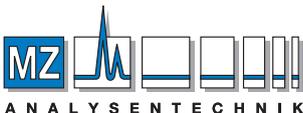


Chromatography

SPE



ANALYSETECHNIK

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

CHROMABOND® Vakuumkammern Vacuum manifolds

Gebrauchsanleitung · User Manual

MACHEREY-NAGEL

www.mn-net.com



So erreichen Sie uns

Wir beraten Sie gerne

Falls Sie Fragen zu unserem Chromatographie-Programm haben oder Lösungen für spezielle Probleme suchen, kontaktieren Sie unsere Kundenberatung:

Technische Beratung und Customer Service Tel. +49 24 21 969-175
E-Mail tech-chroma@mn-net.com

Der Internet-Katalog von MACHEREY-NAGEL enthält zahlreiche Informationen zu unserer umfangreichen Produktpalette. Nach Ihrer kostenlosen Anmeldung in unserem WebShop können Sie unsere Produkte einfach per Mausklick bestellen! Außerdem bietet unsere Homepage rund 3.000 Anwendungsbeispiele, die möglicherweise Ihre analytische Fragestellung schon beantworten.

Besuchen Sie unsere Chromatographie-Seiten www.mn-net.com/chroma

- Integrierter WebShop
- Produktinformationen
- Job-Börse
- Sicherheitsdatenblätter
- **Kostenlose Applikationsdatenbank mit rund 3.000 Chromatographie-Applikationen**



Deutschland und international

Tel. +49 24 21 969-0
gebührenfrei 0800 2616 000
Fax +49 24 21 969-199 oder -198
E-Mail info@mn-net.com



USA

Tel. +1 484 821 0984
gebührenfrei 888-321-6224 (MACH)
Fax +1 484 821 1272
E-Mail sales-us@mn-net.com



Frankreich

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



Schweiz

Tel. +41 62 388 55 00
Fax +41 62 388 55 05
E-Mail sales-ch@mn-net.com

Inhaltsverzeichnis

Gebrauchsanleitung deutsch

Grundlagen der Festphasenextraktion (SPE)	4
Prinzip der Festphasenextraktion (SPE)	5
1. Allgemeine Informationen	6
2. Arbeitsanleitungen / -anweisungen	8
2.1 Lieferumfang	8
2.2 Montage	9
2.3 Zusammenfassung	13
3. Aufbewahrungs- und Reinigungshinweise	14
4. Bestellinformationen	15
Polymer-basierte CHROMABOND® SPE-Phasen	18
Kieselgel-basierte CHROMABOND® SPE-Phasen	19
Gebrauchsanleitung englisch	20
Umrechnungstabelle	38
MACHEREY-NAGEL online	39

Grundlagen der Festphasenextraktion (SPE)

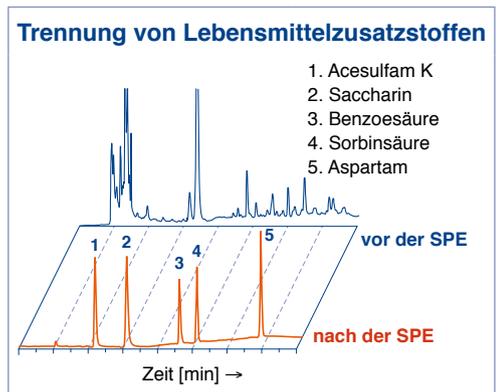
Die Festphasenextraktion (SPE) ist eine leistungsstarke Methode zur Probenvorbereitung, die heute in den meisten analytischen Laboren eingesetzt wird. Seit mehr als 20 Jahren bietet MACHEREY-NAGEL CHROMABOND® SPE Kartuschen mit Sorbentien auf Kieselgel- und Polymerbasis an.

In der modernen Analytik hat die SPE drei 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 oder IR-Spektroskopie, ...
- ⇒ **Wechsel der Matrix des Analyten**
Matrix die einfacher bzw. für die nachfolgende Analytik besser geeignet ist

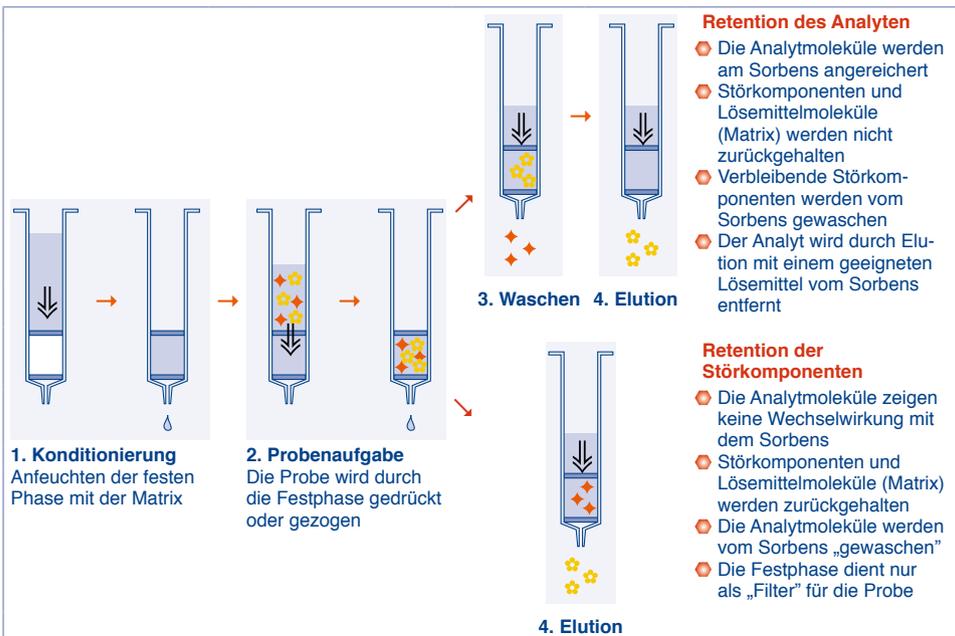
Vorteile der SPE im Vergleich zur klassischen Flüssig-Flüssig-Extraktion:

- ⇒ Geringerer Verbrauch an Lösemitteln
- ⇒ Schneller – große Zeitersparnis
- ⇒ Geringere Kosten je Probe
- ⇒ Möglichkeit der Automatisierung
- ⇒ Hohe Kontinuität in der individuellen Probenhandhabung
- ⇒ Spezifischere Selektivitäten basierend auf der umfangreichen Auswahl an Sorbentien und verschiedenen Retentionsmechanismen
- ⇒ Optimierung der Extraktion durch Variation der SPE-Phase und der chromatographischen Bedingungen



Prinzip der Festphasenextraktion (SPE)

Da die Analyten entweder am SPE-Packungsmaterial adsorbiert werden können oder direkt durchfließen können, während die Störsubstanzen zurückgehalten werden, gibt es zwei grundsätzliche Trennmethoden – beide Fälle werden in der Graphik illustriert.



CHROMABOND® Vakuumkammern

1. Allgemeine Informationen

CHROMABOND® Vakuumkammern zur simultanen Bearbeitung von 12, 16 oder 24 Proben

Der Gebrauch dieser Vakuumkammern (Abb. 1) bietet sich insbesondere an, wenn mehrere Proben gleichzeitig mit Festphasenextraktion (SPE) bearbeitet werden sollen.

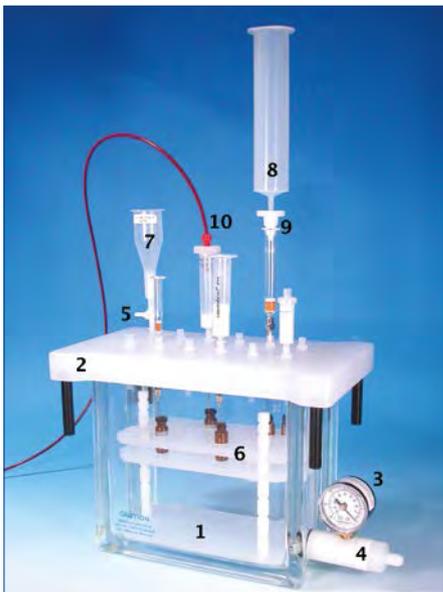


Abb. 1: Vakuumkammer für 12 Säulen

MACHEREY-NAGEL liefert solche Vakuumkammern in drei Ausführungen für max. 12, max. 16 oder max. 24 CHROMABOND® Säulen oder CHROMAFIX® Kartuschen (Abb. 2). Die Kammern bestehen aus einem rechteckigen Glastrog (1) mit einem Deckel (2) aus Polypropylen zur Aufnahme der Säulen oder Kartuschen und einer Vakuumanzeige (Manometer) (3). Mit Hilfe des Regulierventils (4) kann das gewünschte Vakuum eingestellt und auf dem Manometer abgelesen werden. Mittels der auswechselbaren Durchflusshähne (5) an der Deckeloberseite können Sie – falls erforderlich – das Vakuum für jede Säule einzeln regeln.

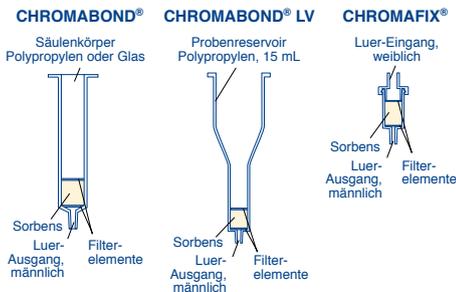


Abb. 2: Hardware-Optionen für CHROMABOND® und CHROMAFIX® Kartuschen

CHROMABOND® Vakuumkammern

Im Glastrog selbst befindet sich ein verstellbares Gestell (6) mit mehreren Zwischenböden. Das Gestell gestattet die Aufnahme von Reagenzgläsern, Messkolben, Szintillationsgefäßen, Autosampler-Ampullen, Kunststoffgefäßen usw. Zur Aufgabe verschiedener Probenvolumina bestehen mehrere Möglichkeiten: Kleine Probenvolumina können direkt in die CHROMABOND® Säule gegeben werden. Zur Aufbereitung mittlerer Probenvolumina stehen SPE-Kartuschen als CHROMABOND® LV Säulen (7) zur Verfügung, die ein Volumen von 15 mL aufweisen. Speziell für diesen Säulentyp bieten wir die Vakuumkammer mit 16 Positionen an, da auf der Version mit 24 Positionen aus Platzgründen nur jede zweite mit einer LV-Säule besetzt werden könnte. Alternativ werden für mittlere Probenvolumina im Zubehörprogramm auch Leersäulen (30 oder 70 mL) (8) aus Polypropylen angeboten, die sich mit Hilfe eines Adapters (9) auf die CHROMABOND® Säulen stecken lassen. Leersäulen mit Luer-Tip passen auch direkt auf die CHROMAFIX® Kartuschen. Müssen große Probenmengen über die SPE-Säulen gezogen werden, ist der CHROMABOND® Schlauch-Adapter (10), der auf die CHROMABOND® Säulen aufgesteckt wird, während das Schlauchende in die Probe eingehängt wird, besonders geeignet. Durch das angelegte Vakuum wird

die Probe automatisch auf die Kartusche gesaugt.

Für besondere Aufgabenstellungen, bei denen absolut keine Kreuzkontamination oder Verschleppung von Störsubstanzen auftreten darf, bieten wir in unserem CHROMABOND® Zubehörprogramm Durchflusshähne aus Metall und sogenannte Konnektoren aus Edelstahl oder PTFE an, deren Wirkungsweise in Abb. 3 gezeigt wird. Diese Nadeln werden durch den Deckel geführt, so dass die Probe nur mit der inerten Nadel und nicht mit dem Deckel in Kontakt kommt und so direkt in das Auffanggefäß abfließt.

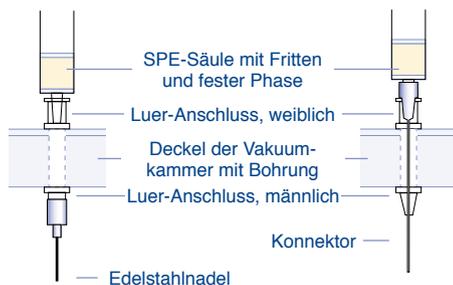


Abb. 3 : Kreuzkontaminationsfreies Eluieren mit Edelstahl- oder PTFE-Konnektoren (rechts) gegenüber der Standardkonfiguration (links)

CHROMABOND® Vakuumkammern

Ist es erforderlich das Eluat einzuengen, so lässt sich dies mit Hilfe des sogenannten Trockenaufsatzdeckels (11) durchführen (Abb. 4). Dieser Trockenaufsatzdeckel hat einen seitlichen Gasanschluss (12), der direkt an der Deckelunterseite in die 12 bzw. 24 Stationen führt (13). So kann man durch einfachen Austausch der Deckel der Vakuumkammer und Anlegen eines Stickstoffstroms 12 bzw. 24 Eluate gleichzeitig einengen.



Abb. 4: Trockenaufsatzdeckel

2. Arbeitsanleitungen/-anweisungen

Achtung: Lesen Sie die Anleitung sorgfältig durch, ehe Sie mit der Vakuumkammer arbeiten.

2.1 Lieferumfang

CHROMABOND® Vakuumkammer

REF	Anzahl Positionen
730150	12
730360	16
730151	24

Inhalt

- Glastrog
- Deckel und Deckeldichtung
- Austauschbare Edelstahlnadeln für die Deckelunterseite
- Manometer mit Ventil
- Luer-Verschlußhähne und -kappen aus Plastik
- Variierbares Sammelgestell
- Auffangtank (Polypropylen (PP), nur für REF 730150)

2.2 Montage

Vakuumkammerdeckel, Dichtung, Nadeln und Hähne

1. Schrauben Sie die vier schwarzen Füße in die dafür vorgesehenen Deckelgewinde.



2. Stellen Sie sicher, dass die weiße Dichtung perfekt im Deckel sitzt.



3. Stecken Sie die Stahlnadeln auf die männlichen Luerverbinder auf der Unterseite des Deckels.



4. Stecken Sie die weißen Hähne auf die weiblichen Luerfittings auf der Oberseite des Deckels.



5. Drehen Sie die Hähne ein wenig, um den optimalen Sitz im Fitting zu kontrollieren.

Sammelgestell und höhenverstellbare Böden

1. Das Gestell besteht aus mehreren Einlegeböden, drei Trage-Säulen mit Einfräsungen und einer Bodenplatte.



CHROMABOND® Vakuumkammern

2. Mit der 12er Vakuumkammer werden fünf variable Böden mitgeliefert, bei den 16er bzw. 24er Kammern sind es drei Böden.
4. Stecken Sie die mitgelieferten Clips in die dafür vorgesehenen Aussparungen in den Säulen, um die Böden zu fixieren.



3. Wählen Sie einen oder mehrere Böden, die zu Ihren Auffanggefäßen am besten passen. Versenken Sie die Böden über die drei passenden Löcher auf die drei in die Bodenplatte eingeschraubten Säulen. Die Höhe des unteren Bodens sollte so justiert sein, dass die Nadeln des Deckels gerade noch in die Auffanggefäße hineinragen.



5. Der Boden mit den Seitenfräsungen kann für Plastikröhrchen oder Reagenzgläser verwendet werden.
6. Falls Sie Reagenzgläser nutzen um die Lösemittel aufzufangen, bestücken Sie das Gestell mit der entsprechenden Anzahl Gläser und positionieren Sie das bestückte Gestell im Glästrog. Nach dem Aufsetzen des Deckels und der Bestückung mit SPE-Kartuschen können Sie mit der Probenvorbereitung beginnen.



Gebrauch des Auffangtanks

1. Ausschließlich für die 12er Kammer existiert ein optionaler Auffangtank mit Griffen, die hierbei das Arbeiten erleichtern (REF 730233, im Lieferumfang enthalten).



Um überschüssige Lösemittel zu sammeln, platzieren Sie den Tank in dem Glastrog. Nach dem Aufsetzen des Deckels und der Bestückung mit SPE-Kartuschen können Sie mit der Probenvorbereitung beginnen.



2. Vor der endgültigen Elution Ihrer Zielkomponenten nehmen Sie den Deckel von der Kammer und entfernen den Tank mit dem überschüssigen Lösemittel.
3. Platzieren Sie das mit Ihren Auffanggefäßen bestückte Gestell im Glastrog.
4. Setzen Sie vorsichtig den Deckel wieder auf die Kammer, so dass die Nadeln etwas in die Auffanggefäße hineinragen. Beginnen Sie mit der Elution Ihrer Zielkomponenten.
5. Die Lösemittel müssen sorgfältig aus dem Auffangtank entfernt werden. Er kann gespült und mehrfach verwendet werden. Die Verwendung des Tanks spart Zeit und vereinfacht die Reinigung der gesamten Kammer erheblich, da nicht nach jeder Benutzung das gesamte System gereinigt werden muss.

Vakuumschluss und Benutzung der Kammer

1. Installieren Sie auf jeden Fall eine Wasch- bzw. Sicherheitsflasche zwischen der Vakuumkammer und der Pumpe.
2. Verwenden Sie einen geeigneten Vakuumschlauch für die Verbindungen von Kammer zur Waschflasche und von der Waschflasche zur Pumpe.

- Justieren Sie das Vakuum durch den drehbaren Ring am Regulierventil unterhalb des Manometers.

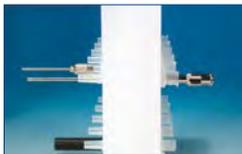


Das Vakuum darf 20 inch Hg (68 kPa, 680 mbar, 510 Torr, 0,66 atm, 0,67 bar, 9,8 psi) nicht unterschreiten. Bei Missachtung verfällt die Gewährleistung auf das ganze System. Zwischen 25–27 inch Hg (84–91 kPa) wird ein für die meisten Anwendungen ausreichendes Vakuum für CHROMABOND® SPE-Säulen erzielt. Wenn die Auffanggefäße gewechselt werden müssen, kann durch Schließen des Rings am Regulierventil das Vakuum pumpeitig gehalten werden.

- Um ein gewünschtes Vakuum und damit ausreichende Flussraten zu erreichen, sollte das Regulierventil genutzt werden. Eine individuelle Flusskontrolle jeder Kartusche kann über die Einzelhähne erfolgen.
- Die Hähne sollten geschlossen sein, bevor eine SPE-Kartusche entfernt wird, insbesondere wenn noch Vakuum in der Kammer anliegt. Ein fehlerhaftes Belüften der Kammer (z.B. durch einen nicht geschlossenen Hahn beim Abziehen einer SPE-Kartusche) kann zu ungewolltem Spritzen oder Verschütten der Flüssigkeiten aus den Auffanggefäßen führen.

Gebrauch der optionalen Konnektoren

Die Edelstahl- oder PTFE-Konnektoren (REF 730106, 730564) können von oben durch die Luerfittings des Deckels durchgesteckt werden. Diese Nadeln befördern die Eluate direkt von der SPE-Kartusche in das Auffanggefäß ohne den Deckel zu kontaminieren. Diese Kombination wird besonders für kritische Proben, wie z.B. Umweltproben, empfohlen.



Gebrauch des optionalen Trockenaufsatzdeckels

Durch den Trockenaufsatzdeckel (REF 730187, 730188) für die 12er bzw. 24er Kammer kann ein Gasstrom (Sauerstoff oder Stickstoff) direkt in die Auffanggefäße geleitet werden, um die leichtsiedenden Lösemittel abzublasen.



Mit Hilfe von Adaptern kann der Trockenaufsatzdeckel auch dazu benutzt werden, die SPE-Kartuschen vor der endgültigen Elution zu trocknen.

2.3 Zusammenfassung

Das Vakuum darf 20 inch Hg (68 kPa, 680 mbar, 510 Torr, 0,66 atm, 0,67 bar, 9,8 psi) **nicht unterschreiten**. Genauere Informationen über den empfohlenen Arbeitsbereich finden Sie auf Seite 38.

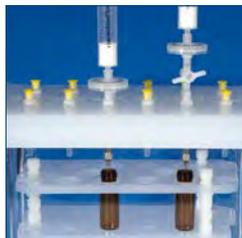
Das Regulierventil mit Manometer erlaubt die Einstellung und Kontrolle des Vakuums. Lösemittelstabile Polypropylen-Luerfittings im Deckel machen die Kammer kompatibel mit allen handelsüblichen SPE-Kartuschen die einen männlichen Luer-Ausgang besitzen.

Über die Hähne auf jedem Eingang kann der Fluss in die Kammer und in die Auffanggefäße individuell eingestellt/kontrolliert werden. Für einen inerten Flussweg von SPE-Kartusche zum Auffanggefäß sind optionale PTFE-Konnektoren verfügbar. Um Lösemittel aufzufangen gibt es für die 12er Kammer einen wiederverwendbaren Auffangtank.

Filtration

Vor der endgültigen Elution der Zielkomponente von der SPE-Kartusche kann die Probe gefiltert werden. Dazu entfernen Sie die CHROMABOND® Kartusche vom weiblichen Luer-Eingang des Deckels (oder dem Hahn). Stecken Sie einen CHROMAFIL® 25 mm Spritzenvorsatzfilter auf den weiblichen

chen Luer oder auf den Hahn und dann die CHROMABOND® Kartusche auf den Filter. So erhalten Sie ein optimal gefiltertes Eluat für weiterführende Analysen. Der Filter darf erst unmittelbar vor dem endgültigen Elutionsschritt eingesetzt werden. Ein Aufstecken schon vor dem Konditionierungsschritt der SPE-Kartusche oder dem eigentlichen Clean-up könnte zu Luft einschließen führen, welche die endgültige Elution möglicherweise behindern.



3. Aufbewahrungs- und Reinigungshinweise

Bei dem Glastrog der CHROMABOND® Vakuumkammer handelt es sich nicht um ein Borosilikatglas, wie es sonst üblich für Laborglasgeräte (Kolben, Rückflusskühler, etc.) ist. Daher sind die mechanischen und thermischen Eigenschaften nicht mit solchen Geräten zu vergleichen. Der Trog darf nur von Hand gereinigt werden. Eine Reinigung in Spülmaschinen kann die Kammer beschädigen, bzw. auch zerstören.

Der Deckel der CHROMABOND® Vakuumkammer ist ein Verbrauchsgegenstand mit begrenzter Haltbarkeit.

Bei normaler Anwendung ist eine Haltbarkeit von ca. einem Jahr garantiert. Je nach eingesetzten Lösemitteln oder einer Kontamination mit Säuren oder Laugen kann die Haltbarkeit aber auch deutlich herabgesetzt sein.

Wir empfehlen, den Deckel wenn möglich nie direkt mit Lösemitteln oder Säuren / Laugen in Kontakt kommen zu lassen. Hierzu bieten wir Edelstahl- oder PTFE-Konnektoren (REF 730106, 730564) an, die verhindern, dass in den Durchflussöffnungen das Lösemittel mit dem Deckel in Kontakt kommt. Ein weiterer Vorteil ist, dass der Deckel dadurch nicht kontaminiert wird und

eine nachfolgende Reinigung der Öffnungen entfällt.

Sollte eine Reinigung mit organischen Lösemitteln unumgänglich sein, darf aus Stabilitätsgründen der Deckel nicht über längere Zeit (> 10 min.) in Lösemittel eingelegt werden.

Der Deckel sollte direkter Sonnenbestrahlung (Fensterbank!), Temperaturen über 40 °C oder UV-Licht nicht für längere Zeit ausgesetzt sein, da er sich sonst irreversibel verziehen kann.

4. Bestellinformationen

Beschreibung	Packungs- einheit	REF
Vakuumkammer komplett		
besteht aus: Glasrog mit Deckel und Deckeldichtung, austauschbaren Stahlnadeln an der Deckelunterseite, Manometer, Regulierventil, Verschlusshähnen und -kappen, Sammelgestell		
für bis zu 12 Säulen oder Kartuschen (inklusive Auffangtank)	1	730150
für bis zu 16 LV Säulen	1	730360
für bis zu 24 Säulen oder Kartuschen	1	730151
Glasrog ohne Zubehör		
für 12 Säulen (klein)	1	730173
für 16 LV oder 24 Säulen (groß)	1	730174
Deckel mit Dichtung		
für 12 Säulen (inkl. Luer-Deckeldurchführungen und Hähnen)	1	730175
für 16 LV Säulen (inkl. Luer-Deckeldurchführungen und Hähnen)	1	730365
für 24 Säulen (inkl. Luer-Deckeldurchführungen und Hähnen)	1	730176
Dichtungen für Deckel, für 12 Säulen	2	730177
Dichtungen für Deckel, für 16 bzw. 24 Säulen	2	730178
Allgemeines Zubehör für Vakuumkammern		
Luerstopfen für Vakuumkammer, blau	12	730194
Luer-Deckeldurchführung, weiblich	12	730183.12
Luer-Deckeldurchführung, männlich	12	730184.12
Durchflusshähne aus Kunststoff	12	730185
Edelstahlnadeln	12	730152
Polypropylenadeln	12	730154
Auffangtank (PP) für Vakuumkammer für bis zu 12 Säulen (nicht für 16 oder 24 Positionen lieferbar)	2	730233
Manometer mit komplettem Zubehör	1	730179



weiblich



männlich

Beschreibung	Packungs- einheit	REF
Trockenaufsatzdeckel und Sammelgestelle zum Einengen von Eluaten		
Trockenaufsatzdeckel für 12 Säulen	1	730187
Trockenaufsatzdeckel für 16 Säulen	1	730990
Trockenaufsatzdeckel für 24 Säulen	1	730188
Sammelgestell für 12 Säulen	1	730157
Sammelgestell für 16 LV Säulen	1	730366
Sammelgestell für 24 Säulen	1	730153
Produkte zum Schutz vor Kreuzkontamination		
Durchflusshahn aus Messing, verchromt, matt	1	730189.1
Durchflusshähne wie oben	12	730189.12
Edelstahlkonnectoren	12	730106
PTFE-Konnectoren	12	730564
Schlauchadapter zur Aufgabe großer Probenvolumina		
für 3 und 6 mL Glassäulen	4	730387
für 1, 3 und 6 mL Polypropylensäulen	4	730243
für 15, 45 und 70 mL Polypropylensäulen (Material: PTFE; Schlauchlänge ca. 1 m)	4	730386
Adapter zum Anschließen von z.B. Luer-Spritzen		
Adapter (PVDF) für Glassäulen (3 und 6 mL)	1	730104
Adapter wie oben	10	730105
Adapter (PP) für Polypropylensäulen (1, 3 und 6 mL)	1	730100
Adapter wie oben	10	730101
Adapter (PE) für Polypropylensäulen (15, 45 und 70 mL)	1	730350
Adapter wie oben	10	730385
Adapter (PE) für Polypropylensäulen (30 und 70 mL)	1	730566

CHROMABOND® Vakuumkammern

Beschreibung	Packungs- einheit	REF
Reservoirsäulen für die Aufgabe mittlerer Probenvolumina		
Reservoirsäule 30 mL, Polypropylen, mit einem Adapter für 1, 3, 6 mL CHROMABOND® Polypropylensäulen	1	730102
10 Reservoirsäulen 30 mL, Polypropylen mit einem Adapter für 1, 3, 6 mL CHROMABOND® Polypropylensäulen	1 Kit	730103
Reservoirsäule 70 mL, Polypropylen, mit einem Adapter für 1, 3, 6 mL CHROMABOND® Polypropylensäulen	1	730381
10 Reservoirsäulen 70 mL, Polypropylen mit einem Adapter für 1, 3, 6 mL CHROMABOND® Polypropylensäulen	1 Kit	730382
Reservoirsäule 70 mL, Polypropylen, mit einem Adapter für 15, 45, 70 mL CHROMABOND® Polypropylensäulen	1	730388
10 Reservoirsäulen 70 mL, Polypropylen mit einem Adapter für 15, 45, 70 mL CHROMABOND® Polypropylensäulen	1 Kit	730389

Polymer-basierte CHROMABOND® SPE-Phasen

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

Alle **CHROMABOND® HR-Xpert** Phasen basieren auf hochreinem und sphärischem Polymerharz und bieten:

- ⇒ Ausgezeichnete Wiederfindungsraten und höchste Reproduzierbarkeit
- ⇒ Zuverlässige und kostengünstige Analysen
- ⇒ Robuste Retentionsmechanismen auch für aggressive Waschprozeduren
- ⇒ Niedrige Nachweisgrenze auch bei kritischen Matrices

CHROMABOND® Polypropylensäulen					REF
Volumen Füllmenge Inhalt	1 mL		3 mL		6 mL
	30 mg 30	100 mg 30	60 mg 30	200 mg 30	500 mg 30
HR-X	730934	730935	730936	730931	730939
HR-XC	730969	730049	730956	730952	730955
HR-XA	730968	730727	730950	730951	730966
HR-XCW	730731	730733	730735	730739	730743
HR-XAW	730728	730729	730747	730748	730745

Details und Standardprotokolle zum CHROMABOND® HR-Xpert Konzept finden Sie auf unserer Internet-Seite www.mn-net.com/HR-Xpert.

Kieselgel-basierte CHROMABOND® SPE-Phasen

Klassische Kieselgel-Phasen für eine zuverlässige Routine

CHROMABOND® Polypropylensäulen					REF
Volumen	1 mL	3 mL		6 mL	
Füllmenge	100 mg	200 mg	500 mg	500 mg	1000 mg
Inhalt	100	50	50	30	30
C18 ec	730011	730012	730013	730014	730015
NH ₂	730031	730413	730033	730180	730626
SiOH	730071	730214	730073	730070	730075
SA (SCX)	730076	730275	730077	730425	730212
SB (SAX)	730078	730322	730079	730426	730323

Weitere Dimensionen oder Phasen (auch für spezielle Applikationen) wie z.B. Florisil®, Alox (N, A, B), Drug, Drug II, CN/SiOH, NH₂/C18 und QuEChERS finden Sie auf unserer Internet-Seite www.mn-net.com/SPE.



How to contact us

We Meet your Needs

If you have any questions concerning our chromatography program, or if you are looking for solutions to a special application, please feel free to contact us:

Technical support and customer service phone **+49 24 21 969-175**
e-mail **tech-chroma@mn-net.com**

The MACHEREY-NAGEL internet catalog is full of useful information about our wide product range. In addition, our website offers more than 3,000 applications which might actually already solve your analytical questions.

Visit our Chromatography Pages www.mn-net.com/chroma

- Product information
- Job opportunities
- Material safety data sheets
- **Free application database with more than 3,000 chromatography applications**

	Germany and international	phone toll-free fax e-mail	+49 24 21 969-0 0800 2616 000 +49 24 21 969-199 or -198 info@mn-net.com
	USA	phone toll-free fax e-mail	+1 484 821 0984 888-321-6224 (MACH) +1 484 821 1272 sales-us@mn-net.com
	France	phone fax e-mail	+33 388 68 22 68 +33 388 51 76 88 sales-fr@mn-net.com
	Switzerland	phone fax e-mail	+41 62 388 55 00 +41 62 388 55 05 sales-ch@mn-net.com

CHROMABOND® vacuum manifolds

Contents

German instructions	2
English instructions	
Basics of Solid Phase Extraction (SPE)	22
Principle of Solid Phase Extraction (SPE)	23
1. General information	24
2. Operating instructions	26
2.1 Contents	26
2.2 Assembly	27
2.3 Summary	31
3. Storage and clean up notes	32
4. Ordering information	33
Polymer-based CHROMABOND® SPE phases	36
Silica-based CHROMABOND® SPE phases	37
Pressure conversion chart	38
MACHEREY-NAGEL online	39

Basics of Solid Phase Extraction (SPE)

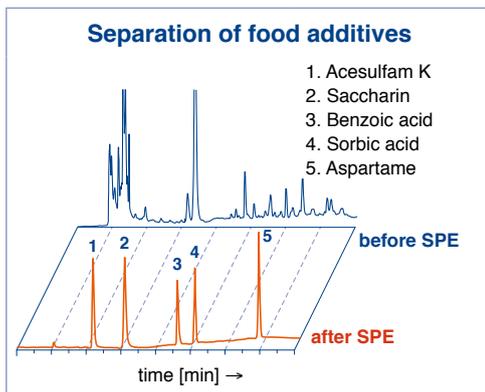
Solid phase extraction (SPE) is a powerful method for sample preparation and is used by most chromatographers today. For more than 20 years MACHEREY-NAGEL offers CHROMABOND® SPE cartridges based on silica and polymeric materials.

In modern analyses SPE fulfills three important tasks:

- ⇒ **Enrichment of analytes**
up to factor 10,000 – increase of chromatographic sensibility / improved limits of detection
- ⇒ **Removal of interfering compounds**
Protection of subsequent analyses like HPLC, GC, TLC, MS, UV, or IR spectroscopy...
- ⇒ **Changing of an analyte's matrix**
Matrix which is simpler or more suitable for subsequent analyses

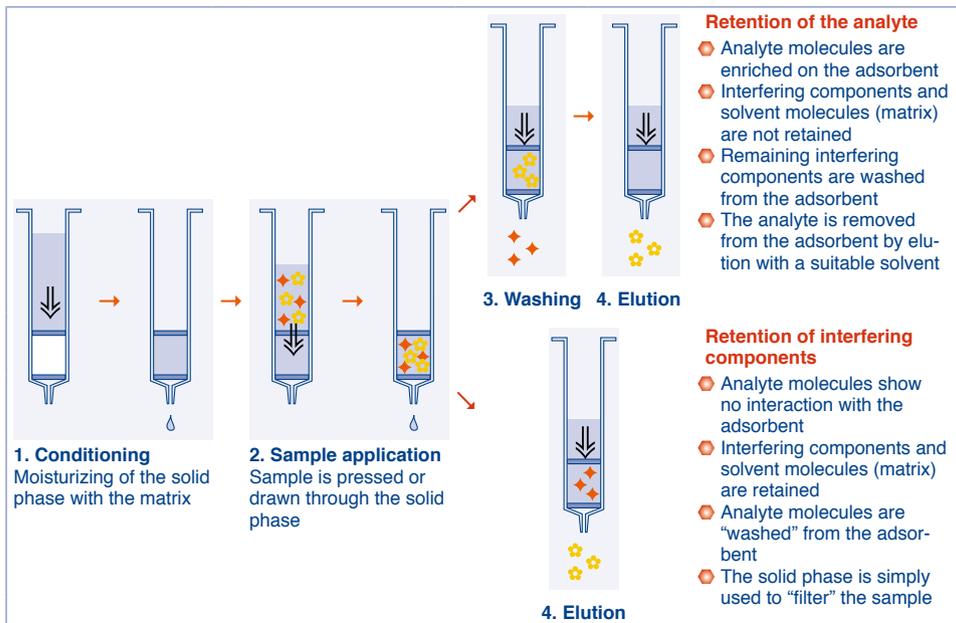
Advantages of SPE compared to classical liquid-liquid extraction:

- ⇒ Lower consumption of solvents
- ⇒ Faster – enormous time savings
- ⇒ Lower costs per sample
- ⇒ Potential for automation
- ⇒ High consistency in individual sample handling
- ⇒ More specific selectivity because of the broad range of adsorbents and different retention mechanisms
- ⇒ Optimization of extraction by variation or adjusting of the solid phase and chromatographic conditions



Principle of Solid Phase Extraction (SPE)

Since analytes can be either adsorbed on the SPE packing material or directly flow through while the interfering substances are retained, two general separation procedures are possible – both cases are shown in the figure.



CHROMABOND® vacuum manifolds

With the control valve (4) the vacuum in the chamber can be adjusted and read from the gauge. There are several possibilities for applying different sample volumes: small samples can be applied directly to the CHROMABOND® column. For medium size samples we have developed our CHROMABOND® LV columns (7) with 15 mL sample reservoir. Especially for this column type we offer the vacuum manifold with 16 positions, because with the manifold for 24 columns only every second position can be used. Alternatively, you may use the polypropylene sample reservoirs (30 or 70 mL) (8) from our program of SPE accessories, which can be fitted onto the CHROMABOND® column with the aid of an adaptor (9). Sample reservoirs fit directly onto the upper Luer fitting of the CHROMAFIX® cartridges.

For large sample volumes we recommend our CHROMABOND® tubing adaptors (10), which fit onto the CHROMABOND® columns. The other end of the tubing is placed into the sample, which, by applying vacuum, is continuously drawn into the CHROMABOND® column.

For special applications, which require maximum protection from cross contamination we supply chrome-plated brass valves and stainless steel or PTFE connectors, the application of which is shown in figure 3. These special needles are fitted through the

lid; thus the sample only has contact with the inert needle and can flow directly into the receptacle.

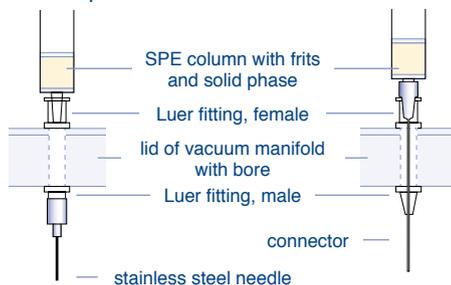


Figure 3 : Cross contamination free elution with stainless steel or PTFE connectors (right) compared to the standard configuration (left)

CHROMABOND® vacuum manifolds

If the eluate has to be evaporated, this can be performed with the so-called drying attachment (11, see Figure 4). This special lid has a gas connector on one side (12), from which the gas is fed simultaneously to the 12 or 24 stations (13). Thus 12 or 24 eluates can be evaporated simultaneously by just changing the lid and applying a stream of inert gas, e.g. nitrogen.



Figure 4: Vacuum manifold with drying attachment

2. Operating instructions

Caution: Do not operate this manifold without first reading and fully understanding the operating instructions.

2.1 Contents

CHROMABOND® vacuum manifold

REF	Positions / Ports
730150	12
730360	16
730151	24

Contents

- Glass cabinet
- Lid with gasket
- Stainless steel needles
- Vacuum gauge with valve
- Plastic valves, luer
- Variable rack
- Waste tank (polypropylene (PP), only for REF 730150)

CHROMABOND® vacuum manifolds

2.2 Assembly

Manifold lid, gasket, needles and flow control valves

1. Attach the four black legs to the manifold lid.



2. Check to ensure that the white plastic lid gasket is properly seated in the lid.



3. Attach the stainless steel needles to the male luer connection fittings on the underside of the manifold lid.



4. Insert the flow control valves (stop cocks) into the female luer fittings on the lid.



5. Rotate the valves slightly to ensure positive seating.

Rack and adjustable shelves

1. The rack and shelf assembly consists of three attachment posts, and a support platform.



2. There are five shelves supplied with the 12 port manifolds, and three with the 16 and 24 port units.



CHROMABOND® vacuum manifolds

3. Select and position one or more of the shelves supplied with the unit that best accommodates your collection vessel. Align the three small holes in the shelf with the three posts attached to the platform. Adjust the height of the shelf so that the delivery needles in the manifold lid will be inside the collection vessels.



4. The shelves are then secured on the rack posts by attaching the "C" shaped support clips to the slots in the support posts directly under the shelf that is to be supported.



5. The dimple shelves are used when utilizing test tubes as collection vessels.
6. If you are using collection vessels to collect sample preparation solvents, place the rack and shelves with appropriate collection vessels into the glass vacuum chamber. Attach the lid, and you are now ready to attach your SPE columns in the stop cocks, and proceed with sample preparation.



CHROMABOND® vacuum manifolds

Using the disposable solvent waste tank

1. For 12 port manifolds only, there is an optional disposable solvent waste collection tank (REF 730233, supplied with the manifold) available. To collect sample preparation solvents in the tank, place it in the glass vacuum chamber. Attach the lid and you are ready to place your SPE columns in the stopcocks and proceed with your sample preparation.



2. Just before you do your final elution, remove the lid, and take the waste tank containing the waste solvents out of the glass vacuum chamber. There are small handles at each end of the waste tank to facilitate its removal.
3. Place the rack and shelf set containing the sample collection vessels into the glass vacuum chamber.

4. Replace the lid, being careful to ensure the needles are inside each collection vessel. Proceed with your final elution.



5. Waste solvents should be properly discarded from the waste tank. The tank can be rinsed and re-used a number of times before discarding. Using the waste tank will save time, and greatly simplify manifold clean-up following a sample run, by eliminating the necessity for cleaning the vacuum chamber between sample runs.

CHROMABOND® vacuum manifolds

Vacuum connection and manifold operation

1. Install a liquid trap between the manifold vacuum chamber and the vacuum source.
2. Use vacuum tubing to connect the vacuum source to the filter or trap, and from the trap or filter to the manifold.
3. Apply vacuum and adjust vacuum at the manifold by using the knurled bleed valve ring adjacent to the vacuum gauge on the manifold.



Do not allow vacuum to go below 20 inches of mercury (68 kPa, 680 mbar, 510 Torr, 0.66 atm, 0.67 bar, 9.8 psi). Exceeding this vacuum will void the manifold warranty. For most applications a region of 25–27 inches of Hg (84–91 kPa) is satisfactory for proper flow through the CHROMABOND® SPE columns. The bleed valve ring also permits vacuum release for the purpose of changing collection vessels

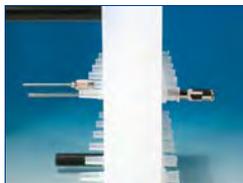
4. Proper operation of the manifold involves regulation of vacuum levels by using the vacuum bleed valve to achieve the desired flow rates. Individual flow control valves (stop cocks) at

each port must also be regulated to control the flow through each individual column.

5. The individual stop cocks should be in the closed position prior to removal of SPE columns or cartridges when under vacuum. Failure to completely bleed the vacuum from the chamber prior to venting the manifold may result in splashing or spillage of collected eluates.

Use of optional connectors

Disposable stainless steel or PTFE connectors (REF 730106, 730564) are designed to fit through the manifold lid, via the luer fittings. These needles deliver the eluate directly from the SPE extraction column or cartridge into the collection vessel in the vacuum chamber without contaminating the manifold lid. This combination is especially useful for critical sample analysis, such as environmental samples.



CHROMABOND® vacuum manifolds

Use of optional drying attachment

Drying attachments (REF 730187, 730188) for the 12 and 24 port vacuum manifolds will direct a flow of air or nitrogen into the collection vessels to dry eluates prior to further analysis.



Adapters also permit connection of the drying attachment directly to SPE columns to dry the tube prior to final elution.

2.3 Summary

Vacuum should not exceed 20 inches of mercury (68 kPa, 680 mbar, 510 Torr, 0.66 atm, 0.67 bar, 9.8 psi). Further information about the recommended working range can be found on page 38.

A vacuum bleed valve and gauge assembly installed in the glass chamber permits controlling and monitoring vacuum. Solvent resistant polypropylene luer fittings in the lid make the manifold compatible with any male luer terminated SPE device.

Stop cock valves on each port control liquid flow into the manifold chamber and col-

lection vessel. Optional PTFE needles are available when the sample requires an inert flow-path through the manifold lid into the collection vessel. Disposable waste containers are also available for the 12 port manifold to collect waste solvents prior to the final sample elution.

Sample filtration

Following column preparation and sample clean-up, and prior to final sample elution, the final eluate can be filtered prior to collection and injection. To filter the final eluate, remove the CHROMABOND® SPE column from the female luer of each stop-cock. A CHROMAFIL® 25 mm syringe filter is then inserted into the female luer of the stop cock, and the CHROMABOND® SPE column, cartridge or disk is placed into the female luer of the filter.



CHROMABOND[®] vacuum manifolds

Eluate collection vessels are placed in the rack in the glass vacuum chamber, and the system is now ready to deliver a filtered final eluate. It is important that filters must NOT be placed on the manifold until the final elution step. If filters are in place during column preparation or sample clean-up, they may air lock and not permit passage of any final eluate.

3. Storage and clean up notes

The glass cabinet of the CHROMABOND[®] vacuum manifold is made of standard laboratory glass, not from borosilicate glass. Therefore the mechanical and thermal properties can not be compared to usual laboratory glass products.

This glass cabinet must be cleaned by hand; the use of a Laboratory dish washer can cause damage or even destruction.

The lid of the CHROMABOND[®] vacuum manifold has a limited lifetime.

For normal use, we can give a one year guarantee. Depending on the solvents used, and contamination by acids or bases, the lifetime may be even shorter.

We recommend, not to let the lid get in direct contact to solvents and acids/bases. In order to achieve this, we offer our stainless steel or PTFE connectors (REF 730106, 730564). They prevent the direct contact of solvents with the lid, or the plastic fittings.

An additional advantage is that the lid is not contaminated, and a cleaning of the lid after use is therefore not necessary.

If cleaning of the lid with organic solvents is necessary, do not leave it in a solvent bath for more than 10 minutes! The lid may become twisted after this treatment!

Do not store or use the CHROMABOND[®] vacuum manifold in direct sun light (e.g. on a window-sill). Furthermore UV light or temperatures above 40 °C can cause an irreversible twisting of the lid.

4. Ordering information

Description	Pack of	REF
Vacuum manifold complete		
consists of: glass cabinet with lid and lid gasket, removable needles on lower side of lid, vacuum gauge, control valve, valves and caps, variable rack		
for up to 12 columns or cartridges (including PP tank)	1	730150
for up to 16 LV columns	1	730360
for up to 24 columns or cartridges	1	730151
Glass cabinets without accessories		
for 12 columns (small)	1	730173
for 16 LV or 24 columns (large)	1	730174
Lids with gaskets		
for 12 columns (including Luer fittings and valves)	1	730175
for 16 LV columns (including Luer fittings and valves)	1	730365
for 24 columns (including Luer fittings and valves)	1	730176
Gaskets for lid, for 12 columns	2	730177
Gaskets for lid, for 16 or 24 columns respectively	2	730178
General accessories for vacuum manifolds		
Luer stoppers for vacuum manifold, blue	12	730194
Luer fittings for lid, female	12	730183.12
Luer fittings for lid, male	12	730184.12
Valves, plastic	12	730185
Stainless steel needles	12	730152
Polypropylene needles	12	730154
Waste tanks (PP) for vacuum manifold for up to 12 columns (not available for 16- or 24-position manifold)	2	730233
Vacuum gauge, complete with accessories	1	730179

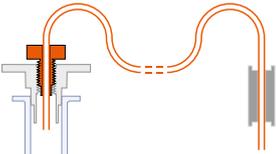


female



male

CHROMABOND® vacuum manifolds

Description	Pack of	REF
Drying attachment and collecting racks for evaporation of eluates		
Drying attachment for 12 columns	1	730187
Drying attachment for 16 columns	1	730990
Drying attachment for 24 columns	1	730188
Collecting rack for 12 columns	1	730157
Collecting rack for 16 LV columns	1	730366
Collecting rack for 24 columns	1	730153
Products for protection from cross-contamination		
Valve, brass, tarnished	1	730189.1
Valves, as above	12	730189.12
Stainless steel connectors	12	730106
PTFE connectors	12	730564
Tubing adaptors for application of large sample volumes		
for 3 and 6 mL glass columns	4	730387
for 1, 3 and 6 mL polypropylene columns	4	730243
for 15, 45 and 70 mL polypropylene columns (PTFE tube length approx. 1 m)	4	730386
		
Adaptors for connection of e.g. Luer syringes		
Adaptor (PVDF) for glass columns (3 and 6 mL)	1	730104
Adaptors as above	10	730105
Adaptor (PP) for polypropylene columns (1, 3 and 6 mL)	1	730100
Adaptors as above	10	730101
Adaptor (PE) for polypropylene columns (15, 45 and 70 mL)	1	730350
Adaptors as above	10	730385
Adaptor (PE) for polypropylene columns (30 and 70 mL)	1	730566

CHROMABOND® vacuum manifolds

Description	Pack of	REF
Reservoir columns for application of medium–size samples		
Reservoir column 30 mL, polypropylene, with one adaptor for 1, 3, 6 mL CHROMABOND® polypropylene columns	1	730102
10 Reservoir columns 30 mL, polypropylene with one adaptor for 1, 3, 6 mL CHROMABOND® polypropylene columns	1 kit	730103
Reservoir column 70 mL, polypropylene, with one adaptor for 1, 3, 6 mL CHROMABOND® polypropylene columns	1	730381
10 Reservoir columns 70 mL, polypropylene with one adaptor for 1, 3, 6 mL CHROMABOND® polypropylene columns	1 kit	730382
Reservoir column 70 mL, polypropylene, with one adaptor for 15, 45, 70 mL CHROMABOND® polypropylene columns	1	730388
10 Reservoir columns 70 mL, polypropylene with one adaptor for 15, 45, 70 mL CHROMABOND® polypropylene columns	1 kit	730389

Polymer-based CHROMABOND® SPE phases

CHROMABOND® HR-Xpert...the innovative concept of five polymer-based RP- and mixed-mode ion exchange phases for SPE:

- ⇒ **CHROMABOND® HR-X** Hydrophobic PS / DVB copolymer
- ⇒ **CHROMABOND® HR-XC** Strong mixed-mode cation exchanger
- ⇒ **CHROMABOND® HR-XA** Strong mixed-mode anion exchanger
- ⇒ **CHROMABOND® HR-XCW** Weak mixed-mode cation exchanger
- ⇒ **CHROMABOND® HR-XAW** Weak mixed-mode anion exchanger

All **CHROMABOND® HR-Xpert** phases are based on high-purity and spherical polymeric resin and provide:

- ⇒ Excellent recovery rates and highest reproducibility
- ⇒ Reliable and cost-efficient analyses
- ⇒ Robust retention mechanism even for aggressive washing procedures
- ⇒ Low limits of detection also for critical matrices

CHROMABOND® polypropylene columns					REF
volume ads. weight pack of	1 mL		3 mL		6 mL
	30 mg 30	100 mg 30	60 mg 30	200 mg 30	500 mg 30
HR-X	730934	730935	730936	730931	730939
HR-XC	730969	730049	730956	730952	730955
HR-XA	730968	730727	730950	730951	730966
HR-XCW	730731	730733	730735	730739	730743
HR-XAW	730728	730729	730747	730748	730745

Details and standard protocols for the **CHROMABOND® HR-Xpert** concept can be found on our website www.mn-net.com/HR-Xpert.

Silica-based CHROMABOND® SPE phases

Traditional silica-based phases for reliable routine analysis

CHROMABOND® polypropylene columns					REF
volume	1 mL	3 mL		6 mL	
ads. weight	100 mg	200 mg	500 mg	500 mg	1000 mg
pack of	100	50	50	30	30
C18 ec	730011	730012	730013	730014	730015
NH ₂	730031	730413	730033	730180	730626
SiOH	730071	730214	730073	730070	730075
SA (SCX)	730076	730275	730077	730425	730212
SB (SAX)	730078	730322	730079	730426	730323

Other dimensions or phases (also for special applications) such as Florisil®, Alox (N, A, B), Drug, Drug II, CN/SiOH, NH₂/C18 und QuEChERS can be found on our website www.mn-net.com/SPE.



Umrechnungstabelle/pressure conversion chart

Umrechnungstabelle/pressure conversion chart

% Vacuum	mbar	Torr (mm Mercury)	psi (lb/in ²) abs	Inches Mercury Absolute	Inches Mercury Gauge	kPa abs
0.0	1013	760.0	14.7	29.92	0.00	101.4
1.3	1000	750.0	14.5	29.5	0.42	99.9
1.9	981	735.6	14.2	28.9	1.02	97.7
7.9	933	700.0	13.5	27.6	2.32	93.5
21.0	800	600.0	11.6	23.6	6.32	79.9
34.0	666	500.0	9.7	19.7	10.22	66.7
47.0	533	400.0	7.7	15.7	14.22	53.2
61.0	400	300.0	5.8	11.8	18.12	40.0
74.0	266	200.0	3.9	7.85	22.07	26.6
87.0	133	100.0	1.93	3.94	25.98	13.3
89.5	107	80.0	1.55	3.15	26.77	10.7
92.1	80	60.0	1.16	2.36	27.56	8.0
94.8	53	40.0	0.77	1.57	28.35	5.3
97.4	27	20.0	0.39	0.785	29.14	2.7
100.0	0	0.0	0.0	0.0	29.92	0.0

allowed vacuum
erlaubtes Vakuum

not allowed vacuum
nicht erlaubtes Vakuum

for CHROMABOND® vacuum manifolds
für CHROMABOND® Vakuumkammern

Besuchen Sie unsere Chromatographie Website!

- Weitere Produktinformationen
- Kostenlose Applikationsdatenbank (in Englisch, mit mehr als 3.000 Chromatographie-Applikationen)

Visit our Chromatography website!

- Further product information
- Free application database (with more than 3,000 chromatography applications)

www.mn-net.com/chroma

www.mn-net.com/apps



HPLC



GC



TLC



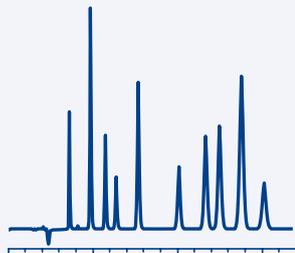
SPE and Flash



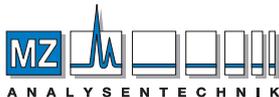
Syringe filters



Vials and caps



... we Meet your Needs



AUTHORIZED DISTRIBUTOR

MZ-Analystechnik 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

MACHEREY-NAGEL



MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG · Neumann-Neander-Str. 6-8 · 52355 Düren · Germany
Germany
and international:
Tel.: +49 24 21 969-0
Fax: +49 24 21 969-199
E-mail: info@mn-net.com

Switzerland:
MACHEREY-NAGEL AG
Tel.: +41 62 388 55 00
Fax: +41 62 388 55 05
E-mail: sales-ch@mn-net.com

France:
MACHEREY-NAGEL EURL
Tel.: +33 388 68 22 68
Fax: +33 388 51 76 88
E-mail: sales-fr@mn-net.com

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

