

Die Dispersive Liquid-Liquid-Microextraktion (DLLME) mit dem bilimex®-Sortiment

Bei der alternativen Probenvorbereitungsmethode Dispersive Liquid-Liquid-Microextraktion (DLLME) wird aus wässrigen Lösungen der gewünschte Analyt mit einer geringen Menge organischem Lösungsmittel, extrahiert und gleichzeitig aufkonzentriert.

Die Dispersive Liquid-Liquid-Microextraktion (DLLME) ist schnell, automatisiert, mit geringem Materialaufwand und hoher Effizienz durchführbar. Bei dieser Methode erfolgt die Analytentrennung durch Extraktion von wässrigen Proben mit 10 µl bis ca. 150 µl eines mit Wasser nicht mischbaren organischen Lösungsmittel (Extraktionsmittel), welches eine höhere oder niedrigere Dichte als Wasser besitzt, sowie mit einem Wasser mischbaren Lösemittel (Dispersionsmittel). Als organisches Lösungsmittel (mit höherer Dichte) werden halogenierte Kohlenwasserstoffe oder ionische Flüssigkeiten verwendet. Bei dem mischbaren Lösemittel sind es beispielsweise Aceton oder Methanol. Als organisches Lösungsmittel (mit niedriger Dichte) werden Kohlenwasserstoffe verwendet und als mischbares Lösemittel beispielsweise Aceton oder Ethanol.

Mit der DLLME-Methode werden hohe Wiederfindungsraten und Anreicherungsfaktoren erzielt.

Nach Zugabe der Extraktions- und Dispersionsmittel bildet sich entweder spontan oder nach kurzem Schütteln - evtl. auch mit einer Ultraschallbestrahlung, eine Dispersion, in dieser lösen sich die unpolaren Analyten schlagartig in die feinverteilten organischen Extraktionsmitteltröpfchen. Durch die Bildung der Emulsion wird die Oberfläche der unpolaren Phase vergrößert und es stellt sich augenblicklich ein Gleichgewicht ein. Im abschließenden Zentrifugationsschritt werden die dispergierten Tröpfchen mit den angereicherten Analyten abzentrifugiert und die von der störender Matrix befreiten Analyten werden durch die Entnahme mit einer Mikroliterspritze entnommen und analysiert.

In der Masterarbeit von Maria Johansson (11.3.2013, Laboratory of Analytical Chemistry, University of Helsinki) werden DLLME-Methoden und Applikationsbeispiele beschrieben.

Für die manuelle DLLME (inklusive Zentrifugationsschritt) mit organischen Lösungsmitteln niedriger Dichte (LD, low density) standen bisher keine geeigneten Gefäße zur Verfügung.

Des Weiteren standen für die automatisierte DLLME (inklusive Zentrifugationsschritt) mit CTC-Autosamplern keine geeigneten Vials mit magnetischen Caps, weder für die DLLME (LD, low density) noch für die DLLME (HD, high density) zur Verfügung. Bei der DLLME mit einem Extraktionsmittel, das eine geringere Dichte als Wasser aufweist, existierte für diese Art der DLLME-Probenvorbereitung bisher kein Liquid-Liquid-Microextractor.

Für die Anforderung der LD- und HD-DLLME entwickelte die LABC-Labortechnik vier Produkte des bilimex®-Sortiments.

Bei der LD-DLLME scheidet sich die organische Phase (Extraktionsmittel), die leichter als Wasser (LD, low density) ist, oben in der Kapillare ab.

Bei der HD-DLLME entsteht durch eine Drehung des bilimex® um 180° eine Scheidung der organischen Phase (Extraktionsmittel), die schwerer als Wasser (HD, high density) ist, unten in der Kapillare ab. Durch Durchstechen des Septums mit der Kanüle einer Mikroliterspritze kann die abgeschiedene organische Phase (Extraktionsmittel) jeweils entnommen und analysiert werden.

Für die manuelle DLLME wurde der bilimex®-HD-MAN und der bilimex®-LD/HD-MAN entwickelt.

Der bilimex®-HD-MAN wird als klassisches Zentrifugenglas aus Borosilikat 3.3 mit einem 60° Spitzboden, einem GL-Gewinde mit Schraubkappe und eingelegter tetrafluorierter Dichtung, für die HD-DLLME, hergestellt.

Der bilimex®-LD/HD-MAN ist durch eine Drehung um 180° für die LD-DLLME oder HD-DLLME geeignet. Durch eine zylindrische statt einer konischen Ausführung des Abscheideraums ist bilimex®-LD/HD-MAN der ideale Zentrifugen-Scheidetrichter bei der DLLME. Die GL-25-Kappe als Standfuß ermöglicht ein bequemes Handling in der manuellen Probenvorbereitung. Hergestellt wird bilimex®-LD/HD-MAN aus Borosilikat 3.3 und kann gereinigt und mehrfach verwendet werden.

Für die DLLME im Autosampler wurde der bilimex®-HD-AS und der bilimex®-LD/HD-AS entwickelt.

Der bilimex®-HD-AS ist ein Extractor aus Glas in Vial-Form mit magnetischer Cap, der die automatische Injizierung und Entnahme via Mikroliterspritze und CTC-Autosampler ermöglicht, er wird als Einmalartikel verwendet.

Der bilimex®-LD/HD-AS für ist ein Extractor aus Glas in Vial-Form mit magnetischer Cap, der die automatische Injizierung und Entnahme via Mikroliterspritze und CTC-Autosampler ermöglicht, er kann mehrfach verwendet und gereinigt werden.