



Probenvorbereitung

via DLLME und dem

bilimex®-Sortiment

von

LABC-Labortechnik

DLLME mit dem **Bilimex®**-Sortiment

Effektive und automatisierbare Methode zur Aufkonzentration von flüssigen Stoffgemischen

In der chemischen Analytik sind zur Aufkonzentration eines Analyten und zur Abtrennung störender Matrix die dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) und deren Modifikationen als etablierte Probenvorbereitungsmethoden bekannt. Die DLLME ist schnell und mit geringem Materialaufwand bei hoher Effizienz durchführbar.

Bei der DLLME wird z. B. eine wässrige Probe mit geringen Mengen von einem mit Wasser nicht mischbaren Lösungsmittel (Extraktionsmittel) und einem mit Wasser mischbaren Lösemittel (Dispersionsmittel) versetzt. Nach der Durchmischung durch Emulsionsbildung erhält man durch Zentrifugieren 2 Phasen. Die organische Phase (Extraktionsmittel) mit dem aufkonzentrierten und von störender Matrix befreiten Analyten wird über die Kanüle einer Mikroliterspritze entnommen und analysiert.

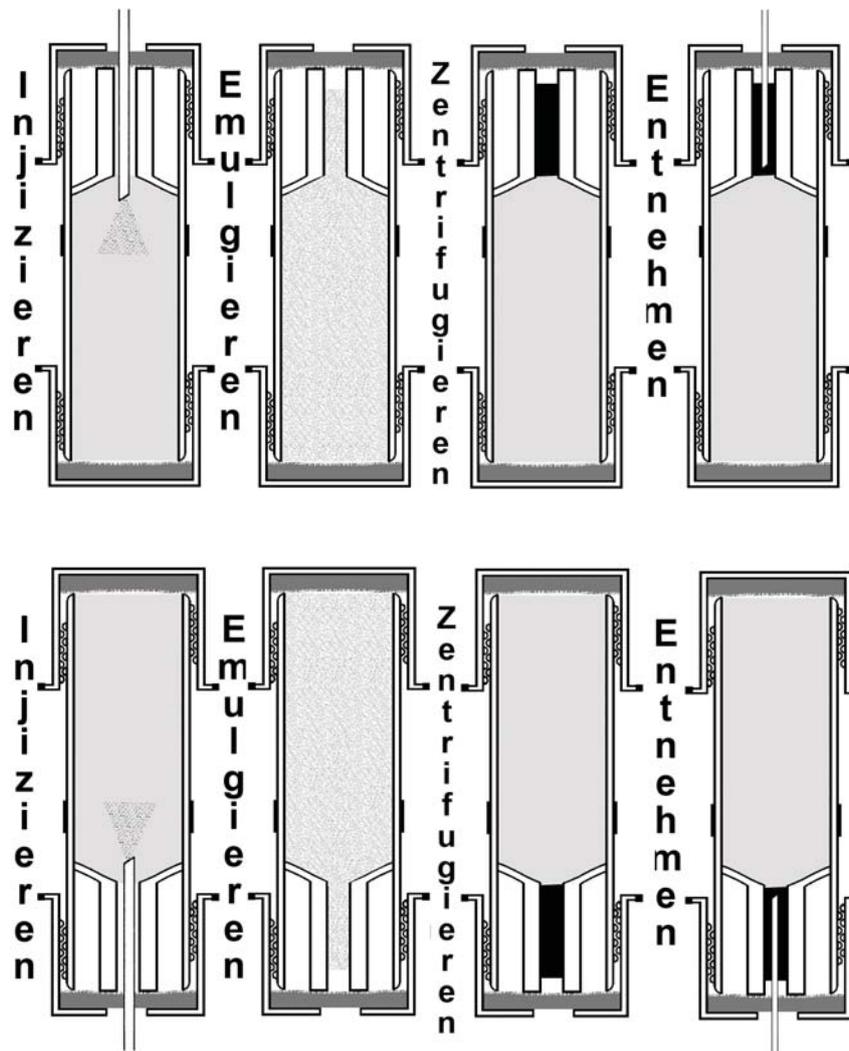
Bei der DLLME unterscheiden wir zwischen einem Extraktionsmittel, das eine geringere Dichte (LD) und einem Extraktionsmittel mit höherer Dichte (HD) als Wasser aufweist.

LABC-Labortechnik bietet Probengefäße für die manuelle DLLME sowie für die automatisierte DLLME an. Jeweils für Proben mit einem Extraktionsmittel leichter (LD) und schwerer (HD) als Wasser.

Die Vorteile der DLLME Probenvorbereitungs -Methode:

- Universeller als SPME
- weniger aufwendig als Festphasenextraktion
- geringer Lösemittelverbrauch
- einfach Aufkonzentrierung
- hohe Wiederfindungsrate und Reproduzierbarkeit

Im grundsätzlichen Aufbau der DLLME wird eine wässrige Probe mit einem mit Wasser nicht mischbaren Lösungsmittel (Extraktionsmittel) und einem mit Wasser mischbaren Lösemittel (Dispersionsmittel) versetzt. Nach Durchmischung und Emulsionsbildung werden durch Zentrifugieren 2 Phasen erhalten. Die organische Phase (Extraktionsmittel) mit dem aufkonzentrierten und von störender Matrix befreiten Analyten wird nach der Entnahme mit einer Mikroliterspritze analysiert.



Beispiele für die Verwendung:

Für eine LD-DLLME werden 11,2ml wässrige Lösung bereitgestellt und 300µl Lösungsmittelgemisch injiziert.

Beispiel 1

Bei einer vollständigen Extraktion entspricht dies einer Anreicherung um den Faktor 37,3.

Mit einer Mikroliterspritze können ca. 250µl oberhalb der Phasengrenze für die Analyse extrahiert werden.

Beispiel 2

Für eine HD-DLLME werden 11,5 ml wässrige Lösung hergestellt und 30 µl Lösungsmittelgemisch eingespritzt. Bei einer vollständigen Extraktion entspricht dies einer Anreicherung um den Faktor 383. Mit einer Mikroliterspritze können ca. 25µl unterhalb der Phasengrenze für die Analyse extrahiert werden.

bilimex®-MAN

klassischer Probencontainer für die manuelle DLLME. Das Glasgefäß ist für die Methodenentwicklung konzipiert.

bilimex®-HD-MAN

Zentrifugengläser aus Borosilikat 3.3
Spitzboden 60° und Glas-Gewinde (GL).
Zentrifugierbar bis 1800g.
Lieferumfang: ohne Schraubkappe

Artikel Nr.	Volumen	Außen-Ø	Höhe	GL-Gewinde
120-0644198	9ml	16 mm	100 mm	GL14
120-0644211	9ml	16 mm	100 mm	GL18
120-0591805	23ml	24 mm	100 mm	GL25
120-0644228	37ml	28 mm	100 mm	GL25
120-0644242	45ml	34 mm	100 mm	GL25
120-0019507	75ml	44 mm	100 mm	GL32
120-0644259	75ml	40 mm	115 mm	GL32
120-0644266	240ml	56 mm	147 mm	GL45



bilimex®LD/HD-MAN ist ein Flüssig-Flüssig-Mikro-Extraktor für die Probenvorbereitungsmethode DLLME (dispersive liquid-liquid microextraction) mit einem Extraktionsmittel, das leichter (LD = low density) oder schwerer (HD = high density) als Wasser ist. bilimex®-LD/HD-Manuell ist ein Extraktor für eine manuelle Injizierung und Entnahme via Mikroliterspritze. bilimex®-LD/HD-MAN kann gereinigt und mehrfach verwendet werden.

bilimex®LD/HD-MAN

Zentrifugengläser aus Borosilikat 3.3 mit eingeschmolzene Kapillare und beidseitigem Glas-Gewinde (GL 25).
Mit Schraubkappe aus PTB-rot und PTFE-beschichteten 3mm- Silikon-
dichtungen
Zentrifugierbar bis 1800g.

Optional: silanisierte Ausführung (IS-2 Inertisierung)



Artikel Nr.	Proben-volumen	Kapillarvolumen	Gesamtlänge
280-0396615	17 ml	35 µl	100 mm
280-0396592	17 ml	100 µl	100 mm
280-0400701	12 ml	35 µl	80 mm
280-0400725	12 ml	100 µl	80 mm
280-0400695	7 ml	35 µl	60 mm
280-0400718	7 ml	100 µl	60 mm

Zubehör bilimex®-MAN

bilimex®-MAN ist mehrfach verwendbar, einzig die Septen müssen getauscht werden.

Schraubverschlusskappe PBT, rot, mit PTFE-beschichteter 3mm Silikon-Dichtung

GL-Gewinde	Loch	Artikel Nr.	Loch	Artikel Nr.
GL 14	nein	120-0019217	9,5 mm	120-0407854
GL 18	nein	120-0159920	11 mm	120-0941846
GL 25	nein	120-0190831	15 mm	120-0022354
GL 32	nein	120-0190671	20 mm	120-0022316
GL 45	nein	120-0019231	34 mm	120-0234689



GL-Lochschaubkappen aus PBT, rot, Schott mit 4mm Bohrung zur Verhinderung einer Wölbung des Septums bei der Zentrifugierung

Artikel Nr.	GL-Gewinde	Bohrung	VPE
120-0940351	GL14	4mm	1 Stk.
120-0940368	GL18	4mm	1 Stk.
120-0940375	GL25	4mm	1 Stk.
120-0940399	GL32	4mm	1 Stk.
120-0940412	GL45	4mm	1 Stk.

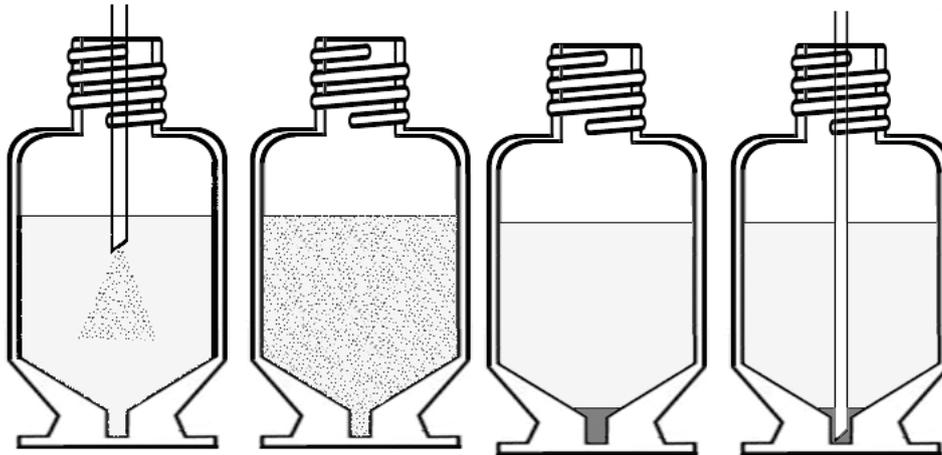
Optionale Septen zur GL - Schraubkappe GL 25

Artikel.Nr	Material	GL-Gewinde
120-0400626	Butylkautschuk rot / PTFE grau, 2,4mm stark, 55 shore A	GL 25

Wenn bei einer Analyse eine Silikondichtung nicht sinnvoll ist, könnte eine Dichtscheibe aus BK/PTFE eine Alternative sein. Andere Größen und alternative Septenmaterialien für GL-Schraubkappen fertigen wir gerne auf Anfrage.



bilimex®HD-AS ist ein Flüssig-Flüssig-Mikro-Extraktor für die Probenvorbereitungsmethode DLLME (dispersive liquid-liquid microextraction) mit einem Extraktionsmittel, das schwerer (HD = high density) als Wasser ist. bilimex®-HD-AS ist ein Extraktor für eine automatisierte Injizierung und Entnahme via Mikroliterspritze.



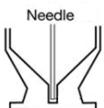
Bei der skizzierten DLLME wird eine wässrige Probe mit einem mit Wasser nicht mischbaren Extraktionsmittel und einem mit Wasser mischbaren Dispersionsmittel versetzt.

Nach durchmischen und Emulsionsbildung werden durch zentrifugieren 2 Phasen getrennt. Das Extraktionsmittel - HD - mit dem aufkonzentrierten und von störender Matrix befreiten Analyten befindet sich im konischen Standfuß. Es wird durch eine Mikroliterspritze entnommen und in das Analysegerät indiziert.

Die Entnahme des Extraktionsmittel ist durch die Verwendung eines konischen bilimex-Röhrchens leicht möglich. Bilimex®HD-AS ist einsetzbar in Zentrifugen bis 1800g und konzipiert für die DLLME mit Extraktionsmitteln in high density (HD).

Die Vorteile von bilimex®HD-AS zur Automatisierung der DLLME-HD

bilimex®HD-AS mit einem hochwertigen PTFE-beschichteten Silikonseptum und einer magnetischen Lochschraubkappe für einen automatisierten Betrieb durch Autosampler.



bilimex®HD-AS mit einer optimierter Restentleerung durch eine zylindrische statt einer konischen Ausführung im Innenraum des Vials ist der ideale Scheidetrichter bei der DLLME-HD für Extraktionsmittel, die eine höhere Dichte (high density) als Wasser haben.

bilimex®HD-AS mit Standfuß zum bequemen Handling bei der Probenvorbereitung mit der DLLME-HD Methode. bilimex®HD ist einsetzbar in Zentrifugen mit Festwinkel- oder Ausschwingrotoren bis 1800g



bilimex®HD-AS

aus Braun- / Klarglas der ersten hydrolytischen Klasse

23 x 72mm

unten konisch mit Standfuß

magnetischen Headspace-Lochschaubkappe grün

Silikon/weiß PTFE Septum

bis 150°C belastbar

CTC-Autosampler geeignet

Zentrifugierbar bis 1800g

Optional: silanisierte Ausführung (IS-2 Inertisierung)

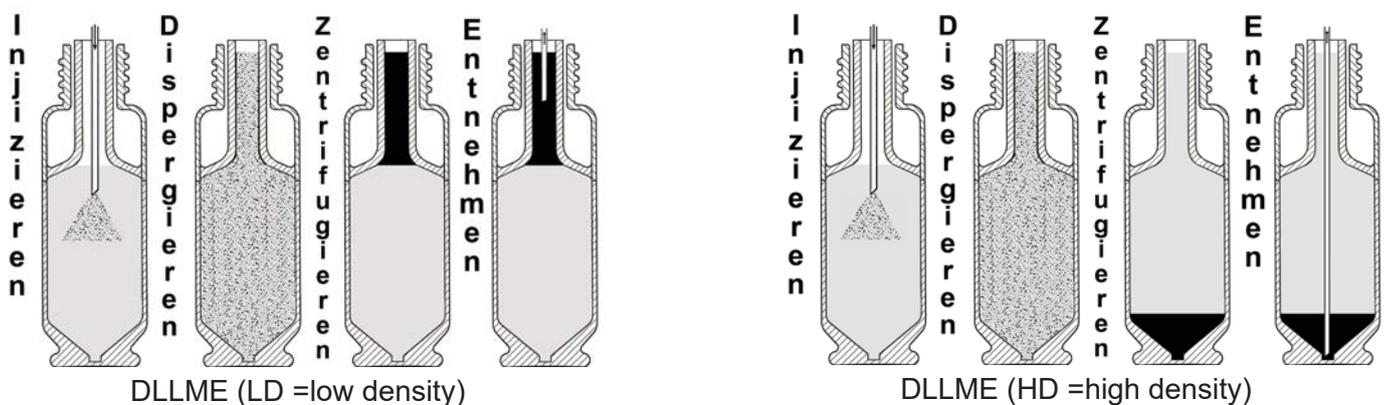


Artikel Nr.	Probenvolumen	Glasfarbe	IS-2 Inertisierung	Maße
280-0397322	8 ml	Klarglas	nein	42 x 23 mm
280-0400930	8 ml	Klarglas	ja	42 x 23 mm
280-0397414	8 ml	Braunglas	nein	42 x 23 mm
280-0400602	8 ml	Braunglas	ja	42 x 23 mm
280-0401968	17 ml	Klarglas	nein	72 x 23 mm
280-0404877	17 ml	Klarglas	ja	72 x 23 mm
280-0404907	17 ml	Braunglas	nein	72 x 23 mm
2800404921	17 ml	Braunglas	ja	72 x 23 mm

Die IS-2 Inertisierung ist ein neues Desaktivierungsverfahren. Es sorgt für höchste Inertheit der Glasoberfläche und verhindert Adsorption auch bei empfindlichen Substanzen, wie beispielsweise Pestiziden, Aminen, Steroiden und Phenolen.

Die Zentrifugierbarkeit nach EN 10204 wird je Charge geprüft. Die Prüfung erfolgt mit 1800g in einem Festwinkel-Rotor bei Raumtemperatur und einem Stoffgemisch mit der Dichte von max. 1,2 g/ml. Das Chargenzertifikat wird mitgeliefert.

bilimex®-LD/HD-AS ist ein Flüssig-Flüssig-Mikro-Extraktor für die Probenvorbereitungsmethode DLLME (dispersive liquid-liquid microextraction). Das Extraktionsmittel kann schwerer (high density HD) und leichter (low density LD) als Wasser sein. Bilimex®-LD/HD-AS ist ein Extraktor für eine automatisierte Injizierung und Entnahme via Mikroliterspritze.



Bei der links skizzierten DLLME wird eine wässrige Probe mit einem mit Wasser nicht mischbaren Extraktionsmittel und einem mit Wasser mischbaren Dispergiermittel vermischt. Das Extraktionsmittel ist LD mit niedriger Dichte.

Nach dem Mischen und der Emulsionsbildung werden die beiden Phasen durch Zentrifugation getrennt. Das Extraktionsmittel - LD - mit dem konzentrierten, von störender Matrix befreiten Analyten befindet sich im inneren Trichter. Es wird durch eine Mikroliterspritze extrahiert und in den Analysator injiziert. Mit bilimex®LD/HD-AS ist eine DLLME mit LD- oder HD-Extraktionsmittel möglich. Siehe dazu die Verfahrensskizzen oben.

Durch die Verwendung von bilimex® -Fläschchen mit Innentrichter kann das Extraktionsmittel leicht entfernt werden. Bilimex®LD/HD-AS kann in Zentrifugen bis 1800g. eingesetzt werden und ist für DLLME mit Extraktionsmittel in niedriger Dichte (LD) oder hoher Dichte (HD) ausgelegt. Die Zentrifugierbarkeit wird mit einem Chargenprüfzertifikat dokumentiert. Das Fläschchen kann mit einer Flüssigkeit von 1,2g/ml Dichte bis mindestens 1800g beladen werden.

Das Fläschchen wird in einem aufwendigen Produktionsverfahren in Deutschland hergestellt. Die bilimex®-LD/HD-AS Fläschchen werden in einer Laborspülmaschine oder (automatisch z.B. mit einem MHE-Tool für CTC-Autosampler) gereinigt. In diesem Fall wird anstelle einer Headspace-Mikroliterspritze eine Flüssigkeits-Mikroliterspritze zur Entfernung der Lösungsmittel verwendet. Ersatzsepten sind auch als Zubehör aus anderen Materialien erhältlich.

Die Zentrifugierbarkeit nach EN 10204 wird je Charge geprüft. Die Prüfung erfolgt mit 1800g in einem Festwinkel-Rotor bei Raumtemperatur und einen Stoffgemisch mit der Dichte von max. 1,2 g/ml. Das Chargenzertifikat wird mitgeliefert.

bilimex®LD/HD-AS Headspace Schraub Vial

aus Braunglas / Klarglas der ersten hydrolytischen Klasse

23 x 72 mm

oben und unten konisch verjüngt mit Standfuß

Zentrifugierbar bis zu 1800g

Geeignet für CTC-Autosampler

Optional: silanisierte Ausführung (IS-2 Inertisierung)



Article n°.	Sample volume	KG/BG	Size	Thread
120-0934206	10 ml	Clear glass	72x23 mm	HS6-19
120-0750035	10 ml	Amber glass	72x23 mm	HS6-19

bilimex®LD/HD-AS Crimpvial

aus Braun- / Klarglas der ersten hydrolytischen Klasse

23 x 75 mm

oben und unten konisch verengt mit Standfuß

ND20 Bördelrand

Zentrifugierbar bis 1800g

CTC-Autosampler geeignet

Optional: silanisierte Ausführung (IS-2 Inertisierung)



Artikel Nr.	Probenvolumen	Glasfarbe	Maße	Bördelrand
120-0941730	10 ml	Klarglas	75x23 mm	ND20
120-0941754	10 ml	Braunglas	75x23 mm	ND20

Verschlüsse für HS6-19 Gewinde oder ND20 Bördelrand finden Sie im Internet auf www.LABC.de oder im Katalog 152.

Die Zentrifugierbarkeit nach EN 10204 wird je Charge geprüft. Die Prüfung erfolgt mit 1800g in einem Festwinkel-Rotor bei Raumtemperatur und einen Stoffgemisch mit der Dichte von max. 1,2 g/ml. Das Chargenzertifikat wird mitgeliefert.

bilimex®LD PTFE165/Glas ist ein Flüssig-Flüssig-Mikro-Extraktor für die Probenvorbereitungsmethode DLLME (dispersive liquid-liquid microextraction). Das Extraktionsmittel ist leichter (low density LD) als Wasser. bilimex®-LD PTFE165/Glas ist ein Extraktor für eine automatisierte Injizierung und Entnahme via Mikroliterspritze in der Routineanalytik.



bilimex®LD PTFE165/Glas ist kostengünstig zu produzieren und lässt ebenfalls eine DLLME mit einem Lösemittel leichter als Wasser zu. Es eignet sich insbesondere für Routineanwendungen mit sehr hohem Durchsatz, bei dem eine Reinigung der bilimex®-Extraktoren nicht gewünscht ist.

Der Vialverschluss ist magnetisch und passt zu den gängigen Autosamplersystem.



Bilimex®LD PTFE165/Glas bestehen aus ND18 Feingewindflaschen mit gerundetem Boden und Glas der 1. hydrolytische Klasse, sowie einem PTFE-Einsatz mit einem Kapillarvolumen von 165 µl. Bilimex®LD ist für den Einsatz in Zentrifugen bis 1800g geeignet. Für jede Charge wird ein Werkszeugnis nach EN 10204 bereitgestellt
VPE = 10 Stück

Volume	Size	KG/BG	Article n°
10ml	46 x 22,5mm	Clear glass	120-0933513
10ml	46 x 22,5mm	Amber glass	120-0933544
20ml	75,5 x 22,5mm	Clear glass	120-0933537
20ml	75,5 x 22,5mm	Amber glass	120-0933551

Magnetischer Schraubverschlüsse ND18 für Bilimex®LD PTFE165/Glas finden Sie in unserer Broschüre 152 oder auf www.LABC.de

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. 300 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 störenden Matrix befreiten Analyten werden durch die Entnahme mit einer Mikroliterspritze entnommen und analysiert.

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

Für die manuelle DLLME wurde der bilimex®-HD-MAN und der bilimex®-LD/HD-MAN entwickelt. 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 DLLME im Autosampler wurde der bilimex®-HD-AS, bilimex®-LD/HD-AS und Bilimex®LD PTFE165/Glas entwickelt.

Der bilimex®-HD-AS Extraktor aus Glas in Vial-Form mit magnetischer Cap ermöglicht automatische Injizierung und Entnahme via Mikroliterspritze und Autosampler. Sein konischer Boden ist für die DLLME-HD geeignet. Er wird als Einmalartikel verwendet.

Der bilimex®-LD/HD-AS Extraktor aus Glas in Vial-Form mit magnetischer Cap ermöglicht die automatische Injizierung und Entnahme via Mikroliterspritze und Autosampler. Sein konischer Boden und der eingeschmolzene Trichter oben sind für DLLME-HD und LD geeignet. Er kann mehrfach verwendet und gereinigt werden.

Bilimex®LD PTFE165/Glas ist für Extraktor aus Glas in Vial-Form mit magnetischer Cap ermöglicht die automatische Injizierung und Entnahme via Mikroliterspritze und Autosampler. Der PTFE-Einsatz im Standard-Vial für die DLLME-LD. er wird als Einmalartikel verwendet und ist mit allen ND18 Kappen kompatibel.

Kontakt:

Für Bestellungen und weitere Informationen wenden Sie sich bitte an:

LABC-Labortechnik GmbH

Reisertstraße 5
D-53773 Hennef

Tel.: +49 2242 96946-0
Fax: +49 2242 96946-20
E-Mail: info.gmbh@labc.de

Vertreten durch:

Geschäftsführender Gesellschafter:
Florian Zillger

Viele weitere **Produkte** und **Informationen** auch unter:

www.LABC.de