊕ Arbeiten auch ohne Vakuum (z. B. für leicht flüchtige Analyten)
- ⊕ Höhere Sorbensmenge ohne Rückdruckanstieg

⊕ Vergleich 45 µm und 85 µm

- Größere Partikelzahl pro Volumen bei 45 µm durch ca. halben Radius
 - ↳ achtfache Partikelzahl bei gleicher Sorbensmenge
- Spezifische Oberfläche ist bei beiden Partikelgrößen gleich
 - ↳ die frei zugängliche äußere Oberfläche ist bei 45 µm Partikeln deutlich größer
- Dichtere Sorbenspackung: Intensivere Wechselwirkung des Analyten mit dem Sorbens
 - ↳ bessere Extraktionsergebnisse

Ideales Elutionsverhalten

Methode: 1 mL Säule mit 30 mg CHROMABOND® HR-X; 1 mL Standardlösung (1 mg/mL Hexobarbital); Trocknen; portionsweise Elution in 100 µL Schritten mit Methanol (MN Appl.-Nr. 305490)



- ⊕ bei 45 µm · schnellere Elution · geringere Elutionsvolumina nötig

Durchbruchverhalten bei der Anreicherung

Methode: 1 mL Säule mit 15 mg CHROMABOND® HR-X; portionsweise Aufgabe von 1 mL Standardlösung (250 µg/mL Hexobarbital in Wasser); "Eluat" auffangen (MN Appl.-Nr. 305480)

45 µm (rot):

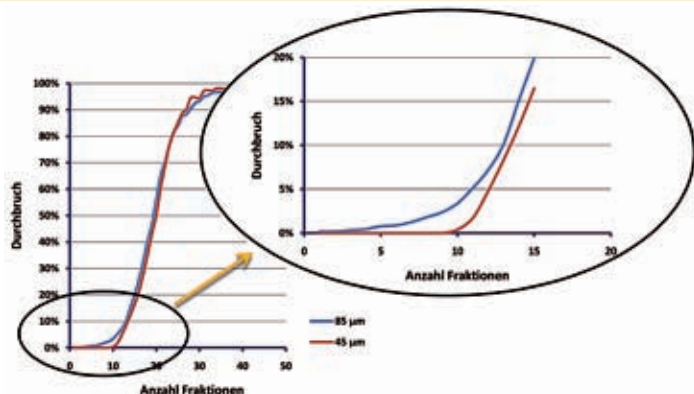
Analyt wird bis zur Fraktion 10 vollständig zurückgehalten.

85 µm (blau):

Geringe Mengen brechen bereits bei Fraktion 4 durch.

⊕ Vergleich zwischen 45 µm und 85 µm

- ↳ 45 µm Partikel weisen bei kleineren Sorbensmengen besseres Anreicherungs- und Durchbruchverhalten auf.

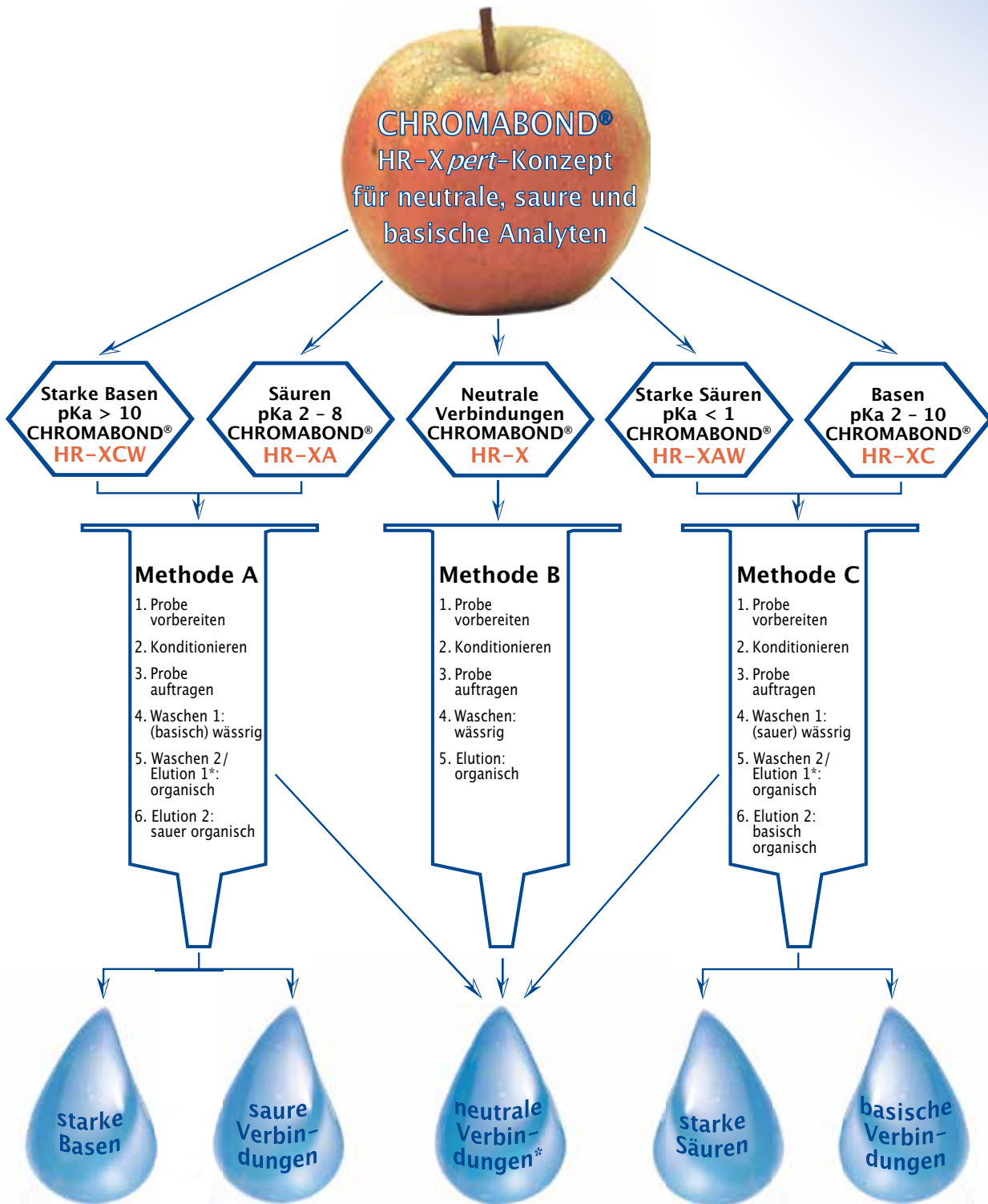


- ⊕ Bei der Verwendung größerer Sorbensmengen zeigt sich dieser Effekt nicht mehr unbedingt, da auch bei den 85 µm Partikeln ein ausreichender Kontakt des Analyten zum Sorbens erfolgt. 45 µm Partikel sind ideal für kleine Proben- und Elutionsmengen, während bei großen Proben- und Sorbensmengen 85 µm Partikel durch ein besseres Fließverhalten Vorteile aufweisen.



3 Wege – 1 Ziel ... mit HR-X_{pert} zur saubereren Probe:

Abhängig vom Charakter des Analyten bietet HR-X_{pert} das geeignete Sorbens und die optimale Methode zur Probenvorbereitung, Aufreinigung und Anreicherung.



Festphasenextraktion

* Unter organischen Wasch- bzw. Elutionsbedingungen werden ebenfalls eluiert:
 HR-X → polare Verbindungen wie organische Säuren und Basen
 HR-XC / HR-XCW → saure Komponenten / Verunreinigungen
 HR-XA / HR-XAW → basische Komponenten / Verunreinigungen



HR-X

- hydrophobes Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer
pH-Stabilität 1-14
- hochreines Material mit höchster Reproduzierbarkeit und Blindwertfreiheit durch neuartiges Herstellungsverfahren
- sphärische Partikel, 45 µm oder 85 µm (Standard);
Porenweite 55-60 Å, sehr hohe Oberfläche 1000 m²/g;
Kapazität 390 mg/g (Coffein in Wasser)
- hervorragende Wiederfindungsrate speziell für die Anreicherung von Medikamenten/Wirkstoffen durch sphärische Struktur der Partikel, sehr homogene Oberfläche und optimierte Porenstruktur

sphärisches, hydrophobes Polystyrol-Divinylbenzol Adsorberharz

- empfohlene Applikation:
Medikamente/Wirkstoffe aus
Tabletten, Cremes, Wasser/Abwasser
Drogen und Pharmazeutika aus
Urin, Blut, Serum, Plasma
Spurenanalytik von
Pestiziden, Herbiziden, Phenolen,
PAH's und PCB's aus Wasser

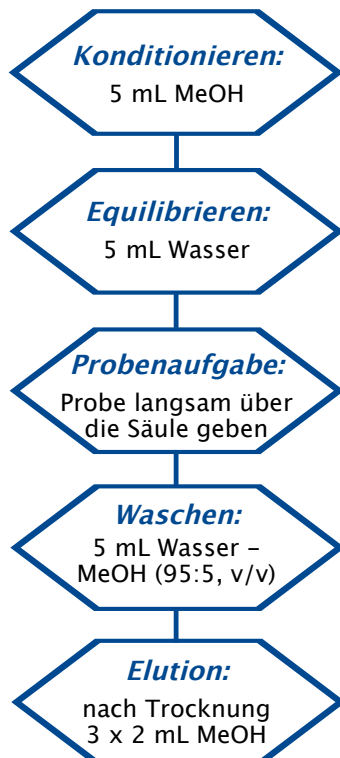
Festphasenextraktion

Standardprotokoll für CHROMABOND® HR-X

MN Appl.-Nr. 304310

Säulentyp: CHROMABOND® HR-X/3 mL/200 mg
REF 730931

Probenvorbereitung: Individuelle Probenvorbereitung in Abhängigkeit von Analyten und Probenmatrix; falls erforderlich pH-Wert einstellen.



Anschlussanalytik:
wenn nötig, eindampfen und aufnehmen in geeignetem Lösemittel; HPLC oder GC

Die angeführten Bedingungen sollen als Startpunkt einer Methodenentwicklung dienen. Weitere Anpassungen zur Erzielung optimaler Ergebnisse können notwendig sein.

Sulfonamide aus Serum

MN Appl.-Nr. 304220

Säulentyp: CHROMABOND® HR-X/3 mL/200 mg
REF 730931

Probe: je 2 µg/mL in Serum

Konditionierung: 5 mL MeOH, 5 mL Wasser

Probenaufgabe: 1 mL gespiktes Serum

Waschen: 5 mL Wasser - MeOH (95:5, v/v)

Elution: nach Trocknung 3 x 2 mL Methanol

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	HR-X	Oasis® HLB	Strata™ X
Sulfanilamid	66	62	63
Sulfadiazin	107	101	108
Sulfamerazin	114	111	111
Sulfadimidin	94	86	89
Succinylsulfathiazol	70	43	48

Anschlussanalytik:

HPLC nach MN Appl.-Nr. 117880

Säule: EC 125/4 mm
NUCLEODUR® C₁₈ Gravity, 5 µm

Eluent: MeOH - 0,1 % TFA (20:80, v/v)

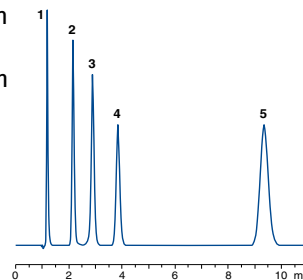
Flussrate: 1,0 mL/min

Temperatur: 22°C

Detektion: UV, 230 nm

Peaks:

- Sulfanilamid
- Sulfadiazin
- Sulfamerazin
- Sulfadimidin
- Succinylsulfathiazol



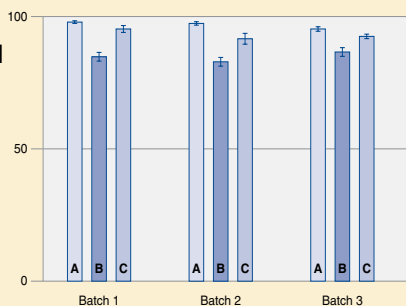


Höchste Reproduzierbarkeit

- innerhalb einer Batch
- von Batch zu Batch

Verbindungen:

- A** Phenobarbital
- B** Pentobarbital
- C** Hexobarbital



Barbiturate aus Serum

MN Appl.-Nr. 304290

Säulentyp: CHROMABOND® HR-X/3 mL/200 mg
REF 730931

Probe: je 100 ng/mL in Serum

Konditionierung: 5 mL MeOH, 5 mL Wasser

Probenaufgabe: 1 mL gespiktes Serum

Waschen: 5 mL Wasser

Elution: nach Trocknung 3 x 2 mL MeOH

Anschlussanalytik:

HPLC auf NUCLEODUR® 100-5 C₁₈ ec
nach MN Appl.-Nr. 117820

Pestizide aus Wasser

MN Appl.-Nr. 304250 und 304260

GIU GmbH, Teningen

Säulentyp: CHROMABOND® HR-X/3 mL/200 mg
REF 730931

Probe: je 500 ng/L in Wasser; pH-Wert eingestellt

Konditionierung: 10 mL MeOH, 10 mL Wasser

Probenaufgabe: 1 L Probe langsam über Säule saugen

Trocknen: Stickstoffstrom

Elution: 5 mL MeOH - THF (1:1, v/v)

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	pH 7	Verbindung	pH 2
Desisopropyltriazin	90	Metamitron	86
2,4-Dichlorbenzamid	95	Quinmerac	90
Desethyltriazin	89	Chloridazon	93
Hexazinon	95	Picloram	83
Bromacil	103	Metribuzin	84
Simazin	91	Cyanazin	83
Desethylterbutylazin	89	Metabenzthiazuron	94
Atrazin	88	Chlortoluron	91
Metalaxyl	97	Isoproturon	89
Metazachlor	93	Diuron	91
Propazin	88	Dimethenamid-P	89
Terbutylazin	86	Linuron	94
Metolachlor	97	Epoxiconazo	86
		Penconazol	90
		Alachlor	93
		Propiconazol-1	89
		Flufenacet	91

Anschlussanalytik:

HPLC z.B. auf NUCLEODUR® 100-3 C₈ ec
nach MN Appl.-Nr. 118610 oder 120485

Wirkstoffe aus Wasser

MN Appl.-Nr. 304240

Säulentyp: CHROMABOND® HR-X/3 mL/200 mg
REF 730931

Probe: je 1 µg/L in Wasser

Konditionierung: 5 mL MeOH, 5 mL Wasser

Probenaufgabe: 500 mL Wasser (pH 3) langsam über die Säule saugen

Waschen: 5 mL Wasser

Elution: Nach Trocknung 3 x 2 mL Acetonitril

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	HR-X	Strata™ X
Ketoprofen	98	92
Ibuprofen	91	93
Pentobarbital	99	95
Meclofenaminsäure	92	93
Protriptylin	63	45
Nortriptylin	53	39

Anschlussanalytik: HPLC nach MN Appl.-Nr. 121690

Säule: EC 125/4 mm
NUCLEODUR® C₁₈ Gravity, 5 µm

Eluent: A) 20 mmol KH₂PO₄, pH 7
B) Acetonitril

Gradient: 20 % B → 50 % B in 25 min

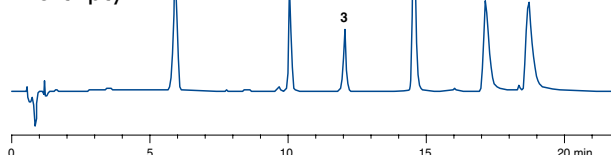
Flussrate: 0,5 mL/min

Temperatur: 22°C

Detektion: UV, 215 nm

Peaks:

1. Ketoprofen
2. Ibuprofen
3. Pentobarbital
4. Meclofenaminsäure
5. Protriptylin
6. Nortriptylin



Oasis® HLB und Strata™ X sind Warenzeichen der Firmen Waters und Phenomenex®



HR-XC

- stark saurer Benzolsulfonsäure-Kationentauscher
Tauscherkapazität 1.0 meq/g
- Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer als Basismaterial
pH-Stabilität 1-14; RP-Kapazität 300 mg/g (Coffein in Wasser)
- hochreines Material mit höchster Reproduzierbarkeit und
Blindwertfreiheit durch neuartiges Herstellungsverfahren
- sphärische Partikel, 45 µm oder 85 µm (Standard);
Porenweite 65-75 Å, sehr hohe Oberfläche 800 m²/g;
Porenvolumen 1,4 cm³/g
- hervorragende Wiederfindungsraten speziell für die Anreicherung
von basischen Analyten

starker Kationentauscher

- empfohlene Applikation:
basische Wirkstoffe aus
stark matrixbelasteten Proben wie
z.B. Urin, Plasma, Serum, ...
- Fungizide aus Lebensmitteln
Melamin aus Milchprodukten
- basische Analyten wie z.B. Amine
Basen mit pKa 2-10

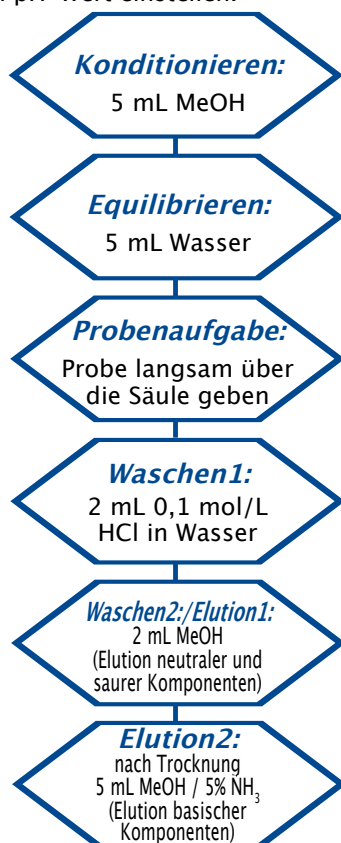
Festphasenextraktion

Standardprotokoll für CHROMABOND® HR-XC

MN Appl.-Nr. 304790

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XC 3 mL/200 mg,
REF 730952

Probenvorbereitung: Individuelle Probenvorbereitung
in Abhängigkeit von Analyten und Probenmatrix; falls
erforderlich pH-Wert einstellen.



Anschlussanalytik:
wenn nötig, eindampfen und aufnehmen in
geeignetem Lösemittel; HPLC oder GC

Die angeführten Bedingungen sollen als Startpunkt einer
Methodenentwicklung dienen. Weitere Anpassungen zur
Erzielung optimaler Ergebnisse können notwendig sein.

Fraktionierung saurer, neutraler und basischer Analyten aus Serum

MN Appl.-Nr. 304780

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XC 3 mL/200 mg,
REF 730952

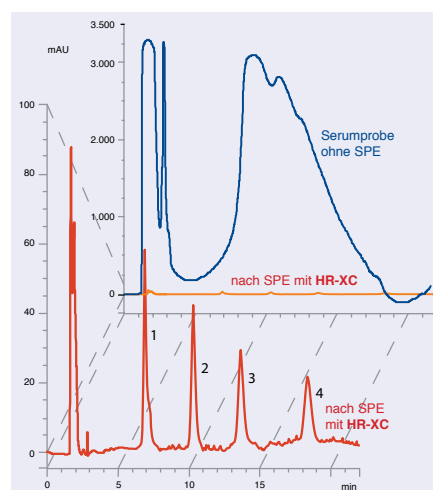
Probe: 1 mL gespikete Matrix, angesäuert mit
200 µL 2% H₃PO₄

Konditionierung: 5 mL MeOH, 5 mL Wasser

Probenaufgabe: 1.2 mL gespiketes Serum

Waschen: 2 mL 0,1 N HCl in Wasser

Elution: a) 2,5 mL MeOH
(Fraktion A: neutrale und saure Analyten)
b) 5 mL MeOH / 10% NH₃
(Fraktion B: basische Analyten)



- Peaks:**
- Doxepin
 - Imipramin
 - Amitriptylin
 - Trimipramin

Wiederfindungsrate [%]:

Fraktion A: saure und neutrale Analyten
Fraktion B: basische Analyten

Verbindung	HR-XC	Verbindung	HR-XC	Oasis® MCX	Strata™ X-C
Suprofen	108	Doxepin	101	68	82
Naproxen	85	Imipramin	95	71	85
Tolmetin	73	Amitriptylin	94	72	78
Phenobarbital	108	Trimipramin	92	70	81
Indomethacin	33				
Hexobarbital	80				

Anschlussanalytik: HPLC auf NUCLEODUR® C18 bzw. C8 Gravity
nach MN Appl.-Nr. 122230 + 118520



HR-XA

- stark basischer quaternärer Ammonium-Anionentauscher
Tauscherkapazität ca. 0,25 meq/g
- Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer als Basismaterial
pH-Stabilität 1-14; RP-Kapazität 350 mg/g (Coffein in Wasser)
- hochreines Polymer mit höchster Reproduzierbarkeit und
Blindwertfreiheit durch neuartiges Herstellungsverfahren
- sphärische Partikel, 45 µm oder 85 µm (Standard); Porenweite 55-
65 Å; sehr hohe Oberfläche 850 m²/g; Porenvolumen 1,4 cm³/g
- hervorragende Wiederfindungsraten speziell für die Anreicherung
von sauren Analyten

starker Anionentauscher

- empfohlene Applikation:
 - saure Wirkstoffe aus stark matrixbelasteten Proben wie z.B. Urin, Plasma, Serum, ...
 - phenolische Säuren
 - saure Herbizide
 - schwache/mittelstarke Säuren mit pKa 2-8



Saure Pharmaka aus Serum

MN Appl.-Nr. 305000

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XA/3 mL/200 mg
REF 730951

Probe: 5 mL gespiktes Serum (je 1 µg/mL),
mit 1 N NaOH alkalisch eingestellt

Konditionieren: 5 mL MeOH

Equilibrieren: 5 mL Wasser

Probenaufgabe: Probe auftragen

Waschen: a) 2,5 mL Wasser
b) 2,5 mL 0,1 N NaOH
c) 5 mL MeOH

Elution: nach Trocknung
5 mL MeOH / 1% Ameisensäure

Anschlussanalytik: HPLC auf NUCLEODUR®
C18 Gravity nach MN Appl.-Nr. 122840

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	HR-XA	Oasis® MAX
Ketoprofen	90	85
Fenoprop	104	123
Fenoprofen	98	69
Flurbiprofen	106	98
Ibuprofen	88	58
Carprofen	69	89
Diclofenac	95	94
Meclofenaminsäure	92	93

Weitere Applikationen auf CHROMABOND® HR-XA

- Appl.-Nr. 304980 saure Herbizide
- Appl.-Nr. 305020 Fraktionierung saurer und basischer Analyten aus Serum
- Appl.-Nr. 304990 phenolische Säuren

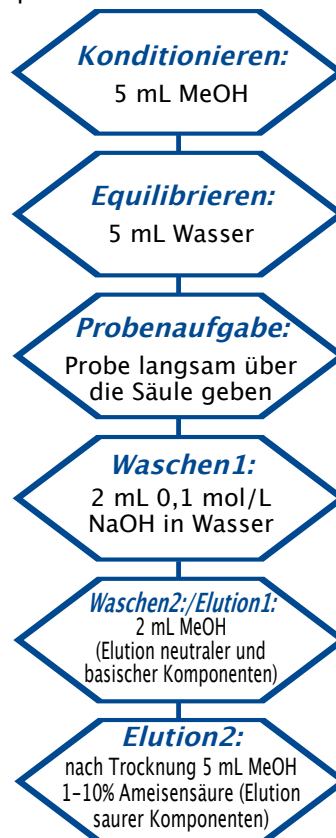
www.mn-net.com/apps

Standardprotokoll für CHROMABOND® HR-XA

MN Appl.-Nr. 304970

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XA/3 mL/200 mg
REF 730951

Probenvorbereitung: Individuelle Probenvorbereitung
in Abhängigkeit von Analyten und Probenmatrix; falls
erforderlich pH-Wert einstellen.



Anschlussanalytik:
wenn nötig, eindampfen und aufnehmen in
geeignetem Lösemittel; HPLC oder GC

Die angeführten Bedingungen sollen als Startpunkt einer
Methodenentwicklung dienen. Weitere Anpassungen zur
Erzielung optimaler Ergebnisse können notwendig sein.



CHROMABOND® HR-XCW

HR-XCW

- schwach saurer Carbonsäure-Kationentauscher
Tauscherkapazität >0,7 meq/g
- Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer als Basismaterial
pH-Stabilität 1-14
- hochreines Material mit höchster Reproduzierbarkeit und Blindwertfreiheit
durch neuartiges Herstellungsverfahren
- sphärische Partikel, 45 µm oder 85 µm (Standard); Porenweite 50-60 Å
sehr hohe Oberfläche 850 m²/g; Porenvolumen 1,2-1,4 cm³/g
RP-Kapazität 350 mg/g (Coffein in Wasser)
- hervorragende Wiederfindungsraten speziell für die Anreicherung von starken
Basen

schwacher Kationentauscher

- empfohlene Applikation:
starke Basen wie
quartäre Amine
basische Wirkstoffe aus
stark matrixbelasteten
Proben wie z.B. Urin,
Blut, Serum, ...
starke Basen mit
pKa > 10

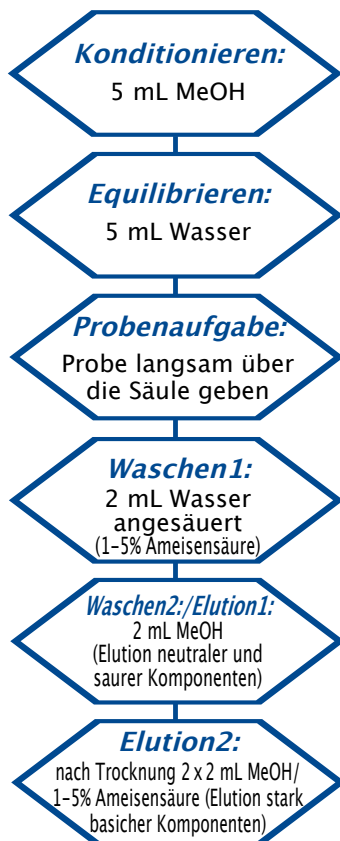
Festphasenextraktion

Standardprotokoll für CHROMABOND® HR-XCW

MN Appl.-Nr. 305300

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XCW 3 mL/200 mg,
REF 730739

Probenvorbereitung: Individuelle Probenvorbereitung
in Abhängigkeit von Analyten und Probenmatrix; falls
erforderlich pH-Wert einstellen.



Alternativ kann Elution2 mit basischem Methanol (NH₃)
erzielt werden (z.B. bei primären bis tertiären Aminen).
Hierbei erfolgt durch Deprotonierung des Analyten eine
Unterbrechung der Wechselwirkung zum Kationentauscher.

Anschlussanalytik:
wenn nötig, eindampfen und aufnehmen in
geeignetem Lösemittel; HPLC oder GC

Die angeführten Bedingungen sollen als Startpunkt einer
Methodenentwicklung dienen. Weitere Anpassungen zur
Erzielung optimaler Ergebnisse können notwendig sein.

Tricyclische Antidepressiva

MN Appl.-Nr. 305340

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XCW/3 mL/60 mg
REF 730735

Probe: 250 µL gespicktes Serum, verdünnt mit 1 mL
10% Ameisensäure in Wasser

Konditionieren: 3 mL MeOH

Equilibrieren: 3 mL Wasser

Probenaufgabe: Proben wird langsam auf die Säule
gegeben

Waschen: 1 mL 5% Ameisensäure in Wasser, dann
1 mL MeOH

Elution: Nach Trocknung mittels Vakuum (15 min)
3 mL 5% Ameisensäure in MeOH

Anschlussanalytik: Eindampfen zur Trocknung und
Aufnehmen in geeignetem Lösemittel; HPLC auf
NUCLEODUR® C8 Gravity, 5µm nach MN Appl.-Nr.
128520

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	HR-XCW	HR-XC*	PCA**	Oasis® WCX
Doxepin	79	5	11	41
Imipramin	79	9	20	67
Amitriptylin	91	9	14	46
Trimipramin	98	7	14	27

* **HR-XC:** Die basischen Analyten können nicht unter leicht
saurer-organischen Bedingungen vom CHROMABOND®
HR-XC (starker Kationentauscher) eluiert werden, da diese
nicht ausreichen, um die Wechselwirkung zum starken
Kationentauscher zu unterbrechen. Verwendung von ba-
sischem Methanol hingegen führt zur vollständigen Elution
(siehe MN Appl.-Nr. 304780).

** **PCA:** Aufgrund der fehlenden RP-Wechselwirkungen
des kieselgelbasierten schwachen Kationentauschers
CHROMABOND® PCA erfolgt nur eine unzureichende
Anreicherung bzw. Elution.





HR-XAW

- schwach basischer sekundär/tertiärer Ammonium-Anionentauscher
Tauscherkapazität >0,5 meq/g
- Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer als Basismaterial
pH-Stabilität 1-14
- hochreines Material mit höchster Reproduzierbarkeit und Blindwertfreiheit durch neuartiges Herstellungsverfahren
- sphärische Partikel 45 µm oder 85 µm (Standard); Porenweite 55-65 Å
sehr hohe Oberfläche 850 m²/g; Porenvolumen 1,2-1,4 cm³/g
RP-Kapazität 350 mg/g (Coffein in Wasser)
- hervorragende Wiederfindungsraten speziell für die Anreicherung von starken Säuren

schwacher Anionentauscher

- empfohlene Applikation:
perfluorierte Tenside
starke Säuren wie Sulfonsäuren
saure Wirkstoffe aus stark matrixbelasteten Proben wie z.B. Urin, Blut, Serum, ...
starke Säuren mit pKa < 1



Imprägniert mit polyfluorierten Tensiden?

Perfluorierte Tenside aus Wasser

MN Appl.-Nr. 305140

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XAW/3 mL/60 mg
REF 730747

Probe: 500 mL Wasser, gespiked mit 1 mL Standardlösung (20 µg/L je Komponente)

Konditionieren: 2 mL MeOH + 5% Ammoniak, dann 2 mL MeOH

Equilibrieren: 2 mL Wasser

Probenaufgabe: Proben wird langsam auf die Säule gegeben

Waschen: 1. 2 mL Wasser
2. 2 mL Aceton - Acetonitril - Ameisensäure (50:50:1, v/v/v),
3. 2 mL MeOH

Elution: Nach Trocknung mittels Vakuum 2 mL Methanol + 5% Ammoniak

Anschlussanalytik: wenn nötig, eindampfen und aufnehmen in geeignetem Lösemittel, HPLC auf NUCLEODUR® Sphinx RP nach MN Appl.-Nr. 123340

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	HR-XAW	Oasis® WAX
Perfluorpropionsäure (PFPrA)	103	76
Perfluorpentansäure (PFPeA)	94	81
Perfluorhexansäure (PFHxA)	94	91
Perfluoroctansäure (PFOA)	95	95
Kalium-Perfluoroctansulfonat (PFOS)	81	80
Perfluordodecansäure (PFDoDA)	82	34

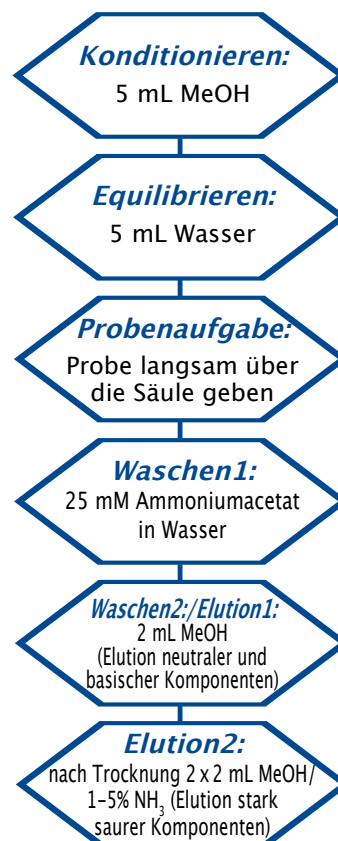
SPE-Methode für perfluorierte Tenside aus Wasser entsprechend DIN 38407-42

Standardprotokoll für CHROMABOND® HR-XAW

MN Appl.-Nr. 305200

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XAW 3 mL/200 mg,
REF 730748

Probenvorbereitung: Individuelle Probenvorbereitung in Abhängigkeit von Analyten und Probenmatrix; falls erforderlich pH-Wert einstellen.



Alternativ kann Elution2 mit angesäuertem Methanol (Ameisensäure) erzielt werden. Hierbei erfolgt durch Protonierung des Analyten eine Unterbrechung der Wechselwirkung zum Anionentauscher.

Anschlussanalytik: wenn nötig, eindampfen und aufnehmen in geeignetem Lösemittel; HPLC oder GC

Die angeführten Bedingungen sollen als Startpunkt einer Methodenentwicklung dienen. Weitere Anpassungen zur Erzielung optimaler Ergebnisse können notwendig sein.



Alkaloide aus Serum

MN Appl.-Nr. 304300

Säulentyp: CHROMABOND® HR-X/3 mL/200 mg
REF 730931

Probenvorbereitung: Serumproben mit Alkaloiden versetzt (jeweils 2 µg/mL)

Konditionieren: 5 mL MeOH

Equilibrieren: 5 mL Wasser (Die Säule nicht trocken laufen lassen!)

Probenaufgabe: 1 mL der Probe per Vakuum durch die Säule saugen

Waschen: 5 mL Wasser

Trocknen: Luft oder unter Stickstoff

Elution: 3 x 2 mL Aceton

Anschlussanalytik: HPLC mit NUCLEODUR® C₁₈ Gravity, nach MN Appl.-Nr. 117950

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	HR-X
Atropin	99
Papvarin	97
Noscapin	95
Strychnin	94
Chinin	60

Extraktion von Melamin aus Milch

MN Appl.-Nr. 304920

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XC/3 mL/200 mg
REF 730952

Schritt 1: zu 10 mL versetzte Milch (1 µg/mL oder 0,1 µg/mL) werden 1 mL 1N HCl und 10 mL Methylenchlorid hinzugefügt.

Schritt 2: vortexen und zentrifugieren (15 min) und wässrigen Überstand sammeln.

5 mL 0,1 N HCl zur org. Phase

2 Wiederholungen von Schritt 2

Alle wässrigen Phasen für die SPE zusammenführen.

Konditionieren: 5 mL MeOH

Equilibrieren: 5 mL Wasser (Die Säule nicht trocken laufen lassen!)

Probenaufgabe: Probe per leichtem Vakuum oder Schwerkraft durch die Säule saugen.

Waschen: 5 mL 0,1 N HCl + 5 mL MeOH

Trocknen: 10 min im Vakuum

Elution: 2 x 2,5 mL Methanol / 5 % NH₃
Eindampfen unter Stickstoffstrom und Rekonstitution (Wiederaufnahme) mit geeigneten Lösungsmittel für die Anschlussanalytik.

Anschlussanalytik: HPLC mit NUCLEODUR® 100-5 C₈ ec, nach MN Appl.-Nr. 122670

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	HR-XC
1 µg Melamin in 1 mL Milch	99
0,1 µg Melamin in 1 mL Milch	88

Fungizide in Fruchtsaft

MN Appl.-Nr. 304740

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XC/3 mL/200 mg
REF 730952

Probenvorbereitung: Apfelsaft mit 5 mL Fungiziden (c=1 µg/mL) + 0,5 mL 0,1 N NaOH versetzt.

Konditionieren: 5 mL MeOH

Equilibrieren: 5 mL 2 % NH₃ (Die Säule nicht trocken laufen lassen!).

Probenaufgabe: Probe per Vakuum durch die Säule saugen.

Waschen:

a) 2 mL 2 % NH₃

b) 2 mL 30 % Methanol / 5 % NH₃

c) 2 mL 0,1 N HCl

d) 2 mL Methanol

Trocknen: Luft oder unter Stickstoff

Elution: 4 mL MeOH/5 % NH₃

Eindampfen unter Stickstoffstrom und Rekonstitution (Wiederaufnahme) mit geeigneten Lösungsmittel für die Anschlussanalytik.

Anschlussanalytik: HPLC mit NUCLEODUR® C₁₈ Gravity, nach MN Appl.-Nr. 122200

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	HR-XC
Carbendazim	89
Thiabendazol	92

Extraktion von Camphersulfonsäure aus Serum

MN Appl.-Nr. 305320

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XAW/3 mL/60 mg
REF 730747

Probenvorbereitung: Stammlösung: Camphersulfonsäure in Wasser (c=0,5 mg/mL)

Standardlösung: 5 µL Stammlösung verdünnen auf 10 mL (c=0,25 µg/mL)

Probenlösung: 5 mL Serum wird mit 5 µL Stammlösung gemischt und mit 4 % H₃PO₄ auf 10 mL verdünnt.

Konditionieren: 2 mL MeOH

Equilibrieren: 2 mL Wasser (Die Säule nicht trocken laufen lassen!)

Probenaufgabe: 2 mL über Vakuum durch die Säule saugen.

Waschen: 2 mL 2 % Ameisensäure in Wasser; danach 2 mL MeOH

Trocknen: Vakuum

Elution: 2 mL MeOH + 5 % Ammoniak

Eindampfen unter Stickstoffstrom und Rekonstitution (Wiederaufnahme) mit geeigneten Lösungsmittel für die Anschlussanalytik.

Anschlussanalytik: HPLC-MS mit NUCLEODUR® C₁₈ Gravity, nach MN Appl.-Nr. 123520

Wiederfindungsrate: 98,9 %



Allantoin in Kosmetikprodukten

MN Appl.-Nr. 305440

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XA/3 mL/60 mg
REF 730950

Probenvorbereitung: 1 g Kosmetikprodukt mit 100 mL Wasser mischen und mit konz. Ammoniaklösung auf pH 10 – 11 einstellen.

Konditionieren: 1 mL MeOH

Equilibrieren: 1 mL Ammoniumhydroxidlösung (w(NH₃) = 5 %)

Probenaufgabe: 1 mL der Probe langsam durch die Säule saugen.

Waschen: 1 mL Ammoniumhydroxidlösung (w(NH₃) = 5 %) danach 1 mL MeOH (Die Säule nicht vollständig trocknen!)

Elution: 2 x 600 µL HCl (w(HCl) = 0,6 %)

Auf 10 mL mit Acetonitril/30 mM Ammoniumchlorid, pH 3,0 (80:8, v/v) für die HPLC Analyse auffüllen.

Anschlussanalytik: HPLC mit NUCLEODUR® HILIC, nach MN Appl.-Nr. 305446

Saure Herbizide

MN Appl.-Nr. 304980

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XA/3 mL/200 mg
REF 730951

Probe: 1 µg/mL Probe mit 1 N NaOH alkalisch einstellen

Konditionieren: 5 mL MeOH

Equilibrieren: 5 mL Wasser (Die Säule nicht trocken laufen lassen!)

Probenaufgabe: per Vakuum durch die Säule saugen.

Waschen:

a) 2,5 mL 50 mM NaOAc (Natriumacetat)

b) 2,5 mL MeOH

Trocknen: Luft oder unter Stickstoff

Elution: 5 mL Methanol/10 % Ameisensäure

Eindampfen unter Stickstoffstrom und Rekonstitution (Wiederaufnahme) mit geeigneten Lösungsmittel für die Anschlussanalytik.

Anschlussanalytik: HPLC mit NUCLEODUR® C₁₈ Gravity, nach MN Appl.-Nr. 122820

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	HR-XA	Oasis® WAX
Dicamba	87	78
Bentazon	79	72
2,4-D	82	80
MCPA	76	72



Extraktion von Paraquat und Diquat aus Wasser

MN Appl.-Nr. 305370

Säulentyp: CHROMABOND® HR-XCW/3 mL/60 mg
REF 730735

Konditionieren: 1 mL MeOH

Equilibrieren: 1 mL Wasser (Die Säule nicht trocken laufen lassen!).

Probenaufgabe: 1 mL (0,5 µg/mL) durch die Säule saugen.

Waschen: 1 mL Wasser

Trocknen: Luft bzw. Stickstoff

Elution: 1 mL Acetonitril/Wasser + 2 % Ameisensäure (1:1, v/v)

Eindampfen unter Stickstoffstrom und Rekonstitution (Wiederaufnahme) mit geeigneten Lösungsmittel für die Anschlussanalytik.

Anschlussanalytik: HPLC mit NUCLEODUR® HILIC nach MN Appl.-Nr. 123060

Wiederfindungsrate [%]:

Verbindung	HR-XA
Paraquat	103
Diquat	113

Entsalzung und selektive Elution von Peptiden und Proteinen

MN Appl.-Nr. 305290

Säulentyp: CHROMABOND® HR-X/1 mL/30 mg
REF 730934

Konditionieren: 1 mL Acetonitril

Equilibrieren: 1 mL dest. Wasser (0,1 % TFA)

Probenaufgabe: Probe langsam durch die Säule saugen.

Waschen: 2 x 1 mL dest. Wasser (0,1 % TFA)

Elution: 250 µL von

40:60 ACN/Wasser (saure Peptide)

70:30 ACN/Wasser (neutrale Peptide)

70:30 ACN/1,0 % Ameisensäure (basische Peptide)

Anschlussanalytik: wenn nötig, eindampfen und aufnehmen in geeignetem Lösemittel; HPLC oder GC



Bestellinformationen

Festphasenextraktion

CHROMABOND® HR-X

hydrophobe RP-Phase

Volumen	Füllmenge						Inhalt
CHROMABOND® HR-X Polypropylen-Säulen (85 µm)							
	30 mg	60 mg	100 mg	200 mg	500 mg	1 g	
1 mL	730934		730935				30
3 mL		730936		730931	730937		30
6 mL				730938	730939		30
15 mL					730940	730941	20
CHROMABOND® HR-X Polypropylen-Säulen (85 µm) · BIGpacks							
	200 mg						
3 mL	730931.250						250
6 mL	730938.250 730939.250						250
CHROMABOND® HR-X Polypropylen-Säulen (45 µm) · NEU							
1 mL	730934P45		730935P45				30
3 mL		730936P45		730931P45			30
CHROMABOND® LV-HR-X (85 µm)							
	30 mg	60 mg		200 mg			
15 mL	732130	732131		732132			30
CHROMABOND® MULTI 96 HR-X							
	96 x 10 mg (45 µm)	96 x 25 mg (45 µm)		96 x 50 mg (85 µm)		96 x 100 mg (85 µm)	
	738530.010M	738530.025M		738530.050M		738530.100M	1
CHROMABOND® HR-X Sorbens (85 µm)							
						730663	20 g

CHROMABOND® HR-XC

starker Kationentauscher

Volumen	Füllmenge						Inhalt
CHROMABOND® HR-XC Polypropylen-Säulen (85 µm)							
	30 mg	60 mg	100 mg	150 mg	200 mg	500 mg	
1 mL	730969		730049				30
3 mL		730956			730952	730953	30
6 mL				730957		730955	30
CHROMABOND® HR-XC Polypropylen-Säulen (45 µm) · NEU							
1 mL	730969P45		730049P45				30
3 mL		730956P45			730952P45		30
CHROMAFIX® HR-XC Kartuschen (85 µm)							
Größe	S		M		L		
Füllmenge Ø	155 mg		240 mg		500 mg		
	731755		731756		731757		50
CHROMABOND® HR-XC Sorbens (85 µm)							
						730664	100 g

CHROMABOND® HR-XA

starker Anionentauscher

Volumen	Füllmenge						Inhalt
CHROMABOND® HR-XA Polypropylen-Säulen (85 µm)							
	30 mg	60 mg	100 mg	150 mg	200 mg	500 mg	
1 mL	730968		730727				30
3 mL		730950			730951	730954	30
6 mL				730958		730966	30
CHROMABOND® HR-XA Polypropylen-Säulen (45 µm) · NEU							
1 mL	730968P45		730727P45				30
3 mL		730950P45			730951P45		30
CHROMAFIX® HR-XA Kartuschen (85 µm)							
Größe	S		M		L		
Füllmenge Ø	155 mg		240 mg		500 mg		
	731768		731769		731770		50
CHROMABOND® HR-XA Sorbens (85 µm)							
						730671	100 g



CHROMABOND® HR-XCW schwacher Kationentauscher

Volumen	Füllmenge						Inhalt
CHROMABOND® HR-XCW Polypropylen-Säulen (85 µm)							
	30 mg	60 mg	100 mg	150 mg	200 mg	500 mg	
1 mL	730731		730733				30
3 mL		730735			730739	730741	30
6 mL				730737		730743	30
CHROMABOND® HR-XCW Polypropylen-Säulen (45 µm) · NEU							
1 mL	730731P45		730733P45				30
3 mL		730735P45			730739P45		30
CHROMAFIX® HR-XCW Kartuschen (85 µm)							
Größe	S		M		L		
Füllmenge Ø	155 mg		240 mg		500 mg		
	731774		731775		731776		50
CHROMABOND® HR-XCW Sorbens (85 µm)						730674	100 g

CHROMABOND® HR-XAW schwacher Anionentauscher

Volumen	Füllmenge						Inhalt
CHROMABOND® HR-XAW Polypropylen-Säulen (85 µm)							
	30 mg	60 mg	100 mg	150 mg	200 mg	500 mg	
1 mL	730728		730729				30
3 mL		730747			730748	730744	30
6 mL				730749		730745	30
CHROMABOND® HR-XAW Polypropylen-Säulen (45 µm) · NEU							
1 mL	730728P45		730729P45				30
3 mL		730747P45			730748P45		30
CHROMAFIX® HR-XAW Kartuschen (85 µm)							
Größe	S		M		L		
Füllmenge Ø	155 mg		240 mg		500 mg		
	731771		731772		731773		50
CHROMABOND® HR-XAW Sorbens (85 µm)						730673	100 g

CHROMABOND® HR-Xpert Entwicklungskits

	Inhalt	
CHROMABOND® Polypropylen Säulen		
10 x HR-X und 5 x HR-XC, HR-XA, HR-XCW, HR-XAW	Kit I 3mL/60mg 730723 (45µm)	Kit II 3mL/200mg 730726 (85µm)
		30

Weitere Größen und Füllmengen für alle HR-X_{pert}-Phasen auf Anfrage!



Alle unsere CHROMABOND®
SPE-Phasen finden Sie unter:

www.mn-net.com

Für Fragen rund um die Chromatographie:

Telefon: +49 (0) 2421 969 188

e-mail: tech-chroma@mn-net.com



Gerne schicken wir Ihnen weitere Literatur zu:



SPE
Info-Broschüre
(englisch)



SPE
Gesamtkatalog
(englisch)



MN
Chromatographie-
Katalog
(deutsch/englisch/
französisch)

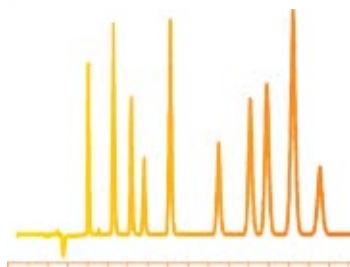


NUCLEODUR®
HPLC-Katalog
(englisch)

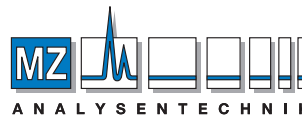
HPLC
Applikations-Katalog
(englisch)

GC
Applikations-Katalog
(englisch)

... oder besuchen Sie unsere umfassende
Applikations-Sammlung www.mn-net.com/apps
im Internet!



MACHERY-NAGEL
... we Meet your Needs



AUTHORIZED DISTRIBUTOR

MZ-Analysentechnik GmbH
Barcelona-Allee 17 • D-55129 Mainz
Tel +49 6131 880 96-0
Fax +49 6131 880 96-20
e-mail: info@mz-at.de
www.mz-at.de

www.mn-net.com

MACHERY-NAGEL



MACHERY-NAGEL GmbH & Co. KG · Neumann-Neander-Str. 6-8 · 52355 Düren · Deutschland

Deutschland
und International:
Tel.: +49 24 21 969-0
Fax: +49 24 21 969-199
E-Mail: info@mn-net.com

Schweiz:
MACHERY-NAGEL AG
Tel.: +41 62 388 55 00
Fax: +41 62 388 55 05
E-Mail: sales-ch@mn-net.com

Frankreich:
MACHERY-NAGEL EURL
Tel.: +33 388 68 22 68
Fax: +33 388 51 76 88
E-Mail: sales-fr@mn-net.com

USA:
MACHERY-NAGEL Inc.
Tel.: +1 484 821 0984
Fax: +1 484 821 1272
E-Mail: sales-us@mn-net.com



SPE HR-XperDE4/20/11.12 PD
KATDE200079 / Printed in Germany
Image credits: © Alexander Maier / valcho-follia.com