



Extraktion und Konzentration in einem Schritt

Mit den neuen, innovativen **bilimex**®-**Extraktoren** lassen sich Analyten schnell und einfach aus wässrigen Lösungen extrahieren und dabei gleichzeitig aufkonzentrieren.

Dem Verfahren liegt das Prinzip der *Dispersive Liquid-Liquid Microextraction* (DLLME) zugrunde.¹ Bei dieser Flüssig-Flüssig-Extraktion werden einer



wässrigen Lösung jeweils eine kleine Menge eines Dispersionsmittel und eines organischen Lösungsmittels zugegeben und die Komponenten durchmischt. Nach anschließender Zentrifugation kann das organische Lösungsmittel, welches den angereicherten Analyten enthält, entnommen werden. Die jeweilige spezielle Bauform der verschiedenen verfügbaren bilimex®-Extraktoren ermöglicht eine einfache und kontaminationsfreie Entnahme, so dass die erhaltenen organischen Extrakte direkt analysiert werden können. bilimex® eignet sich exzellent für eine effiziente Probenvorbereitung und garantiert hohe Wiederfindungsraten und hohe Reproduzierbarkeit.

Mit den verschiedenen bilimex®-Extraktoren lassen sich Extraktionen mit Mikroliter-Mengen an organischem Lösungsmittel durchführen. Die Extraktion kann mit Lösungsmitteln, deren Dichte niedriger ist als die der wässrigen Phase, durchgeführt werden; z.B. mit Kohlenwasserstoffen (Iow density, LD). Als Dispersionsmittel werden hierbei meist Aceton oder Ethanol verwendet. Die DLLME kann aber auch mit Lösungsmitteln erfolgen, deren Dichte höher ist als die der wässrigen Phase. Hierbei kommen z.B. halogenierte Kohlenwasserstoffe oder ionische Flüssigkeiten zum Einsatz (high density, HD). Aceton oder Methanol eignen sich in diesen Fällen als Dispersionsmittel. Nach Zugabe von Extraktionsund Dispersionsmittel zur Probe bildet sich entweder spontan oder nach kurzem Schütteln (evtl. auch mittels Ultraschall) eine Dispersion, in welcher der Analyt in den feinverteilten organischen Extraktionsmitteltröpfchen vorliegt. Im abschließenden Zentrifugationsschritt trennen sich die organische und die wässrige Phase und der im organischen Lösungsmittel angereicherte Analyt kann entnommen werden.

Unser Programm beinhaltet neben bilimex®-Varianten für die **manuelle Nutzung** auch solche, die für den **automatisierten Einsatz** der DLLME entwickelt wurden.

Sowohl die bilimex[®]-Varianten für den manuellen Einsatz als auch die Varianten für die automatisierte Verwendung sind auch in einer **Inertised Surface-Variante** mit silanisierter Oberfläche verfügbar. Die Oberflächenbehandlung nach dem Inertised Surface-Verfahren minimiert sowohl Leaching-Effekte aus dem Glas als auch Adsorptionen von beispielsweise Pestiziden, Aminen, Steroiden und Phenolen an der Glasoberfläche.

Für den zur Phasentrennung meist erforderlichen Zentrifugationsschritt können die bilimex[®]-Extraktoren in Zentrifugen mit Ausschwingrotoren bis 3500U/min eingesetzt werden.

-

¹ Masterarbeit von Maria Johansson (11.3.2013, Laboratory of Analytical Chemistry, University of Helsinki)



bilimex® für die manuelle DLLME

bilimex®-HD-MAN

Diese bilimex®-Variante ist für die DLLME mit einem Extraktionsmittel, das schwerer (**HD = high density**) als die wässrige Phase ist, vorgesehen. bilimex®-HD-MAN ist ein Zentrifugenglas aus Borosilikatglas 3.3 mit einem 60°-Spitzboden und Schraubgewinde. Verschlossen wird das Glas durch eine Schraubkappe mit eingelegter Dichtung. Die Entnahme der organischen Phase, welche den Analyten enthält, erfolgt nach Öffnung des Glases von oben.



Verfügbare bilimex®-HD-MAN-Varianten

Volumen [mL]	Außen-Ø [mm]	Höhe [mm]	Gewinde
9	16	100	GL14
9	16	100	GL18
23	24	100	GL25
37	28	100	GL25
45	34	100	GL25
75	44	100	GL32
75	40	115	GL32
240	56	147	GL45

Für alle aufgeführten Glasgrößen stehen passende Schraubverschlüsse aus Polybutylenterephthalat (PBT) mit PTFE-beschichteter Silikondichtung zur Verfügung. Falls es die Anwendung erfordert, können die Kappen mit Septen aus anderen Materialien ausgestattet werden.

bilimex®-LD/HD-MAN

bilimex®-LD/HD-MAN ist ein DLLME-Extraktor, der zur Extraktion von wässrigen Phasen sowohl mit Lösungsmitteln, deren Dichte niedriger ist als die der wässrigen Phase (**LD = low density**), als auch mit Lösungsmitteln, deren Dichte höher ist als die der wässrigen Phase (**HD = high density**), eingesetzt werden kann.

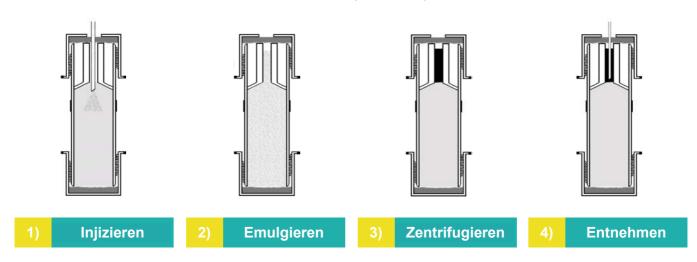
Der aus hochwertigem Duranglas gefertigte Glaszylinder verfügt an einer Seite über einen je nach Modell





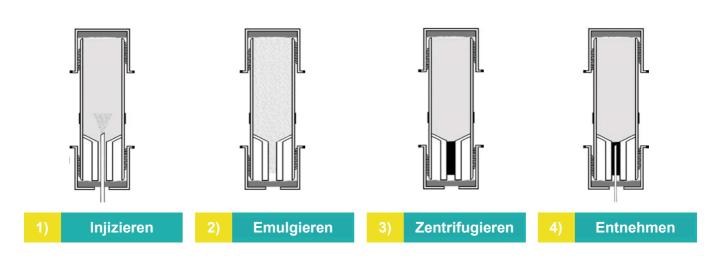
 $35~\mu\text{L}$ - oder $100~\mu\text{L}$ -großen zylindrischen Entnahmeraum (Kapillare). Aus diesem wird nach erfolgtem Extraktionsschritt (Injizieren von Lösungs- und Dispersionsmittel, Emulgieren, Zentrifugieren) mittels einer Mikroliterspritze die mit dem Analyten angereicherte Probe entnommen. Ohne weitere Aufarbeitung kann diese Probe dann direkt analysiert werden. Verschlossen wird der Extraktor auf beiden Seiten mit einer GL25-Schraubkappe (je nach Anwendung mit oder ohne Loch) mit eingelegtem, PTFE-beschichteten Silikonseptum.

LD-DMLLE mit bilimex®-LD/HD-MAN (Schema 1)



Der bilimex[®]-LD/HD-MAN zeichnet sich durch eine **universelle und einfache Handhabung** aus. Darüber hinaus sind nur sehr geringe Mengen an organischen Lösungsmitteln erforderlich und ein zusätzlicher Arbeitsschritt zur Aufkonzentration erübrigt sich.

HD-DMLLE mit bilimex®-LD/HD-MAN (Schema 2)





Auch bilimex®-LD/HD-MAN kann, falls es die Anwendung erfordert, mit Septen aus anderen Materialien ausgestattet werden. Der Extraktor ist für den dauerhaften Einsatz gedacht und einfach zu reinigen. Septen müssen zur Sicherstellung der Dichtigkeit entsprechend der Anwendung nach Perforation ggf. gewechselt werden.

Verfügbare bilimex®-LD/HD-MAN-Varianten

Probenvolumen [mL]	Volumen der Kapillare [µL]	Gesamtlänge [mm]
17	35	100
17	100	100
12	35	80
12	100	80
7	35	60
7	100	60





bilimex® für die automatisierte DLLME

bilimex®-HD-AS

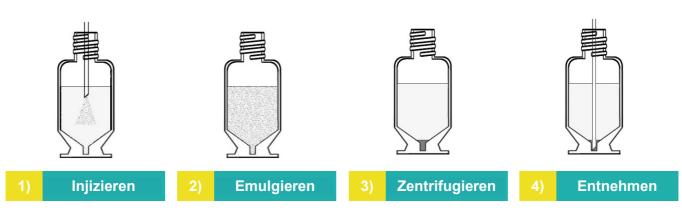
Für die **automatisierte DLLME** mit einem Lösungsmittel, welches schwerer als die wässrige Phase ist, wurde der bilimex®-HD-AS entwickelt. Dieser Extraktor besteht aus einer speziell geformten Probenflasche. Aufgrund der zylindrischen Form des Entnahmeraums wirkt diese Flasche als idealer Scheidetrichter. Hierdurch werden bei vollständiger Extraktion des Analyten **Anreicherungen um einen Faktor von bis zu 380** möglich.

Der in den Extraktor integrierte Standfuß garantiert eine stabile Handhabung. Verschlossen werden die Flaschen durch Schraubkappen mit Loch und eingelegtem PTFE-beschichtetem, Silikon-



septum. In die Kappen ist ein magnetischer Ring eingelassen, wodurch sie mit geeigneten Autosamplern (z.B. CTC-PAL, Gerstel MPS) gehandhabt werden können.

HD-DLLME mit bilimex®-**HD-AS** (Schema 3)



Wie auch bei der manuellen DLLME werden bei der automatisierten DLLME die Schritte Injizieren von Lösungs- und Dispersionsmittel, Emulgieren, Zentrifugieren und Probennahme durchlaufen (siehe Schema 3). Nur erfolgen diese Schritte je nach Anwendung teilweise oder auch vollständig durch den Autosampler.

Verfügbare bilimex®-HD-AS-Varianten

Probenvolumen [mL]	Dimensionen [mm]	Glas
8	23 x 42	Klarglas
8	23 x 42	Braunglas
17	23 x72	Klarglas
17	23 x 72	Braunglas





bilimex®-LD/HD-AS

Zur automatisierten Durchführung der DLLME mit Extraktionsmitteln, die wahlweise schwerer oder auch leichter als die wässrige Phase sein können, kann bilimex®-LD/HD-AS eingesetzt werden. Der Entnahmeraum dieser Probenflasche ist analog dem bilimex®-HD-AS zylindrisch geformt, so dass sich bei der **HD-DLLME** die kleine Menge des eingesetzten Lösungsmittels nach der Zentrifugation einfach vom Boden des Gefäßes mittels der Autosamplerspritze entnehmen lässt (Schema 4).

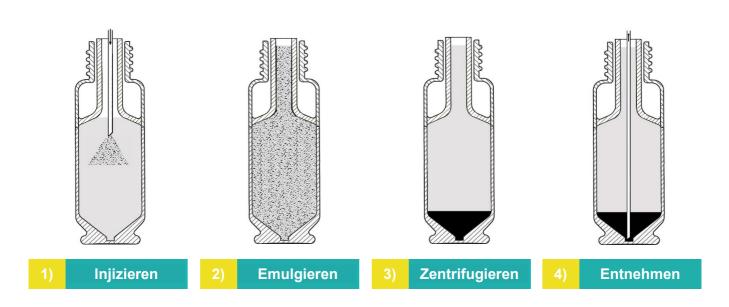
Zusätzlich verfügt der bilimex®-LD/HD-AS aber für die **LD-DLLME** auch noch über einen kapillarförmigen Entnahmeraum am oberen Ende des Gefäßes, in welchem sich das Extraktionsmittel, das leichter als die wässrige Phase ist, bei der Zentrifugation sammelt.



Mit dem bilimex®-HD/LD-AS sind bei der **HD-DLLME Anreicherungen um das 380-fache** möglich, wenn der Zielanalyt vollständig extrahiert wird. In der **LD-DLLME**-Variante kann bis **auf das 35-fache** aufkonzentriert werden.

Auch bilimex®-HD/LD-AS verfügt über einen integrierten Standfuß, der eine stabile Handhabung garantiert. Verschlossen werden die Gläser durch Schraubkappen mit Loch und eingelegtem Septum aus PTFE-beschichtetem Silikon. In die Kappen ist ein magnetischer Ring eingelassen, wodurch sie mit geeigneten Autosamplern (z.B. CTC-PAL, Gerstel MPS) gehandhabt werden können.

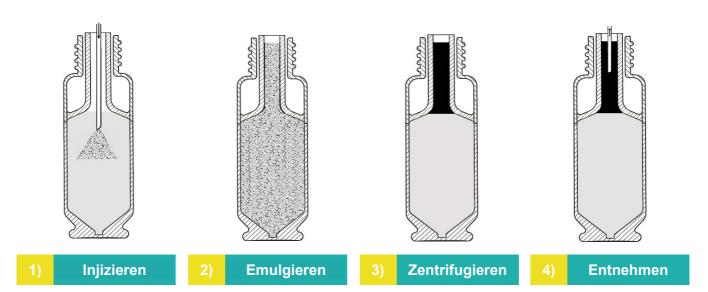
HD-DLLME mit bilimex®-LD/HD-AS (Schema 4)



Schema 4 zeigt die HD-DLLME mit dem bilimex®-HD/LD-AS. In Schema 5 wir die LD-Variante gezeigt. Wiederum werden die Schritte Injizieren von Lösungs- und Dispersionsmittel, Emulgieren, Zentrifugieren und Probennahme durchschritten.



LD-DLLME mit bilimex®-LD/HD-AS (Schema 5)



bilimex®-LD/HD-AS aus Braunglas der 1.hydrolytischen Klasse wird in einem aufwendigen Herstellprozess gefertigt und kann mehrfach verwendet werden. Zur Reinigung sind handelsübliche Laborspülmaschinen einsetzbar. Alternativ kann die Reinigung auch automatisiert mit dem Autosampler_durchgeführt werden.

Verfügbare bilimex®-HD/LD-AS-Varianten

Probenvolumen [mL]	Dimensionen [mm]	Glas
12	23 x 72	Braunglas

