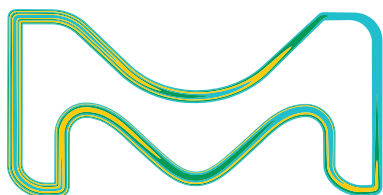
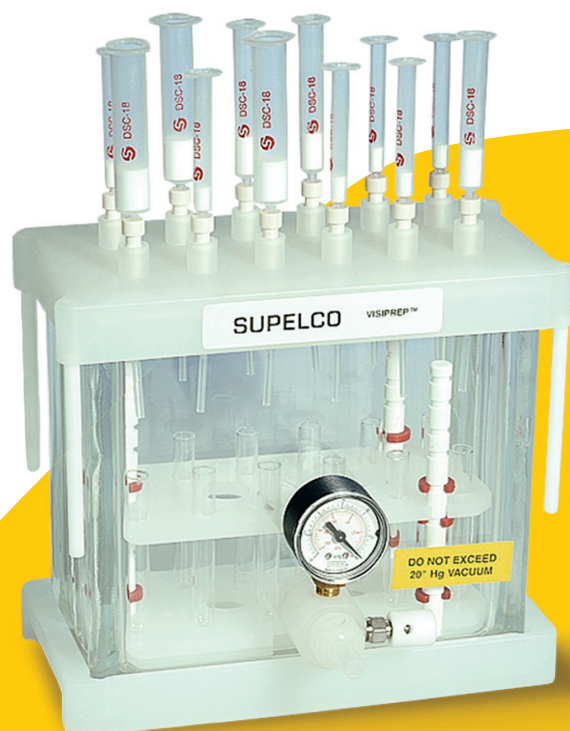


Продукты для твердофазной экстракции

Увеличьте чувствительность методов.
Повысьте производительность и
надёжность



Краткий экскурс в историю продуктов для твердофазной экстракции (ТФЭ)

Технология твердофазной экстракции была впервые представлена нашей компанией брендами Supelclean™ и LiChrolut®. Вскоре после этого была представлена наша экстракционная система на базе вакуумного манифолда Visiprep™. Ориентируясь на потребности аналитиков в области экологического, пищевого, агрохимического и промышленного анализа, мы усовершенствовали свою технологию и расширили предлагаемый ассортимент, включив в него продукты для твердофазной экстракции Supelclean™ ENVI™. В конце 1990-х годов мы представили линейку Discovery®, объединяющую продукты для твердофазной экстракции, применяемые в фармацевтическом анализе.

В последнее время основное внимание нашего научно-исследовательского центра, специализирующегося на пробоподготовке, было сфокусировано на инновационных разработках. Наши продукты для твердофазной экстракции, начиная от «универсальных» полимерных композиций (таких как Supel™-Select и LiChrolut® EN) и заканчивая высокоспециализированными продуктами, разработанными для устранения специфических влияний матрицы (например, HybridSPE®-Phospholipid и Supel™ QuE Z-Sep), позволяют специалистам проводить количественный анализ исследуемых веществ даже при самых низких пределах обнаружения.



Колонки Supelclean™ и LiChrolut®

- Первые коммерческие продукты для твердофазной экстракции
- Упомянуты в сотнях научных публикаций
- Разработаны, испытаны и проверены на качество для экологического анализа
- Также выполняются из стекла (колонки и диски)
- Уникальные химические технологии (например, ENVI-Carb™)
- Соответствуют стандартам и методам агентства по охране окружающей среды (EPA)

Продукты для твердофазной экстракции Discovery®

- Разработаны, испытаны и проверены на качество для фармацевтических и клинических исследований
- Более 12-ти типов твердой фазы, различающихся химической природой: от продуктов для проведения ТФЭ с комбинированными сорбентами до сорбентов на полимерной основе
- Доступны в формате 96-луночных планшетов и картриджей
- Ультрарастительные фазы для проведения особо чувствительных анализов

Эра инновационных продуктов для твердофазной экстракции

- Продукты Supel™ Genie Online для повышения производительности и исключения человеческого фактора
- Продукт HybridSPE®-Phospholipid для простого и быстрого удаления фосфолипидов и белков или обогащения фосфолипидов
- Supel™ QuE (дисперсионная ТФЭ) для определения пестицидов методом QuEChERS
 - Сорбенты Z-Sep, Z-Sep/C18, Z-Sep+ и Verde для удаления липидов и пигментов
- Полимерные фазы для ТФЭ Supel™-Select SPE для экстракции широкого спектра соединений из водных матриц.
- Специальные фазы Supel™ Tox и Supelclean™ Ultra & EZ-POP NP для удаления микотоксинов, пестицидов и/или неполярных соединений из сложных матриц на основе пищевых продуктов.

Спецификации Supelclean™

Сорбент на основе силикагеля	Нерегулярная форма, ENVI сорбенты обработаны кислотой
Средний размер частиц	45 мкм
Средний диаметр пор	60 Å
Удельный Объем пор	0,8 см³/г
Удельная площадь поверхности	475 м²/г
Эндкепирование	Да(если не указано иное)
Фритта	Полиэтилен (ПЭ), размер пор 20 мкм (если не указано иное)

Спецификации LiChrolut®

Сорбент на основе силикагеля	Нерегулярная форма, сорбенты обработаны кислотой
Средний размер частиц	40-63 мкм
Средний диаметр пор	60 Å
Удельный Объем пор	0,8 см³/г
Удельная площадь поверхности	~ 600 м²/г
Эндкепирование	Нет (если не указано иное)
Фритта	Полиэтилен (ПЭ)

Спецификации Discovery®

Сорбент на основе силикагеля	Нерегулярная форма, сорбенты обработаны кислотой
Средний размер частиц	50 мкм
Средний диаметр пор	70 Å
Удельный Объем пор	0,9 см³/г
Удельная площадь поверхности	480 м²/г
Эндкепирование	Да (если не указано иное)
Входной фильтр	Полиэтилен (ПЭ), размер пор 20 мкм (если не указано иное)

Важность метода ТФЭ

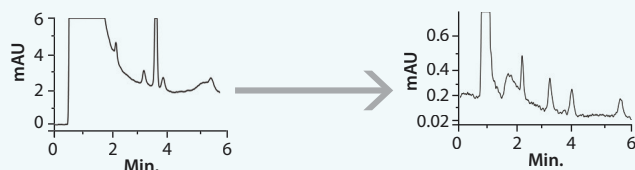
Твердофазная экстракция - это разновидность хроматографии, созданная для экстракции, разделения и/или сорбирования одного или нескольких компонентов из жидкой фазы (образец) на неподвижной фазе (сорбент или смола). За последние 25 лет ТФЭ стала одним из самых многофункциональных методов для быстрой и селективной пробоподготовки при проведении анализа методом хроматографии.

Метод ТФЭ увеличивает срок службы хроматографических систем и оптимизирует процедуру проведения качественного и количественного анализа. Кроме того, замена исходной матрицы, содержащей исследуемое вещество, на более простую и подходящую для последующего анализа, позволяет существенно снизить требования к аналитическому оборудованию.

Используйте ТФЭ для образцов, которые:

- Требуют очистки, обогащения/концентрирования компонентов, находящихся в следовых количествах, или изолирования анализируемых веществ

Рисунок 1. Образец мочи до и после очистки



Для получения более подробной информации об областях и способах применения посетите сайт: SigmaAldrich.com/spe

- Содержат частицы твердого вещества, вызывающие засоры и повышение давления в системе
- Содержат компоненты, дающие сильный фоновый сигнал, побочные пики и/или приводящие к снижению чувствительности системы
- Требуют замены матрицы или растворителя

Преимущества твердофазной экстракции:

- Возможность замены матрицы, содержащей пробу, на более совместимую с хроматографической системой форму
- Концентрирование анализируемых веществ для повышения чувствительности метода
- Устранение помех для упрощения хроматографического анализа и количественного определения
- Защита аналитической колонки от загрязнения

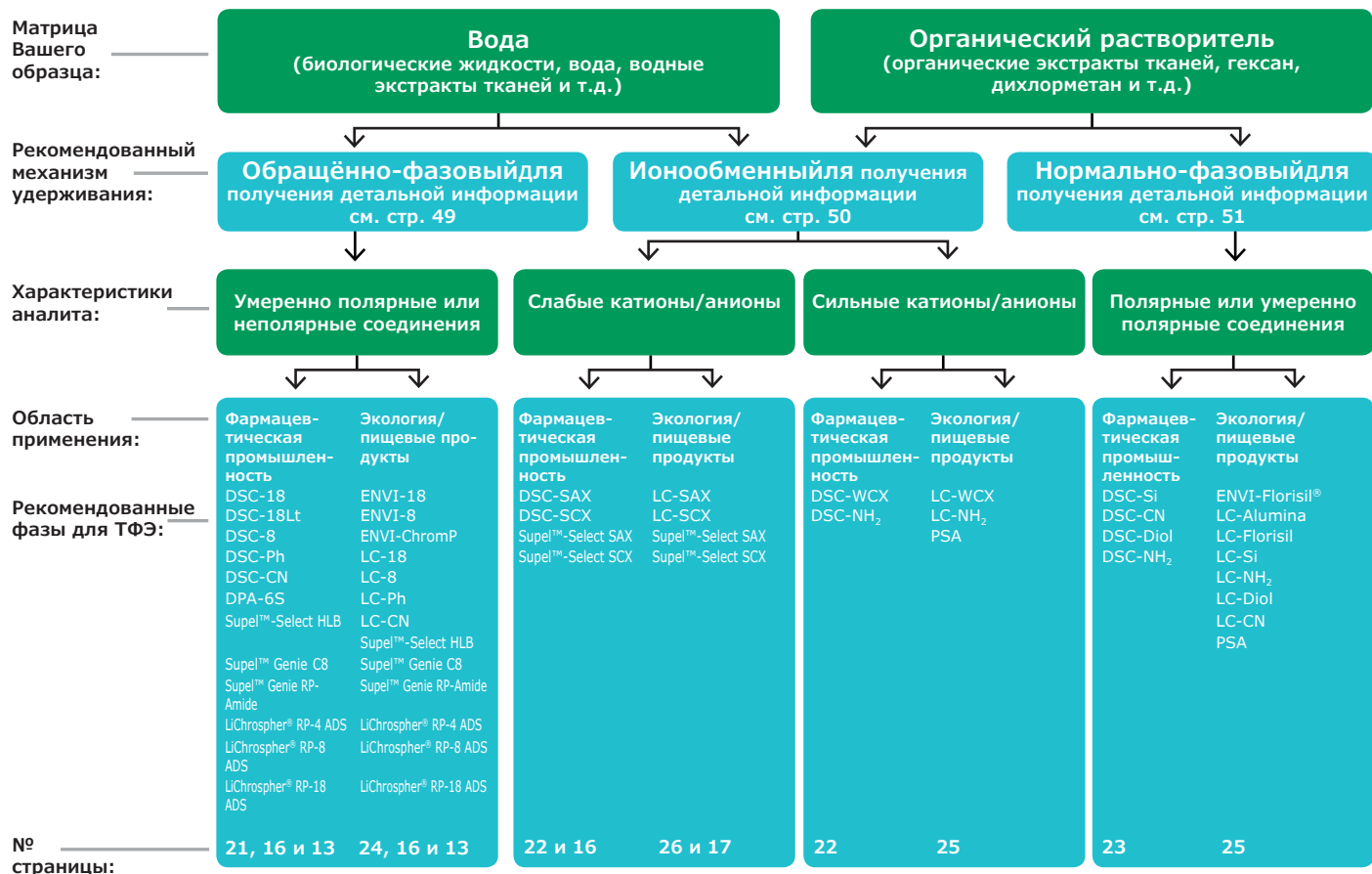
Области наиболее частого применения ТФЭ:

- Анализ фармацевтических веществ и их метаболитов в биологических жидкостях
- Анализ наркотических веществ в биологических жидкостях
- Анализ веществ, загрязняющих окружающую среду, в питьевой воде и сточных водах
- Определение пестицидов, антибиотиков или микотоксинов в пищевых продуктах/продуктах сельского хозяйства
- Деминерализация белков и пептидов
- Фракционирование липидов
- Анализ водо- и жирорастворимых витаминов

Новые и специализированные продукты

Фаза	Страница	Описание
HybridSPE®-Phospholipid	8	Сочетает в себе простоту методик осаждения белков и селективность ТФЭ для удаления целевых белков и фосфолипидов, содержащихся в биологических образцах
Supel™ Genie Online SPE	11	Автоматическое проведение ТФЭ в жидкостном хроматографе для снижения риска ошибки персонала и увеличения производительности
Supel™-Select HLB, SAX, SCX	16	Гидрофильный полимерный материал для экстракции широкого спектра анализируемых соединений из водных матриц.
EXtrelut® NT	28	Эффективный, не допускающий образования эмульсии метод экстракции твердого вещества жидкостью (твердожидкостная экстракция, ТЖЭ) с применением диатомита
Supelclean™ Ultra	33	Увеличивает степень извлечения пестицидов из сухих, сложных в работе материалов (чай, специи и пр.)
Supel® QuE Z-Sep	35	Совершенствует процедуру очистки сложных матриц, позволяя удалить больше жиров и окрашенных соединений из исследуемых экстрактов, чем традиционно используемые в методе QuEChERS материалы.
Supel™ QuE Verde	36	Увеличивает степень извлечения веществ растительного происхождения из зеленой массы
Supel™ Tox	39	Устраняет побочные сигналы при анализе микотоксинов
Supelclean™ EZ-POP NP	41	Устраняет помехи, создаваемые жирными средами, при анализе липофильных стойких органических загрязнителей (CO ₃)

Краткое руководство по выбору сорбента для ТФЭ



Специализированные фазы Supelco для ТФЭ

Применение	Отрасль	Продукт	Страница
Удаление/обогащение фосфолипидов	Ф	HybridSPE®-Phospholipid	8
Удаление фосфолипидов в формате наконечника для пипетки	Ф	Наконечники HybridSPE® DPX®	10
ТФЭ в режиме реального времени	Ф, О, Э, П	Supel™ Genie и LiChrospher® ADS	11 - 15
Экстракция широкого спектра аналитов из образцов на водной основе	Ф, О, П	Supel™-Select HLB, SAX, SCX и LiChrolut® EN	16 - 18
Полимеры с молекулярными отпечатками для ТФЭ	Ф, П, Э	SupelMIP® SPE	19 - 20
Адсорбция полярных соединений из водных или метанольных растворов	О, Э, Ф	Discovery® DPA-6S	21
Выделение основных соединений из биологических жидкостей	Ф, О	Discovery® DSC-MCAX	22
Фильтрующие диски для ТФЭ (методики Агентства по охране окружающей среды (EPA), серия 500)	Э	Диски Supelclean™ ENVI-18 и ENVI-8 DSK SPE	24
Деминерализация белков/пептидов и других макромолекул	Б	Supelclean™ LC-4 (крупнопористый)	24
Удаление или выделение полярных соединений из органических матриц	Э	Dual Layer Florisil®/Na ₂ SO ₄	25
Твердожидкостная экстракция (ТЖЭ)	Ф, П, Э, О	Extrelut® NT	28 - 30
Определение нитрозаминов в воде (Методика Агентства по охране окружающей среды № 521)	Э	Кокосовый уголь Supelclean™	31
Полярные соединения в водных растворах	Э	Supelclean™ ENVI-Carb™ Plus	31
ПХБ в трансформаторных/отработанных маслах	Э	Сульфоксид Supelclean™	31
Определение остаточных количеств пестицидов	П	Supelclean™ ENVI-Carb™	32
Определение остаточных количеств пестицидов	П	Многослойные продукты Supelclean™ для ТФЭ	32
Определение остаточных количеств пестицидов	П	Supel™ Sphere Carbon/NH ₂	34
Определение остаточных количеств пестицидов в сухих материалах (чай, специи и пр.)	П	Supelclean™ Ultra	33
Определение остаточных количеств пестицидов - QuEChERS	П	Supel™ QuE Z-Sep, Z-Sep/C18, Z-Sep+ и Verde	35 - 38
Анализ микотоксинов	П	Картриджи Supel™ Tox	39 - 40
Анализ неполярных СОЗ в пищевых маслах	П	Supelclean™ EZ-POP NP	41
Анализ сложных метиловых эфиров жирных кислот (цис/транс)	П	Discovery® Ag-Ion	42

Условные обозначения: Ф = Фармацевтическая промышленность/лекарственные препараты;
П = Пищевые продукты; Э = Экологические исследования; Б = Биологические макромолекулы; О = Общее применение

Руководство по подбору массы сорбента для картриджей ТФЭ

Выбор массы сорбента и размера картриджа

В данной таблице представлены общие правила подбора подходящего размера картриджа и массы наполнителя для ТФЭ. При оптимизации методики и устранения проблем следует определить оптимальные параметры и конфигурацию оборудования/сорбента.

Масса наполнителя	Объём картриджа	Минимальный объём элюирования	Ёмкость наполнителя*
50-100 мг	1 мл	100-200 мкл	2,5-10 мг
500 мг	3 мл	1-3 мл	25-100 мг
0,5-1 г	6 мл	2-6 мл	25-100 мг
2 г	12 мл	10-20 мл	0,1-0,2 г
5 г	20 мл	20-40 мл	1,25-2,5 г
10 г	60 мл	40-100 мл	0,5-1 г

* Данное значение зависит от природы аналита и матрицы образца. Согласно общему правилу, ёмкость сорбента составляет примерно 5% от его массы.

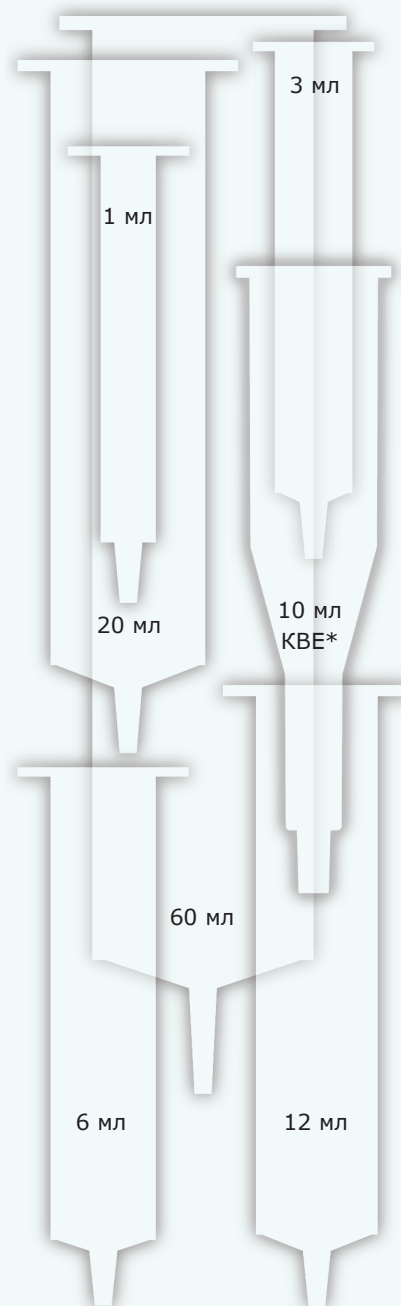
- В картриджах меньшего размера (1 мл) содержится меньшее количество сорбента. Уменьшение количества сорбента позволяет снизить объём элюирования, что может быть полезным при проведении чувствительных анализов или в случае, когда требуется дальнейшая обработка пробы (например, упаривание).
- Наиболее часто используют картриджи для ТФЭ объёмом 3 мл.
- В случае, если на одной или нескольких стадиях процесса ТФЭ требуется более 3 мл растворителя, следует использовать картриджи для ТФЭ объёмом 6 мл. В картриджах объёмом 6 мл содержится большее количество сорбента (до 1 г), что позволяет увеличить ёмкость сорбента и может быть полезно при экстракции трудноудерживаемых веществ.
- Картриджи объёмом 12, 20 и 60 мл характеризуются большим количеством сорбента и объёмом свободного пространства над продуктом, что увеличивает ёмкость картриджа. Это позволяет исследователям использовать ТФЭ для очистки исследуемых веществ или в качестве модифицированной методики жидкостной хроматографии низкого давления/флеш-хроматографии.
- Картриджи большого размера 10 мл идеально подходят для приготовления образцов большого объёма с использованием небольших количеств сорбента (25-100 мг). Отсек с наполнителем имеет тот же диаметр, что и картридж объёмом 1 мл.

Бесплатные наборы ТФЭ картриджей для разработки методик

Комплекты для разработки методик содержат набор различных фаз для ТФЭ и картриджей разного размера, идеально подходящие для разработки методики анализа. Разнообразие типов наполнителей, поставляемых в таких наборах, позволит Вам подобрать оптимальные параметры удерживания и селективности для решения Ваших задач в области пробоподготовки.

Для заказа бесплатных образцов для ТФЭ посетите страницу: SigmaAldrich.com/spe-samples

Рисунок 2. Наиболее часто используемое оборудование для ТФЭ: Полипропиленовые картриджи для ТФЭ с полиэтиленовыми входными фильтрами



* КВЕ: Картридж высокой ёмкости

Краткое руководство по подбору картриджей ТФЭ и специализированного оборудования

Дополнительные картриджи и конфигурации для ТФЭ

Стеклянные картриджи для ТФЭ с тефлоновыми и стальными входными фриттами (стр. 43)



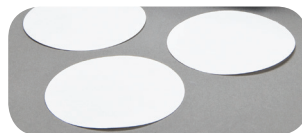
Часто используется в экологических анализах для уменьшения количества продуктов, вымываемых из ПП и ПЭ входных фриттов

Двусторонние картриджи для ТФЭ (стр. 31 и 43)



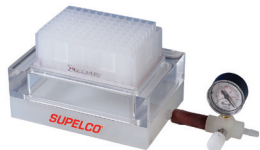
Данные картриджи для ТФЭ можно перевернуть для сокращения объема элюирования в случае анализа сильно удерживаемых соединений

Диски для ТФЭ (стр. 24: ENVI™-8 и ENVI™-18 DSK)



Позволяют увеличить скорость потока при обработке образцов большого объема.

96-луночные планшеты Discovery® для ТФЭ (стр. 21 – 23)



Для высокопроизводительной пробоподготовки

Supel™ QuE (дисперсионная ТФЭ) для метода QuEChERS (стр. 35-38)



Виалы с солями и сорбентами для дисперсионной ТФЭ.

Особые возможности

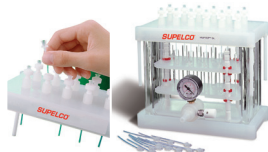
Supelco предлагает услуги индивидуального изготовления продуктов для оптимизации Вашей процедуры обработки образцов и достижения требуемых параметров пробоподготовки. Если наши стандартные продукты не отвечают Вашим требованиям к химической природе фазы, навеске наполнителя или конфигурации оборудования, посетите сайт:

[SigmaAldrich.com/custom-analytical](https://www.sigmaaldrich.com/custom-analytical)

Краткое руководство по подбору аксессуаров для ТФЭ

Манифолды для ТФЭ

Вакуумный манифолд Visiprep™ в конфигурации DL и в стандартной конфигурации (стр. 44)



В системе DL используются одноразовые лайнеры, что позволяет предотвратить перекрестное загрязнение образцов

Манифолд Visiprep™ для пяти колб (стр. 44)



Производит сбор элюата при проведении ТФЭ в круглодонные колбы для последующего выпаривания на роторном испарителе

Вакуумный манифолд Preppu™ (стр. 45)



Наиболее экономичная модель

Вакуумный манифолд PlatePrep (стр. 47)



Для 96-луночных планшетоов ТФЭ Удобно использовать для вертикальной установки колонок для ТФЭ

Держатель дисков ENVI-Disk™ (стр. 48)



Используется при работе с дисками для ТФЭ диаметром 47 мм

Устройство для работы с единичной колонкой для ТФЭ Visi-1™ (стр. 44)



Предназначено для работы с небольшим количеством образцов

Аксессуары для манифолдов ТФЭ

Дозатор Visiprep™ для образцов большого объема (стр. 45)



Для обработки больших объемов проб

Насадка для сушки Visidry™ (стр. 45)



Для сушки картриджей ТФЭ или выпаривания элюата

Адаптеры для картриджей ТФЭ и резервуаров (стр. 42)



Используется для соединения картриджей ТФЭ или для работы с картриджами ТФЭ с применением шприца; позволяет увеличить объем картриджа

Подставка для элюирования при проведении ТФЭ (стр. 45)



Штатив для проведения ТФЭ в потоке под действием силы тяжести

Колба-уловитель и перепускной клапан с манометром (стр. 46)



Дополнительные аксессуары для работы с вакуумом

Технология HybridSPE®-Phospholipid

Одновременное удаление белков и фосфолипидов

Технология HybridSPE®-Phospholipid (HybridSPE®-PL) сочетает в себе простоту методик осаждения белков и селективность ТФЭ, позволяющую удалять целевые фосфолипиды, содержащиеся в биологических образцах плазмы/сыворотки (**Рисунок 3**). В данной технологии используются частицы силикагеля, покрытые оксидом циркония, которые проявляют избирательную аффинность к фосфолипидам, оставаясь неселективными по отношению к основным, кислотным и нейтральным соединениям. Механизм связывания фосфолипидов основан на избирательном льюисовском кислотно-основном взаимодействии между специально разработанными ионами на диоксиде циркония (функционально связанными с неподвижной фазой HybridSPE®) и фосфатной группой, присутствующей во всех фосфолипидах (**Рисунок 4**).



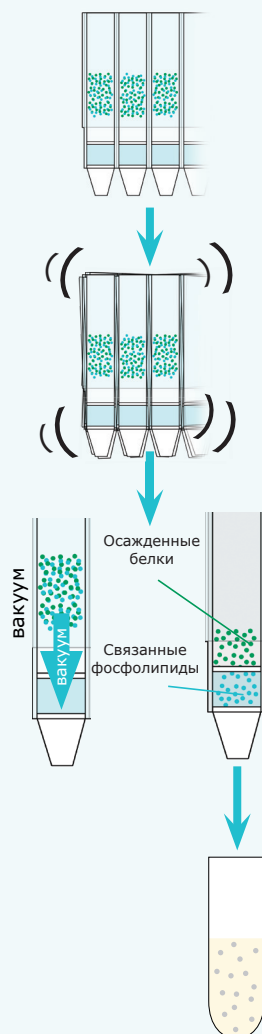
Рисунок 3. HybridSPE®-PL: Методика очистки in situ

1. Поместите 100 мкл плазмы или сыворотки на планшет HybridSPE®-PL и добавьте 300 мкл 1% раствора муравьиной кислоты в ацетонитриле для осаждения белков. При необходимости добавьте внутренний стандарт.

2. Перемешайте раствор методом встряхивания/вращения планшета HybridSPE®-PL или многократного втягивания раствора в наконечник микродозатора объемом 0,5-1 мл (например, с помощью автоматического дозатора TOMTEC Quadra).

3. Проведите вакуумирование. Фильтры/фритты, которые удерживают сорбент, действуют как глубинные фильтры для одновременного физического удаления осажденных белков и химического удаления фосфолипидов. Малые молекулы (например, фармацевтические продукты и их метаболиты) не удерживаются на данном сорбенте.

4. На выходе из системы фильтрат/элюат уже не содержит белков и фосфолипидов и готов к проведению анализа методом ЖХ-МС или ЖХ-МС/МС. Также, при необходимости, полученный раствор можно подвергнуть выпариванию и повторному разведению.



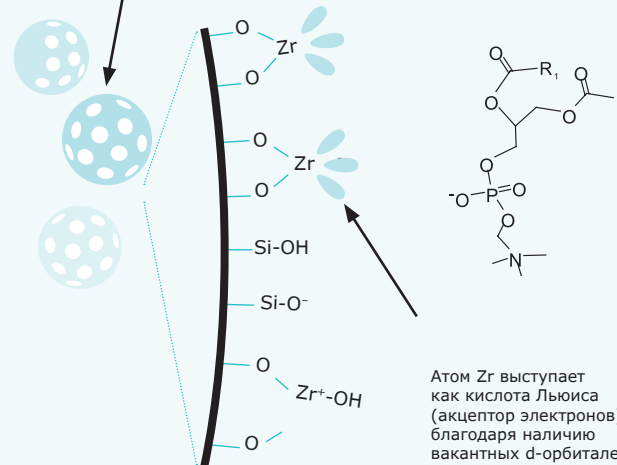
Характеристики и преимущества

- Объединяет процедуры осаждения белков и твердофазной экстракции в одну
- Характеризуется простотой процедуры осаждения белков
- Позволяет избирательно удалять фосфолипиды благодаря льюисовскому кислотно-основному взаимодействию
- Общая процедура в 2-3 стадии
- Типичная степень удаления фосфолипидов и осаждения белков превышает 98%
- Методика практически не требует доработки
 - Выполняется в формате 96-луночных планшетов или стандартного картриджа
 - Формат дисперсионных наконечников для 96-луночных планшетов (DPX®) и online картриджи (Supel™ Genie) представлены на стр. 11-12

Рисунок 4. Льюисовское кислотно-основное взаимодействие между оксидом циркония HybridSPE® и фосфолипидами

Силикагель с покрытием из оксида циркония, изготовленный по патентованной технологии HybridSPE®

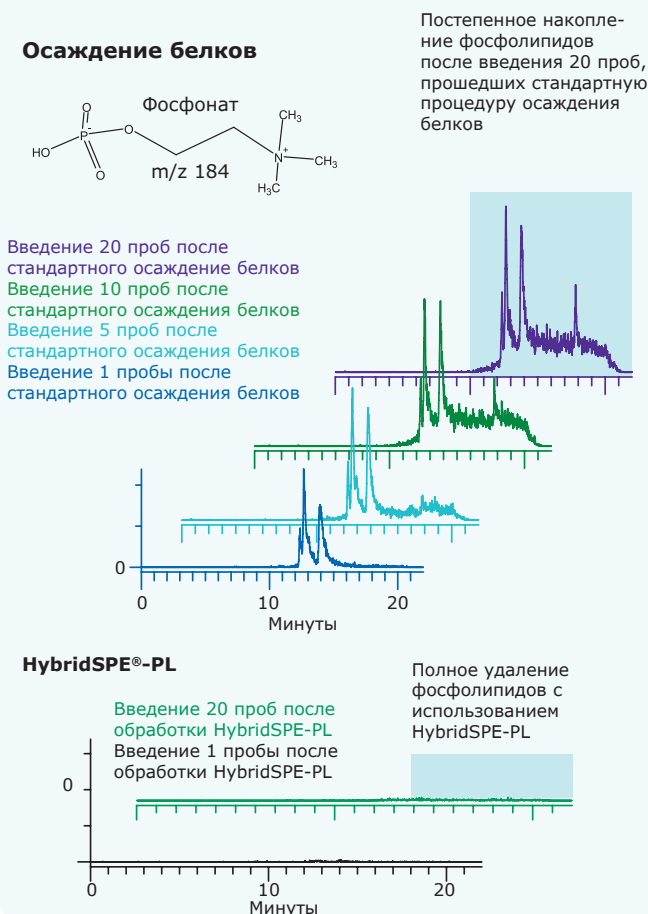
Фосфатная группа, содержащаяся в фосфолипидах, является сильным основанием Льюиса (донор электронов) и взаимодействует с атомами Zr, нанесенными на поверхность силикагеля.



Накопление фосфолипидов в колонках для ЖХ

С развитием технологии ЖХ-МС многие аналитики стали сокращать время анализа путем использования баллистического градиента и сорбентов с размером частиц менее 2 мкм. При использовании стандартной методики осаждения белков (например, в смесях состава плазма:ацетонитрил=1:3 по объёму) программы с баллистическим градиентом для очистки колонки от фосфолипидов зачастую приводят к получению неудовлетворительных результатов. В результате происходит накопление фосфолипидов в колонке (Рисунок 5), способное влиять на время удерживания и селективность определения компонентов методом ЖХ. Кроме того, возможно дальнейшее неконтролируемое элюирование фосфолипидов, приводящее к непредсказуемым реакциям подавления ионов и общему снижению воспроизводимости результатов. На рисунке 5 приведено сравнение результатов, полученных в серии исследований методом ЖХ-МС в условиях обращенно-фазового градиентного элюирования после стандартной процедуры осаждения белков и после взаимодействия с HybridSPE®-PL. В ходе каждого опыта отслеживали пики с m/z 184, относящиеся к фосфонатной группе фосфолипидов. В отличие от традиционных методик осаждения, в которых для отделения денатурированных белков применяется центрифугирование или фильтрование, 96-луночные планшеты HybridSPE® содержат в себе набор фильтров, позволяющих пользователям удалять одновременно белки и фосфолипиды, тем самым замедляя рост противодавления в колонке, наблюдаемый при проведении стандартной процедуры осаждения, в частности, с использованием колонок для ВЭЖХ, наполненных частицами размером <2 мкм, более подверженных засорению, чем колонки с более крупными частицами (2,7-5,0 мкм) (Рисунок 5).

Рисунок 5. Исследование контрольных образцов плазмы после стандартной процедуры осаждения белков и после обработки HybridSPE®-PL методом ЖХ-МС в условиях градиентного обращенно-фазового элюирования.

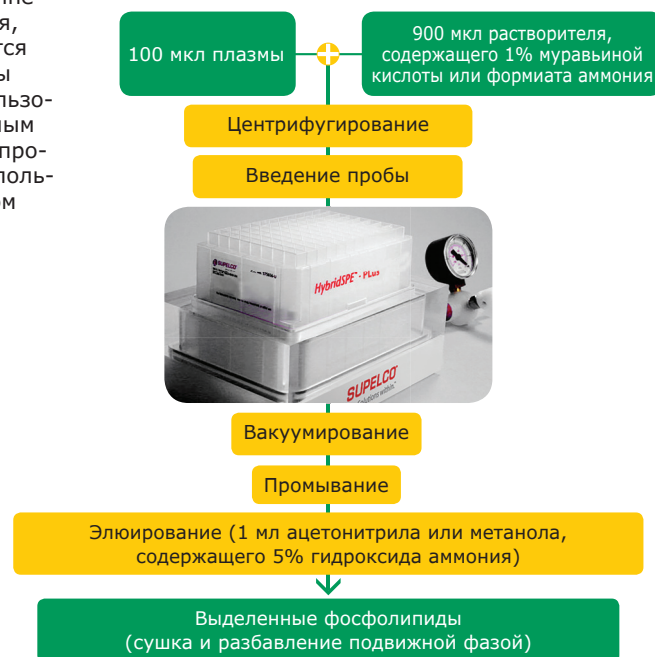


Для получения подробной информации посетите веб-сайт:
SigmaAldrich.com/hybridspe-pl

Обогащение фосфолипидов с использованием технологии HybridSPE®-Phospholipid

Несмотря на то, что технологию HybridSPE®-Phospholipid обычно используют для удаления мешающих фосфолипидов из биологических образцов, люкисовское взаимодействие можно применить для выделения фосфолипидов из образцов для качественного и количественного анализа. Фосфолипиды, связанные с сорбентом, легко смыть жидкостью со щелочной реакцией среды, например, раствором гидроксида аммония. Процессы связывания и элюирования при обогащении фосфолипидов схематично показаны в приведенной ниже блок-схеме.

Рисунок 6. Блок-схема эксперимента по выделению фосфолипидов из плазмы крови кролика



Описание	Кол-во	Кат. №
Планшеты		
96-луночный планшет HybridSPE®-PLus, навеска 50 мг	1	575659-U
	20	575673-U
96-луночный планшет малой ёмкости HybridSPE®-PL, навеска 15 мг	1	52794-U
	20	52798-U
Набор HybridSPE®-PLus 96-Well Plate Essentials Kit (включает: 96-луночный планшет (масса навески 50 мг), 1 защитная крышка, 1 защитный мат, уплотнительная пленка, поддон для сбора элюата)	1	52818-U
Картриджи для ТФЭ		
Картридж HybridSPE®-PL Ultra, 30 мг/1 мл	100	55269-U
Картридж HybridSPE®-PL, 30 мг/1 мл	100	55261-U
	200	55276-U
Картридж HybridSPE®-PL, 500 мг/6 мл	30	55267-U
Аксессуары для планшетов		
Защитный мат для планшета HybridSPE®-PLus с круглыми лунками, прокалываемый	50	575680-U
Поддон для сбора элюата для планшета HybridSPE®-PLus с 96 круглыми/глубокими лунками, полипропиленовая	60	2717266
Уплотнительные пленки для 96-луночных планшетов с шаблонными прорезями	100	2721581
Вакуумный коллектор PlatePrep	1	57192-U
96-луночный фильтрующий планшет для осаждения белка (для проведения отдельной стадии осаждения)	1	55263-U

Автоматизация процедуры ТФЭ с помощью наконечников HybridSPE® DPX®

Экстракция за несколько секунд

Маркировка DPX® расшифровывается как Dispersive Pipette EXtraction (дисперсная экстракция в пипетке). Наконечники HybridSPE® DPX® - это наконечники для пипетки, содержащие незафиксированный сорбент HybridSPE®, который смешивается с раствором образца при отборе пробы и участвует в процессе твердофазной экстракции. Технология HybridSPE® - это простая и универсальная платформа для осуществления пробоподготовки, разработанная для удаления большей части эндогенных примесей фосфолипидов из биологических образцов - плазмы и сыворотки - перед проведением анализа методом ЖХ-МС или ЖХ-МС/МС (см. страницу 8).

В рамках данной несложной процедуры в первую очередь проводят осаждение белка из образца плазмы или сыворотки путем перемешивания пробы с подкисленным ацетонитрилом. Затем денатурированные белки отделяют центрифугированием, а полученный надосадочный раствор экстрагируют, используя наконечники HybridSPE® DPX®, которые действуют как химически активные фильтры для избирательного удаления эндогенных фосфолипидов из образца.

Механизм связывания фосфолипидов основан на избирательном льюисовском кислотно-основном взаимодействии между специально разработанными ионами на поверхности диоксида циркония, функционально связанными с неподвижной фазой HybridSPE® и фосфатной группой, присутствующей во всех фосфолипидах. На выходе из системы фильтрат/элюат готов к немедленному проведению анализа методом ЖХ/МС или ЖХ-МС/МС.

Какой объём наконечников выбрать?

Руководство по выбору объёма пробы и осаждающего реагента для системы HybridSPE®-PL		
	Наконечники с навеской 30 мг	Наконечники с навеской 50 мг
Плазма/сыворотка	30-100 мкл	100-300 мкл
Осаждающий реагент	90-300 мкл	300-900 мкл

Рисунок 7. Наконечники HybridSPE® DPX®



Уникальный метод смешения обладает многочисленными преимуществами:

- Минимальный объём растворителя для элюирования
- Быстрая экстракция (менее 3 минут на образец/лунку)
- Высокая эффективность экстракции
- Лёгкость проведения экстракции
- Низкая себестоимость анализа
- Высокая производительность
- Минимальная потребность в обучении персонала
- Бережное отношение к окружающей среде

Описание	Кол-во	Кат. №
Наконечник HybridSPE® DPX®, 30 мг, Tecan® 200 мкл	96	52973-U
Наконечник HybridSPE® DPX®, 50 мг, Tecan® 1 мл	96	52974-U
Наконечник HybridSPE® DPX®, 30 мг, Hamilton® 300 мкл	96	52977-U
Наконечник HybridSPE® DPX®, 50 мг, Hamilton® 1 мл	96	52978-U
Наконечник HybridSPE® DPX®, 30 мг, Integra 300 мкл	96	52979-U
Наконечник HybridSPE® DPX®, 50 мг, Integra 1250 мкл	96	52980-U
Наконечник HybridSPE® DPX®, 30 мг, Universal 1 мл	96	52981-U
Наконечник HybridSPE® DPX®, 50 мг, Universal 1 мл	96	52982-U

Автоматизированные системы для ТФЭ

Карtridge Supel™ Genie Online для автоматизированной ТФЭ

Карtridge Supel™ Genie Online для автоматизированной ТФЭ представляют собой систему пробоподготовки, позволяющую организовать непрерывный технологический процесс с использованием жидкостного хроматографа, автоматизированный от начала до конца. Пробы вводятся напрямую в cartridge для ТФЭ, установленный на жидкостном хроматографе, что позволяет упростить анализ и минимизировать вмешательство персонала.

Как автоматизация процесса твердофазной экстракции может Вам помочь?

- Технологический процесс без вмешательства персонала
- Исключение вероятности ошибки оператора
- Снижение себестоимости анализа
- Автоматизация процесса позволяет увеличить производительность и добиться высокой воспроизводимости результатов
- Соблюдение чистоты проб обеспечивает:
 - Более длительный срок службы колонки
 - Сокращение времени простоя оборудования
 - Получение более точных и воспроизводимых данных

В настоящее время мы предлагаем три типа фаз:

- **HybridSPE®** - для полного удаления фосфолипидов (основной причины проявления влияния матрицы) из биологических образцов (см. описание механизма выше).
- **C8** - для обращённо-фазовой экстракции гидрофобных, неполярных или умеренно полярных соединений
- **RP-Amide** - для обращённо-фазовой экстракции неполярных или полярных соединений. По сравнению с алкильными фазами, RP-Amide обладает улучшенными параметрами удерживания и эффективности по отношению к полярным анализам, особенно к тем, которые склонны к образованию водородных связей.

Рисунок 8. Базовый набор для автоматизированной системы Supel™ Genie HybridSPE® (55324-U)



Рисунок 9. Карtridge для проведения автоматизированной ТФЭ Supel™ Genie C8 online, 2 шт/уп. (55512-U)



Картриджи Supel™ Genie Online для автоматизированной ТФЭ

Фаза HybridSPE® позволяет полностью удалить примеси фосфолипидов, содержащиеся в биологических образцах:

Рисунок 10. Фосфолипиды в образце плазмы крови до пропускания через картридж Supel™ Genie HybridSPE® Online (введение 1 й пробы)

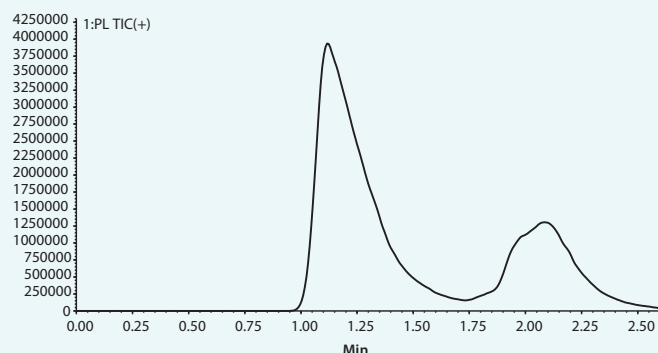
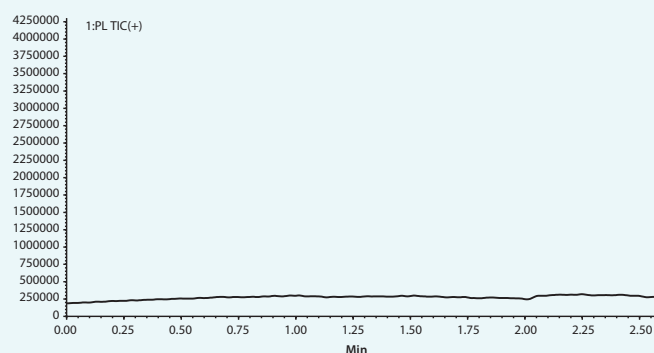


Рисунок 11. Фосфолипиды в образце плазмы крови после пропускания через картридж Supel™ Genie HybridSPE® Online (введение 120 й пробы)



Узнайте о других способах применения на сайте: SigmaAldrich.com/onlinespe

В комплект стартового набора входит многоразовый держатель, который подходит для любого картриджа Supel™ Genie, а также один картридж с выбранным типом наполнителя. В состав дополнительных наборов входят только картриджи.

Продукты HybridSPE®

Описание	Кат. №
Стартовый набор Supel™ Genie HybridSPE® Online	55324-U
Картриджи для проведения автоматизированной ТФЭ Supel™ Genie HybridSPE® Online, 2 шт./уп.	55326-U
Картриджи для проведения автоматизированной ТФЭ Supel™ Genie HybridSPE® Online, 6 шт./уп.	55327-U

Продукты RP-Amide и C8

Описание	Кат. №
Стартовый набор Supel™ Genie RP-Amide Online	55516-U
Картриджи для проведения автоматизированной ТФЭ Supel™ Genie RP-Amide Online, 2 шт./уп.	55519-U
Картриджи для проведения автоматизированной ТФЭ Supel™ Genie RP-Amide Online, 6 шт./уп.	55522-U
Стартовый набор Supel™ Genie C8 Online	55274-U
Картриджи для проведения автоматизированной ТФЭ Supel™ Genie C8, 2 шт./уп.	55512-U
Картриджи для проведения автоматизированной ТФЭ Supel™ Genie C8, 6 шт./уп.	55515-U



Нужна помощь в выборе? Нужна информация об установке?

Наша служба технической поддержки будет счастлива помочь Вам.

Напишите нашим экспертам: techserv@sial.com

Для получения подробной информации посетите веб-сайт: SigmaAldrich.com/onlinespe

LiChrospher® ADS Online картриджи для автоматической пробоподготовки

Система LiChrospher® ADS позволяет проводить прямую экстракцию и обогащение гидрофобных, низкомолекулярных аналитов из необработанных проб, таких как гемолизованная кровь, плазма, сыворотка, молоко, слюна, ферментативный бульон, надосадочные растворы клеточных культур и тканей, а также гомогенизированные образцы пищевых продуктов.

Сорбенты LiChrospher® ADS принадлежат к семейству материалов ограниченного доступа (RAM, restricted access materials), обладающими двумя типами поверхности: гидрофильной внешней поверхностью и гидрофобной внутренней поверхностью. Экстракция и фракционирование основаны на одновременном протекании двух хроматографических процессов: обращённо-фазовая/ионопарная хроматография и гель-проникающая хроматография.

Технические характеристики LiChrospher® ADS

Характеристики сорбента:	Сферические частицы силикагеля с двумя типами модификации поверхности	
Модификации поверхности	1. Внешняя поверхность	Модификация DIOL
	2. Внутренняя поверхность (поверхность пор)	Модификации C-4, C-8 или C-18
ADS	Alkyl-DIOL-Silica	
Размер частиц	25 мкм	
Диаметр пор	60 Å (6 нм)	
Стабильность	pH 2-7,5	

Краткий обзор преимуществ LiChrospher® ADS

- Экономит время и деньги: Большое количество циклов анализа, прямой ввод необработанных биологических жидкостей и полная автоматизация увеличивают срок службы колонки и значительно сокращают затраты времени на анализ.
- Увеличенная прецизионность, точность и чувствительность анализа
- Количественное удаление белков матрицы
- Обогащение аналитов непосредственно в колонке



Рисунок 12. LiChrospher® ADS для прямой автоматизированной пробоподготовки

Области применения LiChrospher® ADS

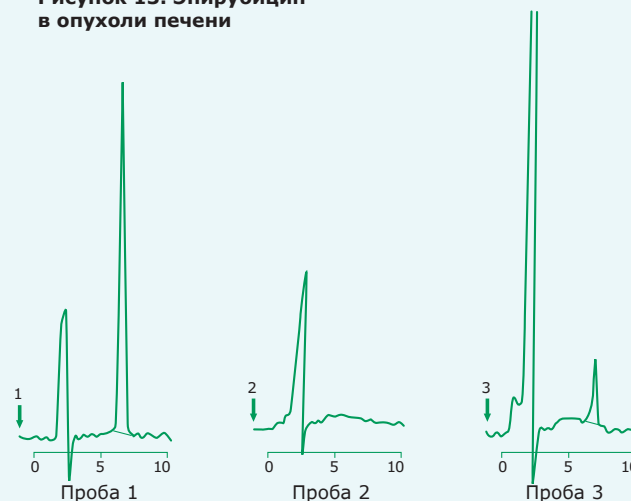
Эпирубицин в тканях опухоли печени

Предколонка	LiChrospher® RP-4 ADS, 20 x 4 мм внутр. диаметр.	
Аналитическая колонка	LiChrospher® 60 RP-select B, 250 x 4 мм внутр. диаметр	
Скорость потока	1 мл/мин	
Загрузка	Вода 95%, метанол 5%	10 мин
Перенос	Ацетонитрил 30%, вода 70% (добавка 0,1% триэтиламина, pH 2,0 с TCA)	5 мин
Разделение	Ацетонитрил 30%, вода 70% (добавка 0,1% триэтиламина, pH 2,0 с TCA)	10 мин
Детектор	Флуоресцентный, Ex 445 нм, Em 560 нм	

Проба (50 мкл)

1. Стандарт: 4'-Эпирубицина гидрохлорид, 31 мг/мл
2. Центрифугат гомогенизированного препарата печени (белок), 207 мг/мл
3. Центрифугат гомогенизированного препарата опухоли печени (белок) после химиоэмболизации эмульсией липиодол/4'-эпирубицина гидрохлорид, 1,34 мг/мл

Рисунок 13. Эпирубицин в опухоли печени



См. результаты в таблице слева

LiChrospher® ADS картриджи для автоматической пробоподготовки

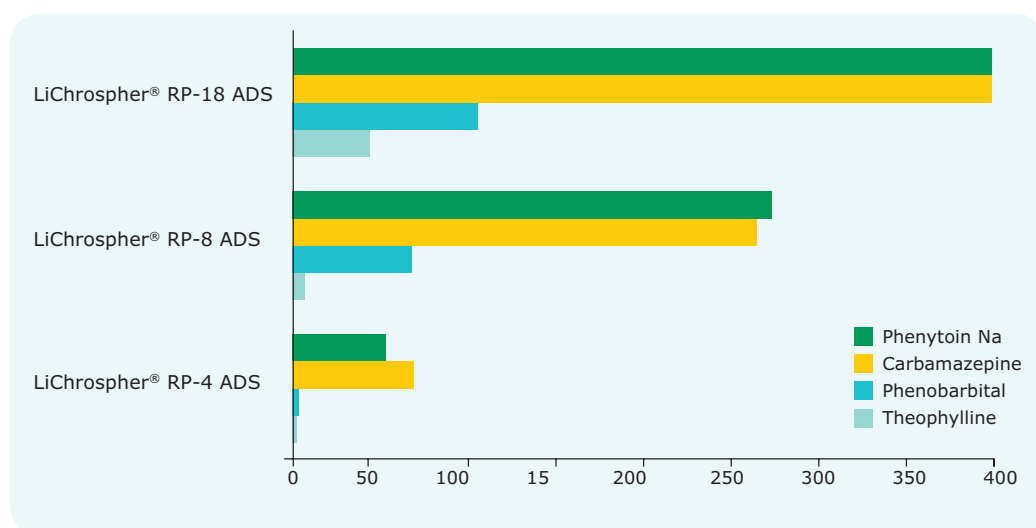
Выберите подходящую колонку

Внутренняя поверхность пористых частиц полностью покрыта гидрофобной дисперсной фазой (алкильные цепочки из 4, 8 и 18 углеродных атомов). Эти адсорбционные центры легко доступны для низкомолекулярных аналитов. Благодаря проявлению классических свойств сорбентов для обращённо-фазовой хроматографии, сорбенты LiChrospher® RP ADS могут также быть использованы для ионопарной хроматографии.

Это означает, что существует возможность обогащения и экстракции заряженных соединений за счет добавления подходящего ионопарного реагента (например, октансульфоновой кислоты) в подвижную фазу.

Рисунок 14. Доступны три типа картриджей LiChrospher® ADS, различающиеся гидрофобностью, а также параметрами удерживания и экстракции по отношению к неполярным соединениям.

LiChrospher® RP-4 ADS	LiChrospher® RP-8 ADS	LiChrospher® RP-18 ADS
Гидрофобные аналиты		Гидрофильные аналиты



Выбор картриджа LiChrospher® RP ADS с более низкой гидрофобностью может оказать положительное влияние на проведение стадии переноса пробы. Например, если перенос пробы осуществляется с использованием картриджа LiChrospher® RP-8 ADS, а разделение - с использованием ВЭЖХ колонки RP-18, то можно снизить количество органического модификатора, используемого для элюирования, с тем, чтобы обогатить/собрать фракцию переносимого аналита в верхней части колонки.

LiChrospher® RP-4 ADS

Описание	Размер частиц	Длина	Внутренний диаметр	Кол-во	Кат. №
LiChrospher® RP-4 ADS	25 мкм	25 мм	2 мм	1 шт	1.50380.0001
LiChrospher® RP-4 ADS	25 мкм	25 мм	2 мм	3 шт	1.50381.0001
LiChrospher® RP-4 ADS	25 мкм	25 мм	4 мм	3 шт	1.50208.0001
Набор картриджей LiChrospher® RP-4 ADS	25 мкм	25 мм	4 мм	1 LiChrospher® RP-4 ADS 1 держатель manu-CART® 25-4	1.50206.0001

LiChrospher® RP-8 ADS

Описание	Размер частиц	Длина	Внутренний диаметр	Кол-во	Кат. №
LiChrospher® RP-8 ADS	25 мкм	25 мм	2 мм	1 шт	1.50382.0001
LiChrospher® RP-8 ADS	25 мкм	25 мм	4 мм	3 шт	1.50209.0001
Набор картриджей LiChrospher® RP-8 ADS	25 мкм	25 мм	4 мм	1 LiChrospher® RP-8 ADS 1 держатель manu-CART® 25-4	1.50207.0001

LiChrospher® RP-18 ADS

Описание	Размер частиц	Длина	Внутренний диаметр	Кол-во	Кат. №
LiChrospher® RP-18 ADS	25 мкм	25 мм	2 мм	1 шт	1.50385.0001
LiChrospher® RP-18 ADS	25 мкм	25 мм	2 мм	3 шт	1.50386.0001
LiChrospher® RP-18 ADS	25 мкм	25 мм	4 мм	3 шт	1.50947.0001
Набор картриджей LiChrospher® RP-18 ADS	25 мкм	25 мм	4 мм	1 LiChrospher® RP-18 ADS 1 держатель manu-CART® 25-4	1.50187.0001

Набор картриджей и аксессуаров LiChrospher® ADS

Описание	Размер частиц	Длина	Внутренний диаметр	Кол-во	Кат. №
Набор картриджей LiChrospher® ADS	25 мкм	25 мм	4 мм	1 LiChrospher® RP-4 ADS 1 LiChrospher® RP-8 ADS 1 LiChrospher® RP-18 ADS 1 держатель manu-CART® 25-4	1.50210.0001
Проходной фильтр LiChrospher® ADS (набор для замены)	25 мкм	–	–	5 шт	1.51192.0001
Держатель внутреннего фильтра	25 мкм	–	–	1 шт	1.51193.0001
Фильтрующий вкладыш	2 мкм	–	–	10 шт	1.51194.0001

Рассыпной наполнитель LiChrospher® ADS

Описание	Размер частиц	Навеска наполнителя	Упаковка	Кат. №
LiChrospher® RP-4 ADS	25 мкм	10 г	Пластиковый флакон	1.50349.0010

Для получения подробной информации посетите веб-сайт: SigmaAldrich.com



Полимерные фазы для ТФЭ

Supel™-Select

Характеристики и преимущества

- Подходит для экстракции и извлечения широкого спектра анализируемых соединений из водных матриц
- Снижает подавление ионов
- Подходит для общепринятых методов
- Устойчив к высыханию, что повышает воспроизводимость
- Низкое содержание экстрагируемых веществ (по данным УФ- и МС-анализа)
- Производство и технический контроль в соответствии со строгими нормами
- Повышенная емкость для уменьшения объема элюирования

Гидрофильно-липофильные и ионообменные фазы для широкого круга задач и значений pH

Полимерные фазы для ТФЭ Supel™-Select SPE идеально подходят для экстракции широкого спектра соединений из водных матриц. Несмотря на то, что механизмы удерживания в фазе Supel™-Select HLB определяются главным образом обращённо-фазовыми взаимодействиями, а в фазах Supel™-Select SAX и SCX - обменом ионов, гидрофильные модификации основной цепи полимера на базе стирола позволяют также осуществлять удерживание и извлечение более полярных соединений.

Химическая природа фазы HLB:	Полистирол с гидрофильными группами
Химическая природа фазы SAX:	Полистирол с гидрофильными группами, модифицированный четвертичными аминными группами; противоион - Cl ⁻
Химическая природа фазы SCX:	Полистирол с гидрофильными группами, модифицированный сульфокислотными группами; противоион - H ⁺
Диапазон pH:	0-14
Размер частиц:	50-70 мкм
Пригодны для МС-анализа:	Да
Удельная площадь поверхности:	160-420 м²/г
Удельный объём пор:	0,8-1,2 мл/г
Размер пор:	80-200 Å

Высокая и воспроизводимая степень извлечения

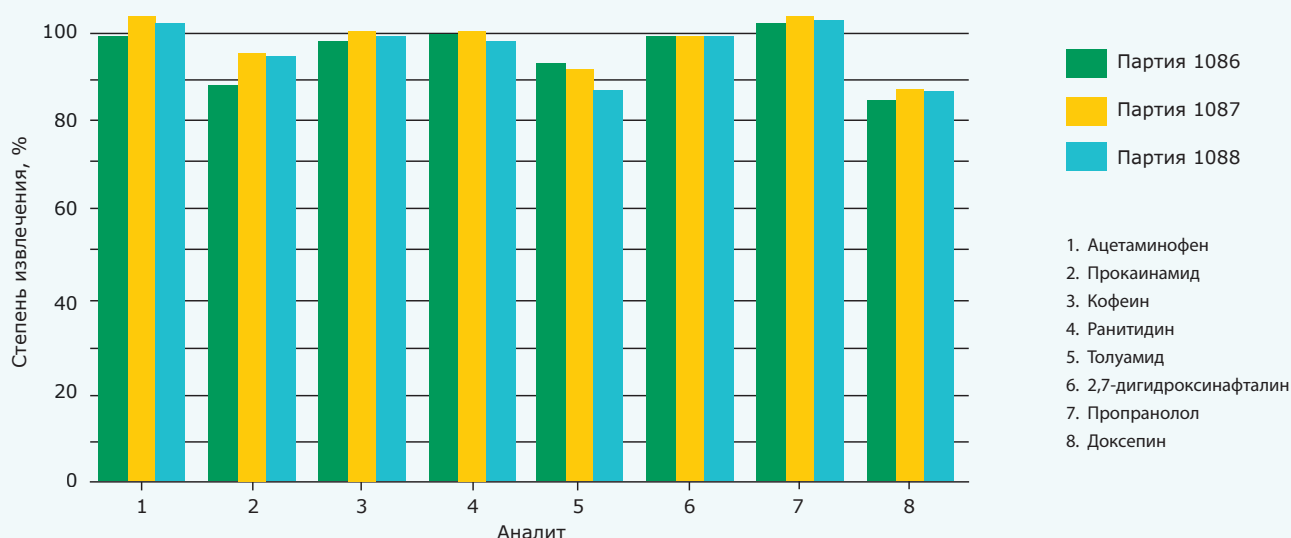
Сорбенты Supel™-Select HLB для ТФЭ, обладающие сбалансированными гидрофильными и липофильными свойствами, позволяют использовать один сорбент и универсальную методику для экстракции широкого спектра соединений. Степень извлечения аналитов стабильно высока для всех аналитов, использованных при проведении испытаний, а полученные для трёх промышленных партий результаты характеризуются высокой воспроизводимостью (см. график ниже).

Рисунок 16. Ассортимент продукции Supel™-Select



SigmaAldrich.com/supel-select

Рисунок 15. Степени извлечения аналитов на Supel™-Select HLB



Область применения: Выделение и описание методом ЖХ-МС запрещенных препаратов («солей»), содержащихся в моче

Продemonстрирована возможность определения «солей для ванн» в образцах мочи путем пробоподготовки с применением полимерного сорбента для ТФЭ и последующим исследованием методом жидкостной хроматографии на основе гидрофильных взаимодействий и времяпролетным масс-спектрометрическим детектированием. Для обработки и очистки образцов мочи был использован ТФЭ-сорбент Supel™-Select SCX. Селективное удерживание компонентов «солей для ванн» в картридже SCX основано на реакции ионного обмена между анионной функциональной группой SCX и функциональными группами исследуемых веществ, обладающими основными свойствами. Сильное ионное взаимодействие сорбента с аналитами позволяет использовать растворители с высоким содержанием органических групп для замещения исходной матрицы, обеспечивая надежное удерживание аналитов.

Элюирование «солей» происходит при добавлении органического растворителя с основными свойствами. Данный подход позволяет получать образцы высокой степени очистки.

На рисунке ниже показаны пики ионов, характерных для компонентов «солей», наблюдаемые в образцах мочи с добавлением стандартов после очистки методом ТФЭ (выделено желтым цветом), в разбавленном образце мочи без очистки (выделено зеленым цветом) и в контрольном образце мочи после очистки сорбентом SCX (выделено синим цветом). Следует отметить, что на хроматограмме образца мочи с добавками стандартов «солей для ванн» после очистки методом ТФЭ не наблюдается сторонних пиков. Таким образом, было получено свидетельство эффективности очистки образцов сорбентом SCX и последующего повышения робастности и достоверности аналитической методики.

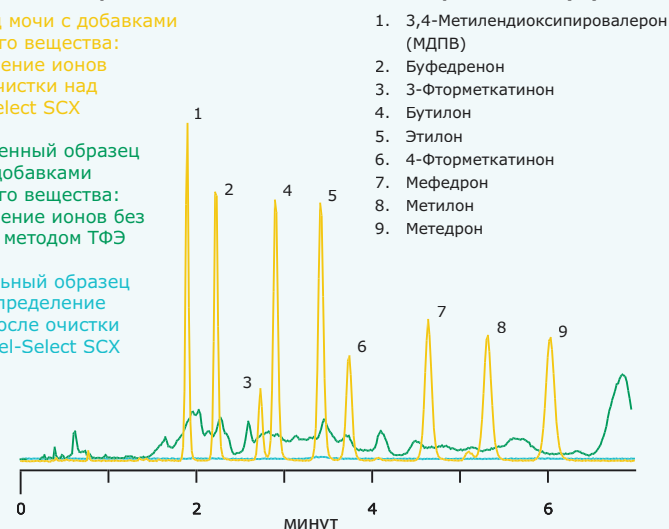
Рисунок 17. Определение катионов («солей для ванн») методом ЖХ-МС с применением колонки Ascentis® Express HILIC (Si)

Образец/матрица:	1 мл мочи с добавлением 100 нг/мл смеси стандартов «солей для ванн»
Картридж ТФЭ:	Supel™-Select SCX, 30 мг/1 мл (54240-U)
Кондиционирование:	1 мл 1% раствора муравьиной кислоты в ацетонитриле, 1 мл воды
Введение образца:	1 мл мочи с добавлением стандарта
промывание:	1 мл воды, 1 мл 1% раствора муравьиной кислоты в ацетонитриле, 1 мл воды
элюирование:	2 мл 10% раствора гидроксида аммония в ацетонитриле
колонка:	Ascentis® Express HILIC (Si), 10 см x 2,1 мм внутр.диам., 2,7 мкм (53939-U)
подвижная фаза:	(А) 5 ммоль/л формиата аммония в ацетонитриле; (В) 5 ммоль/л формиата аммония в воде (98:2, А:В)
скорость потока:	0,6 мл/мин
давление:	127 бар
температура колонки:	35 °C
детектор:	Масс-спектрометрический, электрораспылительная ионизация, 100-1000 m/z
объем пробы:	1 мкл
образец:	200 нг/мл в ацетонитриле

Образец мочи с добавками активного вещества: определение ионов после очистки над Supel-Select SCX

Разбавленный образец мочи с добавками активного вещества: определение ионов без очистки методом ТФЭ

Контрольный образец мочи: определение ионов после очистки над Supel-Select SCX



96-луночные планшеты

Описание	Кол-во	Кат. №
96-Луночный планшет для ТФЭ Supel™-Select HLB		
10 мг/лунока	1	По запросу
30 мг/лунока	1	575661-U
60 мг/лунока	1	575662-U
96-Луночный планшет для ТФЭ Supel™-Select SAX		
10 мг/лунока	1	По запросу
30 мг/лунока	1	575660-U
60 мг/лунока	1	575663-U
96-Луночный планшет для ТФЭ Supel™-Select SCX		
10 мг/лунока	1	По запросу
30 мг/лунока	1	575664-U
60 мг/лунока	1	575665-U

Для получения подробной информации посетите веб-сайт:
SigmaAldrich.com/supel-select

Картриджи для ТФЭ:

Описание	Кол-во	Кат. №
Supel™-Select HLB SPE		
30 мг/1 мл	100	54181-U
60 мг/3 мл	50	54182-U
200 мг/6 мл	30	54183-U
500 мг/12 мл	20	54184-U
1 г/20 мл	20	54186-U
Supel™-Select SAX SPE		
30 мг/1 мл	100	54231-U
60 мг/3 мл	50	54233-U
200 мг/6 мл	30	54235-U
500 мг/12 мл	20	54236-U
1 г/20 мл	20	54237-U
Supel™-Select SCX SPE		
30 мг/1 мл	100	54240-U
60 мг/3 мл	50	54241-U
200 мг/6 мл	30	54242-U
500 мг/12 мл	20	54243-U
1 г/20 мл	20	54245-U

LiChrolut® EN

Полимерный наполнитель высокой ёмкости для ТФЭ

Смола LiChrolut® EN была разработана для определения очень полярных органических соединений в рамках экологических исследований. По сравнению с сорбентами для ТФЭ на основе силикагеля, смола LiChrolut® EN характеризуется в десять раз большей ёмкостью. Таким образом, для обеспечения воспроизводимых результатов экстракции и высокой степени извлечения аналита требуется меньшее количество сорбента.

Характеристики и преимущества

- Возможность использования распространенных растворителей, буферных растворов, кислот и оснований во всём диапазоне значений pH.
- Экономия растворителей
- Экономия времени
- Увеличенная чувствительность

Спецификации на LiChrolut® EN

Тип сорбента	Поливинилэтилбензол, сшитый дивинилбензолом
Форма частиц	Неоднородная
Распределение частиц по размерам	40 - 120 мкм
Удельная поверхность	1,200 м²/г (по методу БЭТ)
Удельный объём пор	0,75 мл/г
Стабильность	pH 1 - 13
Ёмкость	500 мг кофеина / 1 г сорбента (модельный полярный аналит) 500 мг диизодецилфталата (ДИДФ) / 1 г сорбента (модельный неполярный аналит)

Продукты LiChrolut® EN

Описание	Кол-во	Кат. №
LiChrolut® EN (40 - 120 мкм)		
200 мг/3 мл	30	1.19693.0001
200 мг/3 мл *	30	1.19870.0001
500 мг/6 мл	30	1.19691.0001
200 мг/6 мл	30	1.19941.0001
LiChrolut® EN / RP-18 (верхний слой)		
100/200 мг/6 мл	30	1.19912.0001
LiChrolut® EN (40 - 120 мкм) (основная масса)		
20 г	1	1.19853.0020

* стеклянная колонка для ТФЭ



SupelMIP® SPE

Полимеры для ТФЭ на основе молекулярного отпечатка

Характеристики и преимущества

- Снижение порога обнаружения и превосходная селективность
- Снижение подавления ионов
- Методика практически не требует доработки, что позволяет сократить время пробоподготовки
- Стабильность в широком диапазоне pH и при высоких температурах

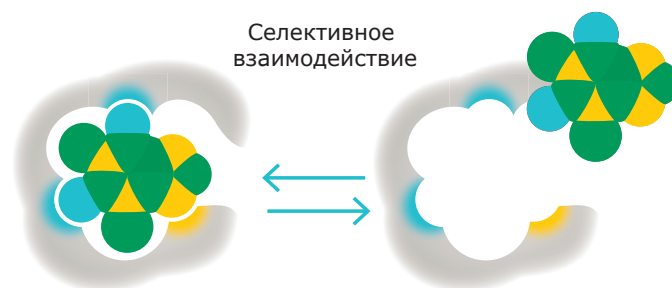
Линейка SupelMIP® представлена полимерами с высокой степенью шивки, разработанными для экстракции отдельных аналитов или классов структурно схожих аналитов с непревзойденной селективностью. Высокая избирательность экстракции закладывается на стадии синтеза полимеров на основе молекулярного отпечатка, в ходе которой специально разработанные молекулы-шаблоны, моделирующие структуру будущего аналита, используются для создания полостей специфической формы или отпечатков, обладающих стерической или химической комплементарностью к нужным аналитам.

При разработке структуры отпечатков, проводимой методом молекулярного моделирования, экспериментальным путём или методом подбора, в полостях, в которых происходит удерживание аналита, могут быть использованы различные принципы взаимодействия (ионный обмен, обращенно-фазовое взаимодействие с основной цепью полимера или образование водородной связи). Области связывания в получаемых полимерах являются стерически и химически комплементарными для выбранных аналитов. Это позволяет добиться более сильного взаимодействия твёрдой фазы и аналита(-ов). Благодаря этому, повышается устойчивость методик ТФЭ к условиям промывания, что, в свою очередь, позволяет получить экстракты более высокой чистоты. Благодаря существенному повышению селективности экстракции, снижается интенсивность фоновых сигналов, что позволяет понизить порог обнаружения исследуемых соединений.

Фазы SupelMIP® и области их применения:

- Определение аминогликозидов в тканях животного происхождения, клеточных культурах и мёде
- Определение бета-агонистов в тканях, моче и сточных водах Кленбутерол
- Определение бисфенола А в бульонах или матрицах на основе молока
- Определение хлорамфеникола в молоке, плазме, мёде, моче и креветках
- Определение фторхинолонов в почках крупного рогатого скота, мёде и молоке
- Определение нитроимидазолов в молоке, яйцах и других продуктах питания
- Определение нестероидных противовоспалительных препаратов (НПВС) в сточных водах и других матрицах
- Определение 4-метилнитрозамино-1-(3-пиридил)-1-бутанола (НАПБ) в моче
- Определение табакоспецифических нитрозаминов (ТСНА) в моче и табаке
- Определение полиароматических углеводородов (ПАУ) в пищевых маслах
- Определение патулина во фруктах

Рисунок 18. Селективное взаимодействие фазы SupelMIP®

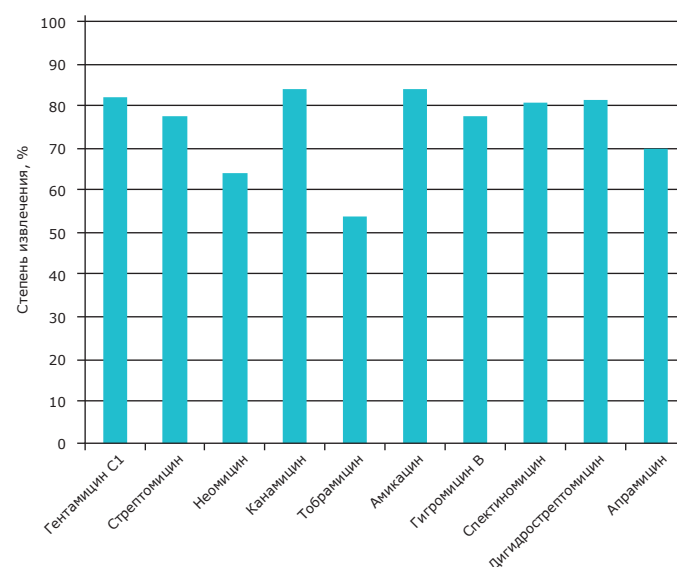


Область применения: Высочайшая пробоподготовка для определения аминогликозидных антибиотиков в мышечной ткани свиней

В данном исследовании уникальные особенности экстракции с помощью полимеров на основе молекулярного отпечатка успешно использовали для количественного определения десяти аминогликозидов, взятых в концентрации 100 нг/г (400 нг/г в случае неомицина), методом ЖХ-МС/МС со степенью обнаружения $\geq 70\%$. Процедуры очистки методом ТФЭ с использованием сорбента SupelMIP® SPE-Aminoglycosides и анализа методом ВЭЖХ с использованием колонки Ascentis® Express C18 описаны в разделе «Условия» **рисунка 20**. Количественный анализ проводили с использованием калибровочных стандартов, взятых в соответствующей матрице в диапазоне концентраций 10-1000 нг/мл.

На **рисунке 20** изображены хроматограммы анализируемых веществ в экстрактах из свиной мышечной ткани. Степени обнаружения 10 аминогликозидов показаны на **рисунке 19**. Для большинства аналитов, кроме неомицина и тобрамицина, степень извлечения составила более 70%. Низкие значения степени извлечения неомицина и тобрамицина, возможно, обусловлены более сильным связыванием данных аналитов с полимерным сорбентом из-за присутствия нескольких аминных групп.

Рисунок 19. Степень извлечения аминогликозидов из свиной мышечной ткани с концентрацией активных веществ 100 нг/г (400 нг/г)

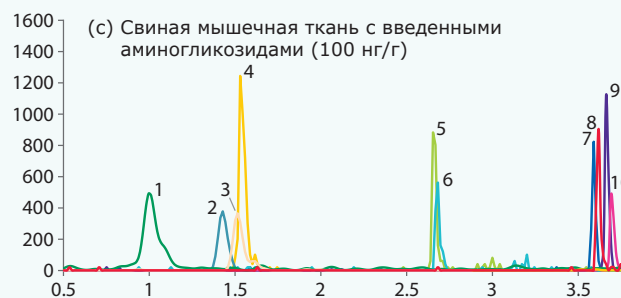


Полимеры с молекулярными отпечатками

Рисунок 20. Анализ аминогликозидов методом ЖХ-МС/МС после очистки методом ТФЭ над сорбентом SupelMIP®

образец/матрица:	3 мл экстракта из свинины
картридж для ТФЭ:	SupelMIP® SPE – Aminoglycosides, 50 мг/3 мл (52777-U)
кондиционирование:	1 мл метанола, затем 1 мл 50 ммоль/л раствора фосфата калия в воде (pH = 7,8)
введение образца:	3 мл экстракта из свинины
промывание:	3 мл воды с последующей сушкой в неглубоком вакууме в течение 10 секунд
промывание:	1 мл смеси дихлорметана и метанола (50:50 по объёму) с последующей сушкой в неглубоком вакууме в течение 10 секунд
элюирование:	1 мл 1% раствора муравьиной кислоты в смеси воды и ацетонитрила (80:20 по объёму), содержащего 5 ммоль/л гептафтормасляной кислоты (ГФМК)
обработка элюата:	Интенсивное перемешивание на вихревой мешалке и перенос в полипропиленовые флаконы для ВЭЖХ
колонок:	Ascentis® Express C18, 10 см x 2,1 мм внутр.диаметр, 2,7 мкм (53823-U)
подвижная фаза:	(А) 5 ммоль/л гептафтормасляной кислоты в воде; (В) 5 ммоль/л гептафтормасляной кислоты в ацетонитриле
градиент:	Переход от 20% до 90% В в течение 3,0 минут; поддержание уровня В на 90% в течение 1 минуты; снижение уровня В от 90% до 20% в течение 0,1 минуты; поддержание уровня В на 20% в течение 5,9 минуты.
скорость потока:	0,4 мл/мин
температура колонки:	40 °C
детектор:	МС/МС, электрораспылительная ионизация, MRM
объём пробы:	10 мкл

Идентификация пика	Прекурсор	Продукт
Спектиномицин	351,1	333,1
Гигромицин В	528,1	177,1
Стрептомицин	582,1	263,2
Дигидрострептомицин	584,2	263,1
Амикацин	586,2	163,1
Канамицин	485,2	163,1
Апрамицин	540,2	217,1
Тобрамицин	468,1	163,1
Гентамицин C1	478,1	157,2
Неомицин	615,0	161,1



Для получения дополнительной информации о данном применении ознакомьтесь со статьей Вестника Supelco 32.2, доступной на веб-сайте: [SigmaAldrich.com/supelmip](https://sigmaaldrich.com/supelmip)

Описание	25 мг/3 мл 50 шт	50 мг/3 мл 50 шт	100 мг/3 мл 50 шт	25 мг/10 мл (КВЕ) ¹ 50 шт	96-луночные планшеты
Аминогликозиды	—	52777-U	—	—	—
Бета-агонисты (избирательная сорбция класса веществ)	53225-U	—	—	53202-U	—
Бисфенол А (ДФП)	—	—	52775-U, 54277-U ³	—	—
Хлорамфеникол	53209-U	—	—	53210-U	—
Кленбутерол	—	—	—	53201-U	—
Фторхинолоны	53269-U	—	—	—	—
Нитроимидазолы	52734-U	—	—	—	—
НПВС	52769-U	—	—	—	—
НАПБ (4-метилнитроамино-1-(3-пиридил)-1-бутанол)	53203-U	—	—	53206-U	53255-U
ТСНА (4 табакспецифичных нитрозамина: NNK, NNN, NAB, NAT)	—	53222-U	—	53221-U ²	—
ПАУ (полиароматические углеводороды)	—	52773-U	—	—	—
Патулин	—	—	52776-U	—	—

¹ КВЕ = картридж высокой ёмкости ² 50 мг/10 мл (КВЕ), 50 шт ³ 100 мг/6 мл, 50 шт

Для получения подробной информации посетите веб-сайт: [SigmaAldrich.com/supelmip](https://sigmaaldrich.com/supelmip)

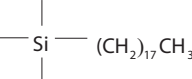
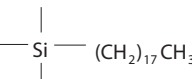
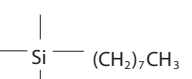
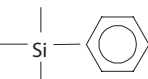
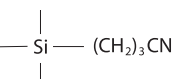
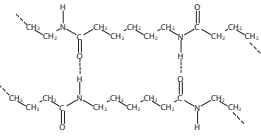
Продукты для твердофазной экстракции Discovery®

Обращённо-фазовая экстракция

Продукты Discovery® для обращённо-фазовой ТФЭ разработаны, протестированы и поставлены на контроль для нужд фармацевтических и клинических исследований. Испытайте продукты с более высокой и воспроизводимой степенью извлечения для быстрого и эффективного проведения экстракции, изолирования и концентрирования

фармацевтических компонентов из биологических жидкостей и других образцов на водной основе.

Для ознакомления со спецификациями на силикагель Discovery® см. страницу 2. Для получения общих указаний по проведению обращённо-фазовой ТФЭ см. страницу 49.

DSC-18 	- Фаза с полимерным поверхностным слоем с привитыми октадецильными группами (18% C), эндкепированная - Высокое содержание углерода (18%) для повышенной связывающей способности и степени извлечения - Наименее селективная фаза: удерживает большинство органических аналитов в водных матрицах - Полезна для экстракции многочисленных, различающихся по структуре аналитов из одного образца
DSC-18Lt 	- Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми октадецильными группами (11% C), эндкепированная - Усиленное связывание гидрофобных молекул - Используется для элюирования крупных гидрофобных молекул, вступающих в сильное взаимодействие с фазой DSC-18. Используйте эту менее полярную фазу для быстрого выведения гидрофобных соединений меньшими объёмами органических растворителей
DSC-8 	- Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми октильными группами (9% C), эндкепированная; уменьшенное содержание углерода по сравнению с DSC-18Lt - Используется для элюирования крупных гидрофобных молекул, вступающих в сильное взаимодействие с фазами DSC-18 и DSC-18Lt - Используйте эту менее полярную фазу для быстрого выведения гидрофобных молекул меньшими объёмами органических растворителей
DSC-Ph 	- Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми фенильными группами (7% C), эндкепированная - Характеризуется схожей с DSC-8 полярностью; однако наличие ароматического кольца со специфическим распределением электронной плотности придаёт данной фазе особенные характеристики селективности и удерживания
DSC-CN 	- Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми цианопропильными группами (7% C), эндкепированная - Может выступать в качестве обращённо-фазового или нормально-фазового сорбента - Идеально для очень гидрофобных аналитов, способных необратимо связываться с более гидрофобными сорбентами, например, DSC-18 - При использовании в качестве нормально-фазового сорбента (в органических матрицах, например, гексане или маслах) проявляет меньшие удерживающие свойства, чем DSC-Si или DSC-Diol - Позволяет осуществлять быстрое выведение очень полярных молекул, которые необратимо связываются с полярными сорбентами
DPA-6S 	- Полиамидная смола: Размер частиц: 50-160 мкм, pH поверхности: 4,5-7,5, Плотность: 0,2-0,3 см³/г, Содержание воды: <5% - Используется для адсорбции полярных соединений (содержащих ОН-группы, особенно фенолов) в водных или метанольных растворах по обращённо-фазовому механизму благодаря образованию прочных водородных связей между гидроксильными группами адсорбата и амидными группами смолы - Полезен при экстракции танинов, хлорофилла, гуминовых кислот, фармакологически активных терпеноидов, флавоноидов, галловой кислоты, катехола А, протокатеховой кислоты и флороглюцина - Также полезен при экстракции ароматических карбоновых кислот, нитроароматических соединений; необратимо связывает хиноны

Продукты Discovery® для обращённо-фазовой ТФЭ

Описание	Кол-во	DSC-18	DSC-18Lt	DSC-8	DSC-Ph	DSC-CN	DPA-6S
Картриджи для ТФЭ Discovery®							
50 мг/1 мл	108	52601-U	Индивидуальный заказ	52703-U	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	52624-U
100 мг/1 мл	108	52602-U	52611-U	52707-U	Индивидуальный заказ	52694-U	Индивидуальный заказ
500 мг/3 мл	54	52603-U	52613-U	52713-U	52727-U	52695-U	¹ 52625-U
500 мг/6 мл	30	52604-U	52615-U	52714-U	52728-U	52696-U	² 52626-U
1 г/6 мл	30	52606-U	52616-U	52716-U	Индивидуальный заказ	52697-U	³ 52627-U
2 г/12 мл	20	52607-U	52618-U	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	52698-U	⁴ 52629-U
5 г/20 мл	20	52608-U	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	⁵ 52631-U
10 г/60 мл	16	52609-U	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ
96-луночные планшеты для ТФЭ Discovery®							
100 мг/лунка	1	575603-U	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ
50 мг/лунка	1	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ
25 мг/лунка	1	575601-U	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ
Насыпной сорбент							
	100 г	52600-U					⁶ 52633-U

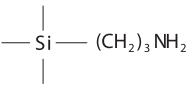
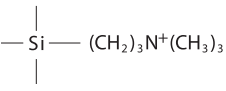
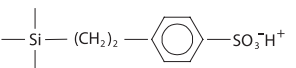
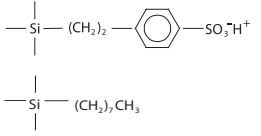
¹ 250 мг/3 мл, ² 250 мг/6 мл, ³ 500 мг/6 мл, ⁴ 1 г/12 мл, ⁵ 2 г/20 мл, ⁶ 50 г

Ионообменная и смешанная экстракция

Продукты Discovery® для ионообменной ТФЭ разработаны, протестированы и поставлены на контроль для нужд фармацевтических и клинических исследований. Линейка ионообменных продуктов Discovery® обладает превосходной селективностью по отношению к заряженным частицам, позволяя пользователям проводить экстракцию, изолирование, очистку и концентрирование диссоциирующих фармацевтических ингредиентов (основных или кислотных) из полярных и неполярных матриц.

Используйте продукты для ТФЭ со смешанным режимом действия (например, Discovery® DSC-MCAX) для достижения непревзойдённого уровня очистки и селективности при экстракции основных фармацевтических веществ из биологических образцов, таких как плазма крови и моча.

Для ознакомления со спецификациями на силикагель Discovery® см. страницу 2. Для получения общих указаний по проведению ТФЭ в смешанном режиме см. страницу 50.

DSC-NH₂ 	- Фаза с полимерным поверхностным слоем с привитыми аминопропиловыми группами, характеризующаяся высокой полярностью, склонная к образованию водородных связей и пригодная к использованию как в нормально-фазовой, так и в ионообменной экстракции. - Слабоосновный анионит (значение pK_a составляет 9,8) При pH 7,8 или ниже функциональные группы фазы приобретают положительный заряд. - Позволяет осуществлять быстрое выделение анионов сильнодиссоциирующих веществ (например, анионов сульфоновых кислот), которые необратимо связываются с продуктом типа SAX. - Благодаря наличию промежуточной этильной группы допускается применение данного сорбента в обращённо-фазовой экстракции. Однако, в силу полярности, его чаще всего используют в качестве ионообменного или нормально-фазового сорбента.
DSC-SAX 	- Фаза с полимерным поверхностным слоем с привитыми четвертичными аминными группами, сохраняющими положительный заряд при любых значениях pH - Сильный анионит, обычно используется для экстракции катионов слабодиссоциирующих веществ (например, карбоновых кислот), которые не способны к сильному связыванию со слабыми анионитами - Селективность сорбента можно регулировать путём замены противоиона при промывке соответствующим буферным раствором - В качестве исходного противоиона используется Cl⁻
DSC-WCX 	- Фаза с полимерным поверхностным слоем с привитыми карбоксипропиловыми группами в калийной форме (противоион - K⁺), показатель константы кислотности (pK_a) равен 4,8 - Слабые катионообменные свойства данного сорбента обусловлены отрицательным зарядом привитых групп при pH 6,8 или выше - При pH 2,8 и выше происходит нейтрализация данной фазы, что позволяет с лёгкостью проводить элюирование аналитов, содержащих сильные катионы, которые можно нейтрализовать только в сильнощелочных средах. - Данную фазу обычно используют при исследовании сильнодиссоциирующих катионных соединений (с высоким значением pK_a), которые необратимо связываются с сильными катионитами
DSC-SCX 	- Фаза с полимерным поверхностным слоем с привитыми бензолсульфокислотными функциональными группами в протонной форме (противоион - H⁺). Сорбент является сильным катионитом благодаря чрезвычайно низкому значению pK_a (<1,0) - Подложка из силикагеля позволяет использовать данный сорбент для всех распространенных органических растворителей, т.к. она не подвержена усадке/набуханию - Превосходное значение ёмкости (0,8 экв/г) позволяет проводить очистку сложных реакционных смесей в комбинаторной химии и отделять целевые молекулы от побочных продуктов и избыточных реагентов - Присутствие бензольного кольца придаёт сорбенту некоторые свойства, характерные для смешанного режима (способность к гидрофобным взаимодействиям), которые следует учитывать при экстракции катионов из водных сред
DSC-MCAX 	- Наполнитель, содержащий привитые октильные (C8) и бензолсульфоновые (SCX) группы (противоион - H⁺) - Разработан для обеспечения наивысшей селективности и лучшей очистки при выделении основных соединений из биологических жидкостей - Двойной механизм удерживания расширяет возможности сорбента, способствуя связыванию нейтральных, основных, кислотных и цвиттер-ионных соединений - Повышенная ёмкость ионообменной смолы позволяет выделять полярные основные и цвиттер-ионные соединения - Может быть использована для отделения основных/цвиттер-ионных соединений от кислотных и нейтральных

Продукты Discovery® для ионообменной ТФЭ

Описание	Кол-во	DSC-NH ₂	DSC-SAX	DSC-WCX	DSC-SCX	DSC-MCAX
Картриджи для ТФЭ Discovery®						
50 мг/1 мл	108	52635-U	52661-U	52737-U	52684-U	52781-U
100 мг/1 мл	108	52636-U	52662-U	52739-U	52685-U	52782-U
500 мг/3 мл	54	52637-U	52664-U	52741-U	52686-U	52783-U ¹
500 мг/6 мл	30	52638-U	52665-U	Индивидуальный заказ	52688-U	52784-U ²
1 г/6 мл	30	52640-U	52666-U	52743-U	52689-U	52788-U, 52786-U ³
2 г/12 мл	20	52641-U	52667-U	Индивидуальный заказ	52690-U	-
5 г/20 мл	20	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	52691-U	-
10 г/60 мл	16	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	52692-U	-
96-луночные планшеты для ТФЭ Discovery®						
100 мг/луночка	1	575615-U	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ
50 мг/луночка	1	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ
25 мг/луночка	1	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ
Насыпной сорбент						
	100 г	57212-U	57214-U	57228-U	57221-U	—

¹ 3 мл/100 мг, 54 шт, ² 300 мг/3 мл, 54 шт, ³ 300 мг/6 мл, 30 шт

Нормально-фазовая экстракция

Продукты Discovery® для нормально-фазовой ТФЭ разработаны, протестированы и поставлены на контроль для нужд фармацевтических и клинических исследований. Линейка продуктов Discovery® для нормально-фазовой ТФЭ позволяет Вам быстро и эффективно проводить экстракцию, выделение, очистку и концентрирование полярных соединений в неполярных растворителях.

Высокая селективность данной фазы даёт возможность выделения или удаления структурно схожих молекул путем последовательных промываний растворителями с постепенно возрастающей полярностью

Для ознакомления со спецификациями на силикагель Discovery® см. страницу 2. Для получения общих указаний по проведению нормально-фазовой ТФЭ см. страницу 51.

DSC-Si $\begin{array}{c} \\ -\text{Si}-\text{OH} \\ \end{array}$	- Обработанный кислотой сорбент на основе силикагеля без связанного слоя, идеально подходящий для нормально-фазовой ТФЭ и других модифицированных флеш-методик - Считается наиболее полярным сорбентом для нормально-фазовой экстракции - Высокая ёмкость сорбента позволяет проводить очистку сложных реакционных смесей в комбинаторной химии и отделять целевые молекулы от побочных продуктов и избыточных реагентов
DSC-Diol $\begin{array}{c} \text{OH} \quad \text{OH} \\ \quad \\ -\text{Si}-(\text{CH}_2)_3\text{CH}_2-\text{CH}_2 \\ \end{array}$	- Фаза с полимерным поверхностным слоем с привитыми 2,3-дигидроксипропоксипропиловыми группами (7% C), эндкепированный - Полярный сорбент, наиболее часто используемый в нормально-фазовой экстракции (экстракция полярных веществ из неполярных матриц) - Присутствие вицинальных гидроксильных групп в сорбенте обеспечивает образование прочных водородных связей - Высокая избирательность при экстрагировании структурно схожих молекул
DSC-CN $\begin{array}{c} \\ -\text{Si}-(\text{CH}_2)_3\text{CN} \\ \end{array}$	- Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми цианопропиловыми группами (7% C), эндкепированная - Может выступать в качестве обращённо-фазового или нормально-фазового сорбента - Идеально для очень гидрофобных анализов, способных необратимо связываться с более гидрофобными сорбентами, например, DSC-18 - При использовании в качестве нормально-фазового сорбента (в органических матрицах, например, гексане или маслах) проявляет меньшие удерживающие свойства, чем DSC-Si или DSC-Diol - Позволяет осуществлять быстрое выведение очень полярных молекул, которые необратимо связываются с полярными сорбентами
DSC-NH₂ $\begin{array}{c} \\ -\text{Si}-(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2 \\ \end{array}$	- Фаза с полимерным поверхностным слоем с привитыми аминопропиловыми группами, характеризующаяся высокой полярностью, склонная к образованию водородных связей и пригодная к использованию как в нормально-фазовой, так и в ионообменной экстракции. - Слабоосновный анионит (значение pK_s составляет 9,8) При pH 7,8 или ниже функциональные группы фазы приобретают положительный заряд. - Позволяет осуществлять быстрое выделение анионов сильнодиссоциирующих веществ (например, анионов сульфоновых кислот), которые необратимо связываются с продуктом типа SAX (сорбентом с четвертичными аминными группами, которые всегда положительно заряжены). - Благодаря наличию промежуточной этильной группы допускается применение данного сорбента в обращённо-фазовой экстракции. Однако, в силу полярности, его чаще всего используют в качестве ионообменного или нормально-фазового сорбента.

Продукты Discovery® для нормально-фазовой ТФЭ

Описание	Кол-во	DSC-CN	DSC-Si	DSC-Diol	DSC-NH ₂
Картриджи для ТФЭ Discovery®					
50 мг/1 мл	108	52693-U	52652-U	Индивидуальный заказ	52635-U
100 мг/1 мл	108	52694-U	52653-U	52748-U	52636-U
500 мг/3 мл	54	52695-U	52654-U	52751-U	52637-U
500 мг/6 мл	30	52696-U	52655-U	52752-U	52638-U
1 г/6 мл	30	52697-U	52656-U	52753-U	52640-U
2 г/12 мл	20	Индивидуальный заказ	52657-U	Индивидуальный заказ	52641-U
5 г/20 мл	20	52699-U	52658-U	Индивидуальный заказ	52642-U
10 г/60 мл	16	52700-U	52659-U	Индивидуальный заказ	52644-U
96-луночные планшеты для ТФЭ Discovery®					
100 мг/лунка	1	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	575615-U
50 мг/лунка	1	Индивидуальный заказ	575608-U	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ
25 мг/лунка	1	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ
Насыпной сорбент					
	100 г	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	Индивидуальный заказ	57212-U

Supelclean™ и Supelclean™ ENVI™ SPE

Обращённо-фазовая экстракция

Линейка Supelclean™ SPE - это один из оригинальных брендов нашей компании. Продукты данного ряда упоминаются в сотнях научных публикаций и избраны для использования в методиках серии 500 (питьевая вода) Агентства по охране окружающей среды и методиках SW-846 (твёрдые отходы)

Для ознакомления со спецификациями на силикагель Supelclean™ см. страницу 2. Для получения общих указаний по проведению обращённо-фазовой ТФЭ см. страницу 49.

LC-18	- Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми октадецильными группами (10% C), эндкепированная - Для проведения обращённо-фазовой экстракции неполярных и умеренно полярных соединений. - Диапазон pH 2-8
LC-8	Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми октильными группами (7% C), эндкепированная
LC-4 (крупнопористый)	- Фаза с поверхностным слоем с привитыми бутилдиметилсилиловыми группами, крупнопористый (500 Å), эндкепированная - Крупные поры подходят для удерживания крупных макромолекул (например, белков и пептидов) - Часто используется для деминерализации белков и пептидов в образцах на водной основе
LC-Ph	Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми фенильными группами (5,5% C), эндкепированная
LC-CN	Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми цианопропильными группами (7% C), эндкепированная
Hisep™	- Гидрофобные сорбционные центры, экранированные гидрофильным поверхностным слоем для отделения белков при загрузке образца - Гидрофобность сорбента близка к гидрофобности сорбентов C8
ENVI™-18	- Фаза с полимерным поверхностным слоем с привитыми октадецильными группами (17% C), эндкепированная - Прекрасно подходит для очистки, экстрагирования и концентрирования загрязняющих веществ, содержащихся в пробах воды, отбираемых при экологических исследованиях - Высокое содержание углерода (17%) для повышенной связывающей способности и степени извлечения - Увеличенное содержание углерода также обеспечивает более высокую стойкость к экстремальным значениям pH среды - В число типичных областей применения данного сорбента входит определение гербицидов, фунгицидов, пестицидов и других опасных для водной среды отходов - Данный сорбент идеально подходит для методик серии 500 Агентства по охране окружающей среды, включая также методики 525.1 и 508.1
ENVI™-18 DSK и ENVI™-8 DSK Диски для ТФЭ	- Мембранные эквиваленты насыпных сорбентов ENVI™-18 и ENVI™-8 для ТФЭ - Пористые мембраны из стекловолокна, наполненные частицами силикагеля с привитыми группами C18 или C8 - Обеспечивают повышенные скорости потока и уменьшенную склонность к засорению по сравнению с дисками из ПТФЭ при экстракции органических загрязнителей из питьевой воды - В список типичных областей применения входит определение ПАУ, ПХБ, фталатов, полувolatile органических веществ, параквата, диквата, пестицидов и гербицидов. - Данный сорбент идеально подходит для методик серии 500 Агентства по охране окружающей среды, включая также методики 525.1 и 508.1
ENVI™-8	- Также доступны в виде стеклянных трубок с входными тефлоновыми фильтрами - Высокое содержание углерода (14%) для повышенной связывающей способности и степени извлечения - Увеличенное содержание углерода также обеспечивает более высокую стойкость к экстремальным значениям pH среды - Прекрасно подходит для очистки, экстрагирования и концентрирования загрязняющих веществ, содержащихся в пробах воды, отбираемых при экологических исследованиях
ENVI™-Chrom P (Сополимер стирола и дивинилбензола)	- Сополимер стирола и дивинилбензола: Размер частиц: 80-160 мкм; Сферическая форма, Размер частиц: 110-175 Å; Удельная площадь поверхности: 900 м²/г - Нейтральный, специально очищенный сополимер стирола и дивинилбензола с высокой степенью сшивки используется для удерживания гидрофобных соединений, содержащих некоторые гидрофильные функциональные группы, по обращённо-фазовому механизму - Высоко устойчивы к экстремальным значениям pH - В число типичных областей применения данного сорбента входит определение ароматических и фенольных соединений в образцах на водной основе - Чаще всего используется для выделения фенольных загрязнителей из водных образцов
ENVI™-Carb и ENVI™-Carb II (графитизированная сажа)	- Удельная площадь поверхности: 120 м²/г, Размер частиц: 100/400 меш (ENVI™-Carb II: 120/140 меш) - Высочайшая аффинность к полярным и неполярным органическим соединениям в полярных и неполярных матрицах в условиях обращённо-фазовой экстракции - Поверхность углерода составлена из шестичленных циклов, соединённых между собой и образующих слоистую графитоподобную структуру - Отсутствие пор в углероде обеспечивает быструю обработку, а процесс адсорбции не требует распределения аналита в порах твёрдой фазы. - Независимые исследователи доказали высокую применимость ENVI™-Carb для быстрой пробоподготовки при определении более чем 200 пестицидов в различных матрицах, включая грунтовые воды, фрукты и овощи (см. Публикацию T196900 на нашем веб-сайте)

Для получения информации о доступных конфигурациях и каталожных номерах деталей см. страницу 26.

Ионообменная и нормально-фазовая экстракция

Линейка Supelclean™ SPE - это один из оригинальных брендов нашей компании, представленных на рынке. Продукты данного ряда упоминаются в сотнях научных публикаций и избраны для использования в различных методиках: от экологических исследований до продуктов питания и напитков.

Продукты линейки Supelclean™ ENVI™ разработаны и оптимизированы для применения в многочисленных методиках, среди которых - методики серии 500 (для питьевой воды) Агентства по охране окружающей среды и методики SW-846 (для твердых отходов).

Для ознакомления со спецификациями на силикагель Supelclean™ см. страницу 2. Для получения общих указаний по проведению ТФЭ в ионообменном и нормально-фазовом режимах см. страницы 50 и 51.

LC-SAX	- Сильный анионит - Четвертичный амин с противоионом Cl⁻
LC-SCX	Алифатическая сульфокислота с противоионом Na⁺, эндкепированная
LC-WCX	Карбоновая кислота с противоионом Na⁺
LC-NH ₂	Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми аминопропильными группами (5% C)
PSA	Фаза с полимерным поверхностным слоем с привитыми N-пропилэтилендиаминовыми группами, содержащими первичные и вторичные аминные группы, значение pK_a составляет 10,1 - 10,9
ENVI™-Florisil®	- Силикат магния, размер частиц: 100/200 меш, поставляется с входными фильтрами из ПТФЭ или нержавеющей стали - Протестировано для составления регламента проведения работ с пестицидами для лабораторий, работающих по контракту с Агентством по охране окружающей среды - Высокополярный материал со склонностью к адсорбции полярных соединений из неполярных матриц в условиях нормально-фазовой экстракции - В число типичных применений данного сорбента входит определение спиртов, альдегидов, аминов, гербицидов, пестицидов, ПХБ, кетонов, нитросоединений, органических кислот и фенолов
Двухслойный Florisil®/Na ₂ SO ₄	- Картридж с двумя наполнителями для ТФЭ (выполняется из стекла или ПП), содержащая Na₂SO₄ (верхний слой) и Florisil® (силикат магния; нижний слой), разделенные и уплотненные входными тефлоновыми фильтрами - Наполнитель Florisil®, активированный, размер частиц - 60/100 меш (150-200 мкм), Na₂SO₄ чистота - 99,99 %, плотность - 2,68 г/мл - Превосходно подходит для удаления/выделения полярных соединений из органических матриц - Слой Na₂SO₄ помогает удалять остатки влаги в образце, которые способны негативно влиять на работоспособность наполнителя Florisil® и/или на результаты последующих исследований методом ГХ - Подходит для определения количества жидких нефтепродуктов в воде (поверхностные воды, заводы по обработке стоков) методом ГХ/ПИД согласно Европейскому стандарту EN ISO 9377-2:2000 (приложение к набору для проведения экстракции по стандарту EN ISO 9377-2, Кат. №. 68172) - При обработке больших объемов образцов используется в сочетании с манифолдом высокой ёмкости Visiprep™ (Кат. № 57275, пригоден только для ПП картриджей с ПЭ фриттами 54116-U) и вакуумными манифолдами для ТФЭ Visiprep™.
LC-Florisil®	Силикат магния, размер частиц: 100/120 меш
LC-Alumina (глинозём) A, N и B	- Alumina-A для кислотных сред (pH ~ 5) - Alumina-B для нейтральных сред (pH ~ 6,5) - Alumina-C для щелочных сред (pH ~ 8,5) - Оксид алюминия I класса активности по Брокману для ТФЭ, размер частиц: 60/325 меш
LC-CN	Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми цианопропильными группами (7% C), эндкепированная
LC-Si	Силикагель
LC-Diol	Фаза с мономерным поверхностным слоем с привитыми диольными группами (7% C), эндкепированная

Для получения информации о доступных конфигурациях и каталожных номерах деталей см. страницу 26.

В комплектацию всех перечисленных колонок для ТФЭ входит полипропиленовый корпус и полиэтиленовые фильтры, если не указано иное.

Цветовая кодировка использована для визуализации отличий в типе оборудования, размере упаковки или количестве наполнителя от стандартной конфигурации.

	Описание	0,1 г/1 мл 108 шт	0,5 мг/3 мл 54 шт	0,5 мг/6 мл 30 шт	1 г/6 мл 30 шт	2 г/12 мл 20 шт	5 г/20 мл 20 шт	10 г/60 мл 16 шт	100 г
Обращённо-фазовая экстракция	ENVI™-18	57062	57063	57064	505706	57114	57137	57138	57219
	Диски для ТФЭ ENVI™-18 DSK			● 54331-U ¹					
	Диски для ТФЭ ENVI™-8 DSK			● 57171 ¹²	● 57170-U ¹³				
	LC-18	504270	57012	57054	505471	57117	57135-U	57136	57202
	ENVI™-8	57230-U	57231	57232	57233		Индивидуаль- ный заказ	Индивидуаль- ный заказ	
			● Индивиду- альный заказ	● 57107 ¹					
	LC-8	504157	505145	57052					57201
	ENVI™-Chrom P	57143	● 57224 ⁵	57226					● 57217 ¹¹
				● 57225-U ⁷					
	ENVI™-Carb	57109-U	● 57088 ⁵	57094		57128	Индивидуаль- ный заказ	57130	● 57210-U ¹¹
				● 57092 ⁷		● 57127-U ¹⁰			
	ENVI™-Carb C, 80/100 меш					● 57149 ¹⁰			
	LC-4 (крупнопористый)		57089						
Нормально-фазовая экстракция	Hisep		57076-U						
	LC-Ph	504599	505269						
	LC-CN	504386	57013	57056			Индивидуаль- ный заказ		
	LC-Diol	Индивидуаль- ный заказ	57016						
	ENVI™-Florisil®		● 57058 ²	● 57046 ³	● 57053 ³				
					● 54095-U ¹				
	Двухслойный наполнитель Florisil®/ Na ₂ SO ₄				● 52582-U ^{1,9}				
					● 54116-U ^{2,9}				
	LC-Florisil®			● 54333-U ¹	57057	57115	57131	57132	57209
					● 54334-U ¹				
	LC-Alumina A		● 57082-U ⁶		● 57083-U ⁸				57026
	LC-Alumina B		● 57084 ⁶		● 57085 ⁸				57207
	LC-Alumina N		● 57086 ⁶		● 57087 ⁸				57028
Ионный обмен	LC-Si	504041	505048	505374	57051	57116	57133	57134	57200
					● 54335-U ¹				
	LC-NH ₂	504483	57014	54059-U					57205
	PSA		● 52578-U ⁴	52579-U					52738-U
	LC-SAX	504815	57017						57203
	LC-SCX	504920	57018					Индивидуаль- ный заказ	
	LC-WCX	505595	57061						

- Пометки/Цветовая кодировка
- ¹ стеклянные картриджи для ТФЭ, фильтры из ПТФЭ

● ² полипропиленовые картриджи для ТФЭ, фильтры из ПТФЭ

● ³ полипропиленовые картриджи для ТФЭ, фритты из нержавеющей стали

● ⁴ 0,2 г/3 мл, 54 шт

● ⁵ 0,25 г/3 мл, 54 шт

● ⁶ 1 г/3 мл, 54 шт

● ⁷ 0,25 г/6 мл

● ⁸ 2 г/6 мл, 30 шт

● ⁹ 2 г/2 г/6 мл, 48 шт

● ¹⁰ 1 г/12 мл, 20 шт

● 50 г

● ¹² Диски диаметром 47 мм, 24 шт

● ¹³ Диски диаметром 90 мм, 12 шт

Многослойные продукты для ТФЭ

Разработано для достижения превосходного уровня очистки при определении остаточных количеств пестицидов в пищевых/сельскохозяйственных продуктах.

Описание	Кол-во	Кат. №
ENVI™-Carb-II/PSA		
0,3 г/0,6 г/6 мл	30	54058-U
0,5 г/0,6 г/6 мл	30	54067-U
0,5 г/0,3 г/6 мл	30	55119-U
0,5 г/0,5 г/20 мл	20	54217-U
ENVI™-Carb-II/SAX/PSA		
0,5 г/0,5 г/0,5 г/12 мл	20	52574-U
SAX/PSA		
0,25 г/0,25 г/6 мл	30	52576-U
0,5 г/0,5 г/6 мл	30	52577-U

На странице 34 также представлена информация о новой линейке сферических наполнителей Supel™ Sphere

Описание	Кол-во	Кат. №
ENVI™-Carb/LC-NH ₂		
0,5 г/0,5 г/3 мл	20	54332-U
0,5 г/0,5 г/20 мл	20	54216-U
0,5 г/0,5 г/6 мл	300	54024-U
0,5 г/0,5 г/6 мл	30	54035-U
ENVI™-Carb/NH ₂ /Силикагель		
0,5 г/0,4 г/0,6 г/12 мл	20	54034-U
0,5 г/0,4 г/0,6 г/20 мл	20	54036-U
Двухслойный наполнитель Florisil®/Na ₂ SO ₄		
Стеклянные колонки, фильтры из ПТФЭ, 2 г/2 г/6 мл	48	52582-U
Колонки из ПП, фильтры из ПЭ, 2 г/2 г/6 мл	48	54116-U

Продукты LiChrolut® для ТФЭ

Обращённо-фазовая, нормально-фазовая и ионообменная экстракция

Линейка продуктов LiChrolut® для ТФЭ также является оригинальным брендом нашей компании. Для ознакомления со спецификациями на силикагель LiChrolut® см. страницу 2.

В таблице ниже представлена информация о типичных областях применения каждого продукта LiChrolut®. Данное руководство поможет Вам подобрать продукт, отвечающий Вашим требованиям.

Применение	Экстракционная колонка LiChrolut®	Типичная матрица пробы	Типичные вещества в пробе	Типичный растворитель для элюирования
Экстракция неполярных веществ	RP-18 RP-18e (эндкепированный) CN	Буферный раствор на водной основе	Ароматические соединения, соединения, содержащие алкильные заместители	Ацетонитрил, метанол, этилацетат
Экстракция катионитом	SCX (ионы сильно-диссоциирующих электролитов)	Буферный раствор с низкой ионной силой на основе метанола/воды; значение pH должно быть на 2 единицы меньше значения pK исследуемого вещества	Катионы: амины, пиримидиновые основания	Буферный раствор с высокой ионной силой на водной основе; значение pH должно быть на 2 единицы выше значения pK исследуемого вещества
Экстракция в смешанном режиме	TSC (катионная экстракция токсичных веществ)	Физиологические жидкости (не для применения in vitro)	Катионные и нейтральные аналиты	Хлороформ-ацетон, аммиак-этилацетат или аммиак-метанол
Экстракция неполярных веществ полимерной фазой	EN	Питьевая вода, грунтовые и поверхностные воды	Полярные загрязнители: пестициды, фенолы, взрывчатые вещества, анилины	Этилацетат, метанол, ацетонитрил:метанол (1:1)
Экстракция неполярных веществ полимерной фазой	EN	Физиологические жидкости (не для применения in vitro)	Фармацевтические вещества	Ацетонитрил, метанол
Экстракция умеренно полярных загрязняющих веществ	Florisil®	Сточные, грунтовые воды, питьевая вода, образцы почвы	Гербициды, пестициды, ПХБ, ПХФ, диоксины, фенолы, нитросоединения, ГХЦГ	н-Гексан, дихлорметан

Описание	Кол-во	Кат. №
LiChrolut® EN (40 - 120 мкм)		
200 мг/3 мл	30	1.19693.0001
200 мг/3 мл *	30	1.19870.0001
500 мг/6 мл	30	1.19691.0001
200 мг/6 мл	30	1.19941.0001
LiChrolut® EN / RP-18 (верхний слой)		
100/200 мг/6 мл	30	1.19912.0001
LiChrolut® Florisil® (150 - 250 мкм)		
1000 мг/6 мл	30	1.19127.0001
LiChrolut® RP-18 (40 - 63 мкм)		
100 мг/1 мл	100	1.19855.0001
200 мг/3 мл	50	1.02014.0001
500 мг/3 мл	50	1.02023.0001
500 мг/6 мл	30	1.19687.0001
1000 мг/6 мл	30	1.02122.0001
2000 мг/6 мл	30	1.19686.0001

Описание	Кол-во	Кат. №
LiChrolut® RP-18e (40 - 63 мкм)		
200 мг/3 мл	50	1.19847.0001
500 мг/3 мл	50	1.19849.0001
LiChrolut® SCX (40 - 63 мкм)		
200 мг/3 мл	50	1.02016.0001
500 мг/3 мл	50	1.02022.0001
LiChrolut® TSC (40 - 63 мкм)		
300 мг/3 мл		1.19767.0001

* стеклянный картридж для ТФЭ

Замените стандартный процесс жидкость-жидкостной экстракции на EXtrelut® NT

SLE: Безэмульсионная жидкостная экстракция на фиксированном слое

Классическая методика жидкость-жидкостной экстракции (LLE) с использованием делительной воронки зачастую ассоциируется у специалистов со следующими недостатками: Образование эмульсий, плохое разделение фаз, высокие затраты растворителей, малая автоматизируемость и высокая задействованность персонала. Продукт EXtrelut® NT позволяет упростить процесс жидкость-жидкостной экстракции, предлагая замену общепринятых делительных воронок. Переход к одностадийному процессу позволяет повысить эффективность и сэкономить растворители, материалы и время по сравнению с классическим разделением в воронке.

Технические характеристики EXtrelut® NT

Характеристики	Специально обработанный, крупнопористый диатомит с высоким удельным объёмом пор		
	Химически инертный натуральный продукт		
Ёмкость при работе с образцами на водной основе	EXTrelut® NT1	1 мл	без прохождения нежелательной фазы
	EXTrelut® NT3	3 мл	
	EXTrelut® NT20	20 мл	
Диапазон pH	pH 1-10		
Постоянный уровень качества от партии к партии			

Преимущества EXtrelut® NT над методом жидкость-жидкостной экстракции

- Минимальный требуемый объем растворителя
- Простая методика
- Повышенная ёмкость и производительность
- Получение экстрактов без эмульсий посторонних веществ
- Повышенная чистота продукта, пригодность для определения следовых количеств аналитов

Сорбент EXtrelut® NT SLE пригоден для невероятного числа применений, например, для биологических образцов, анализа воды, пищевых продуктов и напитков, а также для проведения экологических исследований. Любая методика жидкость-жидкостной экстракции для водных образцов может быть заменена жидкостной экстракцией на фиксированном слое с использованием продукта EXtrelut® NT.

Простой принцип работы данного продукта позволяет добиться высокой степени извлечения и чистоты экстракта. Образец на водной основе просто вводят

в картридж для экстракции. Он образует равномерно распределенную тонкую пленку на химически инертной матрице и, таким образом, выступает в качестве неподвижной фазы.

Далее проводят элюирование органическими растворителями, не смешивающимися с водой, например, диэтиловым эфиром, этилацетатом или галогенированными углеводородами. Все липофильные соединения экстрагируются органической фазой из водной. Водная фаза остаётся неподвижной на протяжении всего процесса. Элюат не содержит эмульгированных капель другой жидкости и готов для выпаривания и проведения дальнейшего анализа.

1 мл	3 мл	20 мл
EXtrelut® NT1	EXtrelut® NT3	EXtrelut® NT20
Максимальный объем водосодержащего образца		

Ёмкость предварительно наполненного картриджа EXtrelut® NT указана в его наименовании.

Образцы меньшего объема следует разбавить. При введении большего объема образца происходит перегрузка картриджа, и вода попадает в растворитель. Объем элюента должен быть в 2-3 раза больше объема образца. Допускается простое стекание жидкости в картридже под действием силы тяжести. Регулирование скорости потока осуществляется выпускной трубкой в нижней части картриджа.

Важные параметры экстракции с использованием EXtrelut® NT

Экстракционные колонки EXtrelut NT®	Выпускная трубка	Максимальный объем пробы (мл)	Время ожидания (мин)	Рекомендованный объем элюента (мл)
EXtrelut® NT1	0,60 x 30 мм	1	5 – 10	6
EXtrelut® NT3	0,60 x 30 мм	3	5 – 10	15
EXtrelut® NT20	0,70 x 30 мм	20	10 – 15	40

1. Не допускайте перегрузки картриджа во избежание попадания воды в элюат.
2. Сокращение времени ожидания может существенно сказаться на степени извлечения.
3. Необходимо контролировать соответствие объемов проб рекомендованным значениям. Образцы меньшего объема необходимо разбавлять до достижения объема, заданного в маркировке колонки.



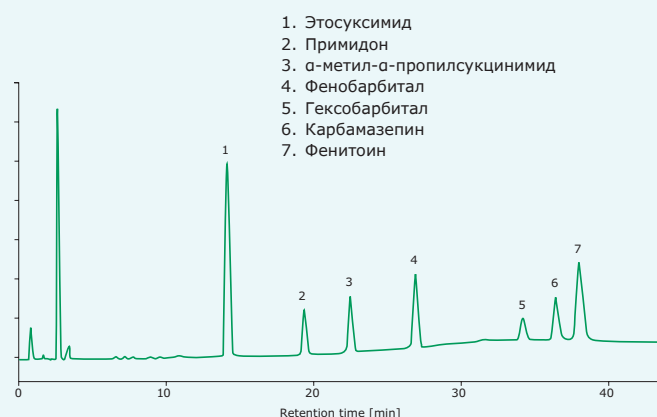
Область применения: Жидкостная хроматография гидрофильных взаимодействий (HILIC) для выделения противоэпилептических препаратов (AEDs) в сыворотке крови после жидкостной экстракции на фиксированном слое в картриджах Extrelut® NT SLE

Продукт Extrelut® NT находится на вооружении исследователей уже довольно долгое время, в течение которого его использовали для подготовки проб мочи, цельной крови, плазмы, сыворотки, желудочного сока, ликвора, амниотической жидкости, экскрементов, тканей животных и растений.

Среди других применений - экологические исследования, анализ следовых количеств аналитов, например, в промышленных, гражданских и канализационных водах. Также возможно дробное элюирование кислотных и основных веществ (например, лекарственных препаратов и их метаболитов) из физиологических жидкостей.

Рисунок 21. Жидкостная хроматография гидрофильных взаимодействий (HILIC) для выделения противоэпилептических препаратов (AEDs) после очистки с помощью Extrelut® NT SLE

ВЭЖХ:	Система LaChrom®		
колонок:	LiChrospher® RP-select B (5 мкм) LiChroCART® 250-4		
подвижная фаза:	A: Вода LiChrosolv® Ацетонитрил LiChrosolv® (1+1)		
	B: Вода LiChrosolv®		
градиент:	Время [мин]	% A	% B
	0	10	90
	30	60	40
	44	60	40
	44,1	100	0
	50	100	0
	51	10	90
	75	10	90
скорость потока:	1 мл/мин		
температура:	30 °C		
детектор:	УФ 205 нм		



Определение противоэпилептических препаратов (AEDs) в сыворотке крови

500 мкл сыворотки	500 мкл фосфатного буферного раствора
▼	Поочередное введение на картридж
Extrelut® NT1	
▼	Выдерживание в течение 8 минут
1 мл смеси дихлорметана / 2-пропанола (9+1)	
▼	Выдерживание в течение 10 минут и элюирование
6 мл смеси дихлорметана / 2-пропанола (9+1)	
▼	Выпаривание до сухого состояния в токе азота
Растворение остатка в 1 мл метанола	
▼	
Ввод 10 мкл раствора в колонку ВЭЖХ	
* 17,6 г NaH ₂ PO ₄ , 4,5 г Na ₂ HPO ₄ · 2 H ₂ O, 1,5 г NaN ₃ , раствор в 1 л воды (pH 6,0-6,1)	

Степень извлечения [среднее значение по результатам 3 измерений]

Этосуксимид*	14,1 мин	84 ± 7 %
Примидон	19,4 мин	100 ± 2 %
α-метил-α-пропилсукцинимид	22,5 мин	Внутренний стандарт
Фенобарбитал	26,9 мин	96 ± 2 %
Гексобарбитал	34,2 мин	99 ± 2 %
Карбамазепин	36,4 мин	97 ± 1 %
Фенитоин	38,0 мин	100 ± 1 %

*Этосуксимид склонен к улетучиванию при выпаривании



Пробирка-сборник Extrelut® NT для стеклянных картриджей Extrelut® NT1 и Extrelut® NT3

Предварительно наполненные картриджи EXtrelut® NT

Описание	Кол-во	Кат. №
Стеклянные картриджи для введения от 0,1 до 1 мл раствора пробы EXtrelut® NT1	100 картриджей	1.15094.0001
Стеклянные картриджи для введения от 1 до 3 мл раствора пробы EXtrelut® NT3	50 картриджей	1.15095.0001
Стеклянные картриджи для введения до 20 мл раствора пробы EXtrelut® NT20	25 картриджей	1.15096.0001

Сорбент EXtrelut® NT

Описание	Кол-во	Кат. №
Рассыпной сорбент EXtrelut® NT для подготовки картриджей большой ёмкости	1 кг	1.15092.1000
Запасные блоки EXtrelut® NT для повторного наполнения 50 картриджей EXtrelut® NT20 (включая запасные фильтры)	50 упаковок	1.15093.0001

Аксессуары EXtrelut® NT

Описание	Кол-во	Кат. №
Аксессуары EXtrelut® NT: выпускные трубки .60/30 с наконечником луера для картриджей EXtrelut® NT1 и EXtrelut® NT3	100 шт	1.15373.0001
Пробирки-сборники EXtrelut® NT с коническим дном и закручивающейся крышкой (нормальная ёмкость 15 мл) для картриджей EXtrelut® NT1 и EXtrelut® NT3	30 шт	1.15622.0001
Сменные фильтры для картриджа EXtrelut® NT1 (10 мм Ø)	100 шт	1.14236.0001
Сменные фильтры для картриджа EXtrelut® NT3 (15 мм Ø)	100 шт	1.14237.0001
Сменные фильтры для картриджа EXtrelut® NT20 (24 мм Ø)	50 шт	1.14567.0001



Сорбент EXtrelut® NT

Нужна помощь в выборе? Нужна информация об установке?

Наша служба технической поддержки будет счастлива помочь Вам.
Свяжитесь с нашими экспертами по электронной почте: techserv@sial.com

Для получения подробной информации о заказе посетите веб-сайт: SigmaAldrich.com

Специальные продукты для экологических исследований

Картриджи для ТФЭ с кокосовым углём Supelclean™ для определения нитрозаминов в питьевой воде

- Разработано специально для методики Агентства по охране окружающей среды № 521 – определение нитрозаминов в питьевой воде
- Неподвижная фаза из активированного кокосового угля - размер частиц: 80/120 меш
- Проверенное качество: низкое содержание мелкозернистой фракции и высокая степень извлечения нитрозамина.

Описание	Кол-во	Кат. №
Картриджи для ТФЭ с кокосовым углём Supelclean™, 2 г/6 мл	30	57144-U
Канюля Люэра	20	21015
Конус Люэра	20	25064-U

Продукт Supelclean™ Sulfoxide для твердофазной экстракции ПХБ из трансформаторного, отработанного и минерального масла

- Разработан для экстракции полихлорированных бифениловых соединений (ПХБ) из трансформаторного, отработанного или минерального масла
- Сульфоксидная фаза (-SO), привитая на силикагель
- Удерживание ПХБ на сорбенте обеспечивается благодаря взаимодействию электрофильного атома серы, содержащегося в неподвижной фазе, и системы п-электронов ароматических колец ПХБ
- Простая и эффективная методика пробоподготовки для определения ПХБ, характеризующейся пределом количественного определения, равным 0,5 мкг/кг



Описание	Кол-во	Кат. №
Стекланные картриджи для ТФЭ Supelclean™ Sulfoxide, 6 г/20 мл	5	55252-U
Стекланные картриджи для ТФЭ Supelclean™ Sulfoxide, 3 г/6 мл	30	55253-U
Сорбент Supelclean™ Sulfoxide, рассыпной, 100 г	1	55254-U
Пустые стекланные картриджи для ТФЭ (17 мм внутр. диам. x 137 мм с фильтром из ПЭ, 20 мл, в комплекте фильтр из ПЭ, колпачок Люэра и резьбовой колпачок)	5	55255-U
Одноразовые лайнеры из ПТФЭ	100	57059
Резервуар повышенной ёмкости (25 мл) для картриджей ТФЭ объёмом 6 мл, ПП	30	54258-U
Резервуар повышенной ёмкости (25 мл) для картриджей ТФЭ объёмом 6 мл, ПТФЭ	3	54259-U

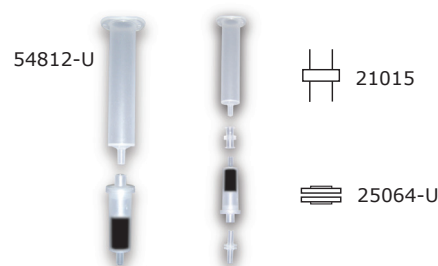
Обратимая ТФЭ высокополярных соединений, содержащихся в водных образцах с помощью картриджей Supelclean™ ENVI-Carb™.

- Сферические углеродные частицы (углеродное молекулярное сито), разработанные для ТФЭ высокополярных соединений из водных образцов, например, питьевой воды или грунтовых вод
- Обладают высочайшей аффинностью к полярным и неполярным органическим соединениям в полярных и неполярных матрицах в условиях обращённо-фазовой экстракции.
- Сферические частицы с развитой поверхностью, менее склонные к комкованию (из-за отсутствия мелкозернистой фазы), чем традиционные наполнители на основе графитизованной сажи
- При использовании в сочетании с вакуумным манифолдом для ТФЭ требуется также использовать конус Люэра, (25064-U), канюлю Люэра (21015) и пустой картридж для ТФЭ. Данные комплектующие не включены в комплект поставки.

Примеры извлечения высокополярных соединений

- Ацефат (LogPo/w: -0,85)
- Фенол (LogPo/w: 1,51)
- 1,4-диоксан (LogPo/w: -0,27)
- Оксамил (LogPo/w: -1,2)

Описание	Кол-во	Кат. №
Картридж Supelclean™ ENVI-Carb™ Plus для обратной ТФЭ, 0,4 г/1 мл	30	54812-U
Канюля Люэра	20	21015
Конус Люэра	20	25064-U

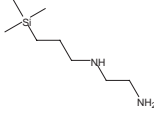


Для получения информации о продуктах, предназначенных для определения диоксинов, фурана, ПХБ, а также для получения специализированной брошюры посетите веб-сайт SigmaAldrich.com/dioxin

Специальные продукты для определения пестицидов

В отличие от обычных методик ТФЭ, основанных на принципе связывания и последующего вымывания аналитов, современная стратегия очистки анализируемого образца с применением метода ТФЭ заключается в удалении/связывании сорбентом большей части примесей, содержащихся в пробе, тогда как исследуемые вещества проходят через картридж без задержки. Получаемый элюат характеризуется высокой степенью очистки. Обычно используют предварительно наполненные картриджи

для ТФЭ, зачастую с двумя слоями сорбента. На похожих принципах основан применяемый во многих методиках подход QuEChERS (см. стр. 35), в котором используют наполнитель для ТФЭ без фиксации. Во всех случаях ключевыми факторами надежного и воспроизводимого определения пестицидов являются чистота и эффективность сорбентов. Будучи экспертами в технологии производства дисперсных материалов, мы поставляем качественные наполнители для ТФЭ.

Supelclean™ Ultra	- Разработан для очистки экстрактов из сложных в работе материалов, таких как сухие продукты сельского хозяйства (чай, специи, кофе и пр.) - Картридж для ТФЭ с двухслойным наполнением, заполненный смесью сорбента PSA/C18 и сферических частиц графитизированной сажи (верхний слой) и силикагелем, покрытым диоксидом циркония (нижний слой) - PSA удаляет кислотные примеси, C18 удерживает некоторые гидрофобные вещества, а специальная модифицированная сажа удаляет пигменты, обеспечивая высокое извлечение соединений с плоской структурой молекулы. - Силикагель, покрытый диоксидом циркония (Z-Sep), используют для удаления примесей масел и дополнительно участвует в удалении пигментов
Supel™ Sphere Carbon/NH₂	- Картридж для ТФЭ, заполненный сферическими, несlejивающимися частицами - Улучшенные характеристики потока и повышенная производительность для фильтрования под действием силы тяжести - Уменьшенная склонность к образованию мелкодисперсных фракций - Двухслойный картридж для ТФЭ, заполненный сферическими частицами графитизированной сажи (верхний слой) и сферическими частицами силикагеля с привитыми аминпропильными группами (нижний слой). Сорбенты разделены полиэтиленовым фильтром. - Разработано для достижения превосходного уровня очистки при определении остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах. - Углеродный наполнитель проявляет высокое сродство к плоским молекулам и может быть использован для выделения/удаления пигментов (например, хлорофилла и каротиноидов) и стероидов, которые обычно содержатся в пищевых продуктах - Аминопропильные группы (NH₂) удерживают жирные кислоты, органические кислоты, а также некоторые полярные пигменты и сахара, содержащиеся в пищевых продуктах.
ENVI-Carb™-II/ PSA 	- Двухслойный картридж для ТФЭ, заполненный сорбентами Supelclean™ ENVI-Carb™-II (верхний слой) и PSA (нижний слой). Сорбенты разделены полиэтиленовым фильтром. - Разработано для достижения превосходного уровня очистки при определении остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах (фруктах, овощах и пр.). - ENVI-Carb™-II - это непористый графитизованный углерод (100/140 меш, удельная площадь поверхности 100 м²/г), проявляющий сильную аффинность к плоским молекулам, разработанный и производимый специально для выделения/удаления пигментов (хлорофилла и каротиноидов) и стероидов, содержащихся во фруктах, овощах и других сельскохозяйственных продуктах. - Supelclean™ PSA - это сорбент с полимерным поверхностным слоем с привитыми N-пропилэтилендиаминовыми группами, содержащими первичные и вторичные аминные группы - Supelclean™ PSA проявляет высокую аффинность и ёмкость по отношению к жирным кислотам, органическим кислотам, а также некоторым полярным пигментам и сахарам, содержащимся в пищевых продуктах. - Согласно данным тестирования, данный материал обеспечивает высочайший уровень очистки проб, анализируемых методом ГХ-ПИД и ГХ-МС
ENVI-Carb™-II/ SAX/PSA	- Трёхслойный картридж для ТФЭ, заполненный сорбентами Supelclean™ ENVI-Carb™-II (верхний слой), SAX (средний слой) и PSA (нижний слой). Сорбенты разделены полиэтиленовыми фильтрами. - Разработано для достижения превосходного уровня очистки при определении остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах (фруктах, овощах и пр.). - ENVI-Carb™-II - это непористый графитизованный углерод (100/140 меш, удельная площадь поверхности 100 м²/г), проявляющий сильную аффинность к плоским молекулам, разработанный и производимый специально для выделения/удаления пигментов (хлорофилла и каротиноидов) и стероидов, содержащихся во фруктах, овощах и других сельскохозяйственных продуктах. - Supelclean™ PSA проявляет высокую аффинность и ёмкость по отношению к жирным кислотам, органическим кислотам, а также некоторым полярным пигментам и сахарам, содержащимся в пищевых продуктах. - Supelclean™ SAX позволяет использовать возможности ионообменной экстракции для удаления компонентов пробы, способных к подавлению или стимуляции ионов при анализе методом ГХ
SAX/PSA	- Двухслойный картридж для ТФЭ, заполненный сорбентами Supelclean™ SAX (верхний слой) и PSA (нижний слой). Сорбенты разделены полиэтиленовым фильтром. - Supelclean™ SAX - это сорбент с привитыми четвертичными аминными группами с противоионом Cl⁻ - Supelclean™ PSA - это сорбент с полимерным поверхностным слоем с привитыми N-пропилэтилендиаминовыми группами, содержащими первичные и вторичные аминные группы - Идеально подходит для удаления компонентов матрицы (жирные кислоты, органические кислоты, полярные пигменты и некоторые сахара) при проведении анализа пищевых продуктов на остаточные количества пестицидов - Соответствует требованиям методик Luke и Luke II, в которых ТФЭ используют для нивелирования эффектов подавления или стимуляции ионов, обусловленных природой матрицы, при определении пестицидов в пищевых продуктах методом ГХ
ENVI-Carb™	- Удельная площадь поверхности: 120 м²/г, Размер частиц: 100/400 меш - Высочайшая аффинность к полярным и неполярным органическим соединениям в полярных и неполярных матрицах в условиях обращённо-фазовой экстракции - Поверхность углерода составлена из шестичленных циклов, соединённых между собой и образующих слоистую графитоподобную структуру - Отсутствие пор в углероде обеспечивает быструю обработку, а процесс адсорбции не требует распределения аналита в порах твёрдой фазы. - Независимые исследователи доказали высокую применимость ENVI™-Carb для быстрой пробоподготовки при определении более чем 200 пестицидов в различных матрицах, включая грунтовые воды, фрукты и овощи
PSA 	- Фаза с полимерным поверхностным слоем с привитыми N-пропилэтилендиаминовыми группами, содержащими первичные и вторичные аминные группы - Слабый анионит (значение pKa лежит в диапазоне от 10,1 до 10,9) - Схож с аминпропильными сорбентами для ТФЭ в плане селективности, но характеризуется значительно большей ёмкостью благодаря наличию вторичной аминной группы (0,98-1,05 мэкв/г) - Проявляет высокую аффинность и ёмкость и позволяет удалять такие компоненты матрицы как жирные кислоты, органические кислоты, полярные пигменты и некоторые сахара при проведении анализа пищевых продуктов на остаточные количества пестицидов - Показано, что данный сорбент существенно снижает эффекты стимулирования ионов при проведении анализа пищевых продуктов методом ГХ, - Бидентатная структура лигандов позволяет осуществлять хелатирование

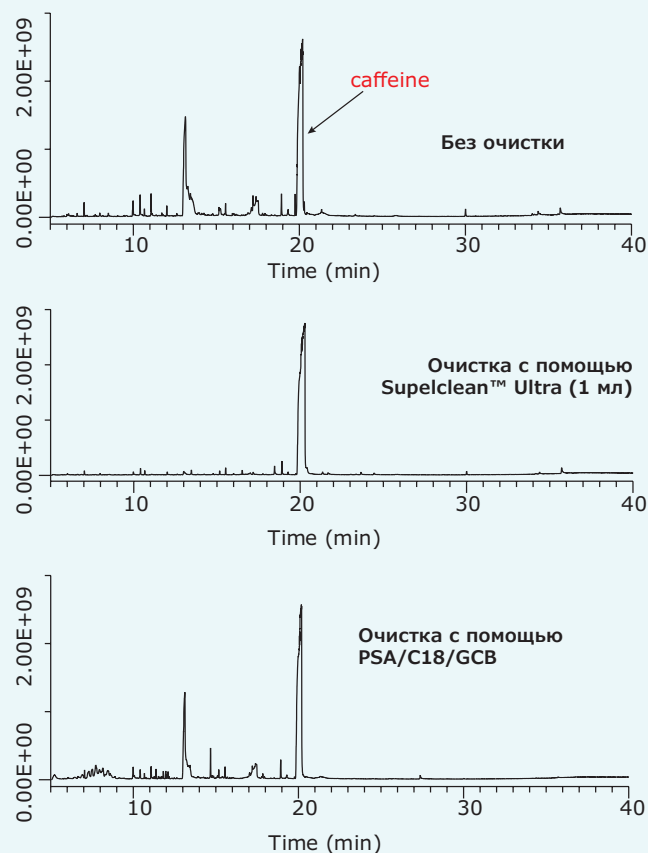
Supelclean™ Ultra

Картриджи Supelclean™ Ultra для твердофазной экстракции (ТФЭ) разработаны для очистки экстрактов из сложных в работе материалов, таких как сухие продукты сельского хозяйства (чай, специи, кофе и пр.), перед проведением анализа на остаточные количества пестицидов методом ГХ/МС/МС и ЖХ/МС/МС. Образцы подобного рода могут в большом количестве содержать пигменты и масла, которые не всегда удаётся эффективно удалить с применением стандартной методики QuEChERS. Картриджи Ultra позволяют использовать меньшие количества растворителей для получения экстрактов более высокой степени очистки и достижения большей степени извлечения пестицидов с плоскостной структурой молекул по сравнению с традиционными картриджами для ТФЭ. Благодаря эффективному устранению мешающих примесей, они позволяют аналитикам добиться снижения порога обнаружения аналитов до нескольких мкг/кг.

В рамках недавнего исследования в зелёный чай ввели 5 нг/г и 50 нг/г стандарта и провели экстракцию методом QuEChERS. Результаты очистки с помощью картриджа Supelclean™ Ultra 2400 ёмкостью 1 мл сравнили с результатами, полученными с использованием методики QuEChERS (PSA/C18/GCB). Экстракты проанализировали методом ЖХ/МС/МС и ГХ/МС/МС. Эффективность очистки сравнивали по уровню фоновой сигнала и по степени извлечения пестицидов.

На **рисунке 22** показано, что при использовании картриджа для ТФЭ Supelclean™ Ultra 2400 наблюдается менее интенсивный фоновый сигнал по сравнению с экстрактом, полученным по методике QuEChERS с использованием PSA/C18/GCB. Таким образом, становится возможным определение большего числа пестицидов при меньшей их концентрации. Преимуществом картриджей Supelclean™ Ultra является также сниженное потребление растворителей и отсутствие необходимости использования толуола при элюировании пестицидов с плоской молекулярной структурой.

Рисунок 22. Результаты анализа экстрактов зелёного чая методом ГХ/МС



Продукты Supelclean™ Ultra для ТФЭ

Описание	Кол-во	Кат. №
Supelclean™ Ultra 2400 (2 подложки)		
120 мг PSA, C18, смесь сферических углеродных частиц/100 мг Z-Sep, 1 мл	108	52779-U
270 мг PSA, C18, смесь сферических углеродных частиц/225 мг Z-Sep, 3 мл	54	54281-U



Для получения подробной информации посетите веб-сайт: SigmaAldrich.com/supelcleanultra

Supel™ Sphere Carbon/NH₂

Особенности и преимущества

- Картридж для ТФЭ, заполненный сферическими, несlejивающимися частицами
- Улучшенные характеристики потока и повышенная производительность для фильтрования под действием силы тяжести
- Уменьшенная склонность к образованию мелкодисперсных фракций
- Углеродный наполнитель позволяет удалять пигменты и стеринны, которые обычно содержатся во многих пищевых и натуральных продуктах
- Аминопропильные группы (NH₂) удаляют органические кислоты, полярные пигменты и сахара

Сферические материалы для ТФЭ оптимизируют характеристики потока и увеличивают производительность

Потребность отрасли в картриджах для ТФЭ с улучшенными характеристиками потока и сниженной склонностью к образованию мелкодисперсных частиц обусловила развитие линейки картриджей для ТФЭ, наполненных сферическими несlejивающимися частицами. Двухслойный картридж Supel™ Sphere Carbon/NH₂ для ТФЭ содержит сферические углеродные частицы и сферические частицы силикагеля, модифицированного аминопропильными группами (NH₂). Он был разработан для обеспечения наилучших характеристик потока при проведении анализа пищевых продуктов на остаточные количества пестицидов.

Применение картриджей Supel™ Sphere Carbon/NH₂ для определения остаточных количеств пестицидов в шпинате

В сравнительном исследовании эффективности картриджа Supel™ Sphere Carbon/NH₂ и существующих продуктов, содержащих материалы нерегулярной формы, было показано, что картридж Supel™ Sphere Carbon/NH₂ позволяет удалить то же количество окрашенных соединений и фоновых примесей, что и картриджи, заполненные материалами нерегулярной формы, обеспечивает ту же степень извлечения пестицидов, что и другие двухслойные картриджи для ТФЭ, и в то же время демонстрирует более высокую скорость и стабильность потока. Улучшенные характеристики потока и снижение интенсивности фонового сигнала при ГХ/МС-анализе показаны на рисунках 23 и 25.

Рисунок 23. Сравнение скорости потока

Время гравитационного элюирования растворителя (25 мл) через двухслойные картриджи. Среднее значение по результатам 5 измерений.

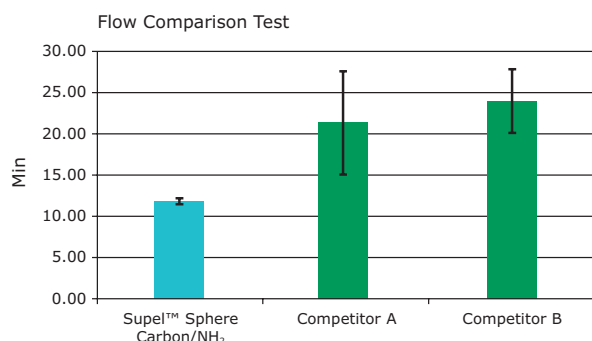


Рисунок 24. Картридж Supel Sphere

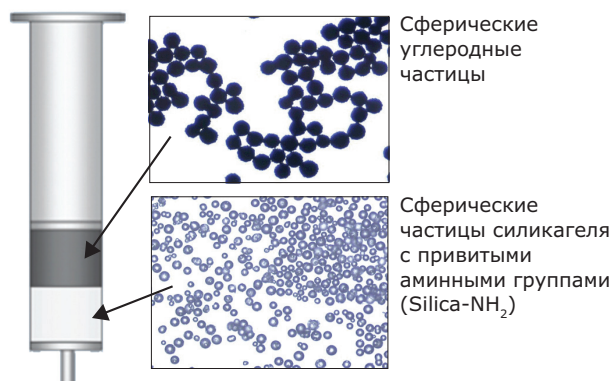
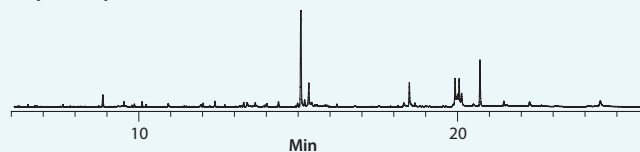


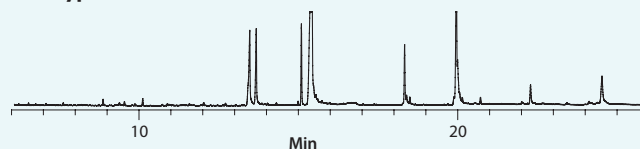
Рисунок 25. Результаты сравнения очищенных экстрактов шпината методом ГХ/МС

колонка:	SLB®-5 ms, 20 м x 0,18 мм внутр.диам., 0,36 мкм (28576-U)
термостат:	70 °C (2 мин), повышение температуры со скоростью 15 °C/мин до 325 °C (выдерживание в течение 5 мин)
температура инжектора:	Программируемая, 60 °C (0,28 мин), повышение температуры со скоростью 600 °C/мин до 325 °C (выдерживание в течение 5 мин)
газ-носитель:	гелий, 1 мл/мин, постоянный поток
детектор:	МС в режиме выборочного мониторинга заданных ионов (SIM)
объём пробы:	10 мкл в режиме ввода больших объемов, предварительное удаление растворителя в режиме программируемой температуры испарителя, высокая скорость ввода пробы, скорость деления потока: 100 мл/мин (5 psi/34,5 кПа) до истечения 0,28 мин, 60 мл/мин в течение 2,78 мин
Лайнер:	Внутр.диам. 4 мм, с делением/без деления потока, с сужением FocusLiner™ (набивка волокном)

Сферические углеродные/аминные наполнители Supel™ Sphere Carbon/NH₂



Конкурент



Описание	Кол-во	Кат. №
Картридж Supel™ Sphere Carbon/NH ₂ 500 мг/500 мг/6 мл	30	54283-U

Для получения подробной информации посетите веб-сайт:
SigmaAldrich.com/supelsphere

Supel™ QuE (дисперсионная ТФЭ) для методики QuEChERS

Быстрая и простая очистка перед определением остаточных количеств пестицидов

Методика "QuEChERS" (от английского Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe - быстрая, простая, дешёвая, эффективная, устойчивая и безопасная методика) стала популярной методикой пробоподготовки для определения остаточных количеств пестицидов в пищевых и сельскохозяйственных продуктах и была официально включена в стандарт EN15662:2008 и методику Ассоциации химиков-аналитиков AOAC 2007.01.

При проведении очистки по методике QuEChERS образцы пищевых/сельскохозяйственных продуктов экстрагируют смешивающимся с водой растворителем (например, ацетонитрилом) в присутствии большого количества солей (хлорида натрия и сульфата магния) и/или буферных агентов (например, цитратов), вызывающих фазовое разделение и стабилизирующих пестициды, неустойчивые в кислотной и щелочной средах, соответственно. После встряхивания и центрифугирования аликвоту органической фазы подвергают дальнейшей очистке методом ТФЭ. В отличие от традиционных методик с использованием колонок для ТФЭ, в методике QuEChERS можно достигнуть лучшего качества очистки благодаря смешению экстракта с большим количеством сорбента (например, Supelclean™ PSA, ENVI-Carb™ и/или Discovery® DSC-18). После очистки смесь центрифугируют, а полученный надосадочный раствор подвергают дополнительным процедурам пробоподготовки или сразу передают на анализ.

Флаконы и пробирки для центрифугирования линейки Supel™ QuE содержат заданные количества солей и сорбентов для ТФЭ, соответствующие требованиям большинства существующих методик QuEChERS.

Для получения подробной информации посетите веб-сайт: SigmaAldrich.com/quechers



Характеристики и преимущества

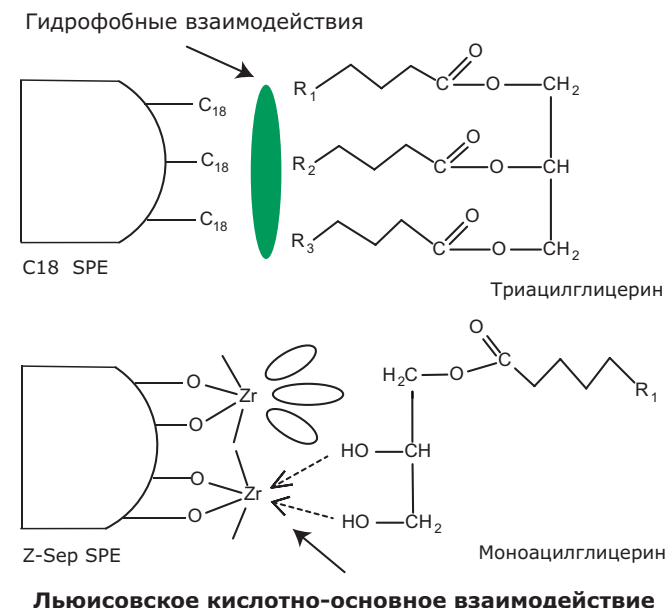
- Эффективная и экономичная очистка образца
- Готовые навески сорбентов и солей сокращают затраты времени и усилий при подготовке
- Высококачественные реагенты
- Удобные, надёжные и готовые к использованию пробирки для центрифуги объёмом 15 мл, 12 мл и 2 мл

Supel™ QuE Z-Sep: Удаление жиров из сложных в работе матриц

Частицы силикагеля с покрытием из диоксида циркония (ожидается выдача патента) сорбентов Supel™ QuE Z-Sep селективно удаляют больше жиров и окрашенных соединений из исследуемых экстрактов, чем традиционно используемые в методиках QuEChERS твёрдые фазы. Принцип связывания липидов основан на двух синергических взаимодействиях: между полярной группой липида и иммобилизованным на сорбенте диоксидом циркония (Z-Sep) и между гидрофобными частями молекул липидов и сорбента C18 или Z-Sep+. Сорбент Supel™ QuE Z-Sep/C18, представляющий собой сочетание частиц Discovery® DSC-18 и Z-Sep, рекомендован для очистки образцов, содержащих до 15% жиров. Для очистки образцов, содержащих свыше 15% жиров, рекомендован сорбент Supel™ QuE Z-Sep+, состоящий из силикагеля с привитыми группами C18 и диоксида циркония. Сорбент Supel™ QuE Z-Sep рекомендован для определения гидрофобных аналитов в жирных матрицах благодаря следующим свойствам:

- Существенное снижение мешающего влияния жирной матрицы и окрашенных соединений
- Повышение робастности методик анализа с использованием ЖХ-МС и ГХ-МС благодаря удалению примесей, связанных с природой матрицы
- Возможность использования в качестве замены для фаз C18 и PSA без дополнительной доработки методики

Рисунок 26. Схема взаимодействий Supel™ QuE Z-Sep и C18



Определение пестицидов в авокадо с использованием сорбента Z-Sep+ для пробоподготовки по методике QuEChERS

В последнем эксперименте, направленном на изучение предварительной очистки экстрактов авокадо до исследования остаточных пестицидов, сорбент Z-Sep+ продемонстрировал лучшую способность к очистке по сравнению с сорбентом PSA/C18, что показано на диаграмме ниже. После очистки с помощью сорбента Z-Sep+ масса оставшихся экстрагируемых веществ после очистки 1,44 г авокадо оказалась самой низкой. Кроме того, сорбент Z-Sep+ позволяет повысить степень извлечения аналита по сравнению с сорбентом PSA/C18, что показано на рисунке ниже.

Рисунок 27. Общее количество экстрагированных веществ

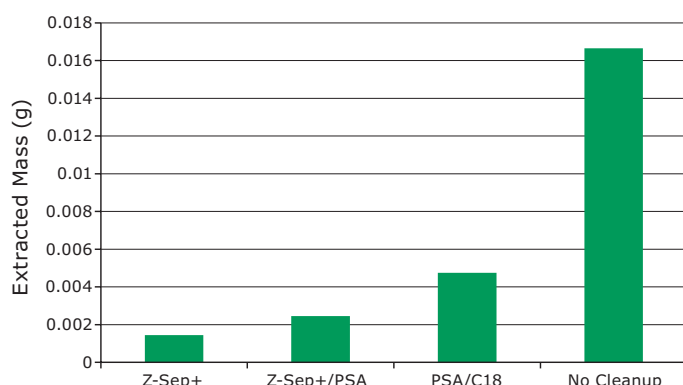
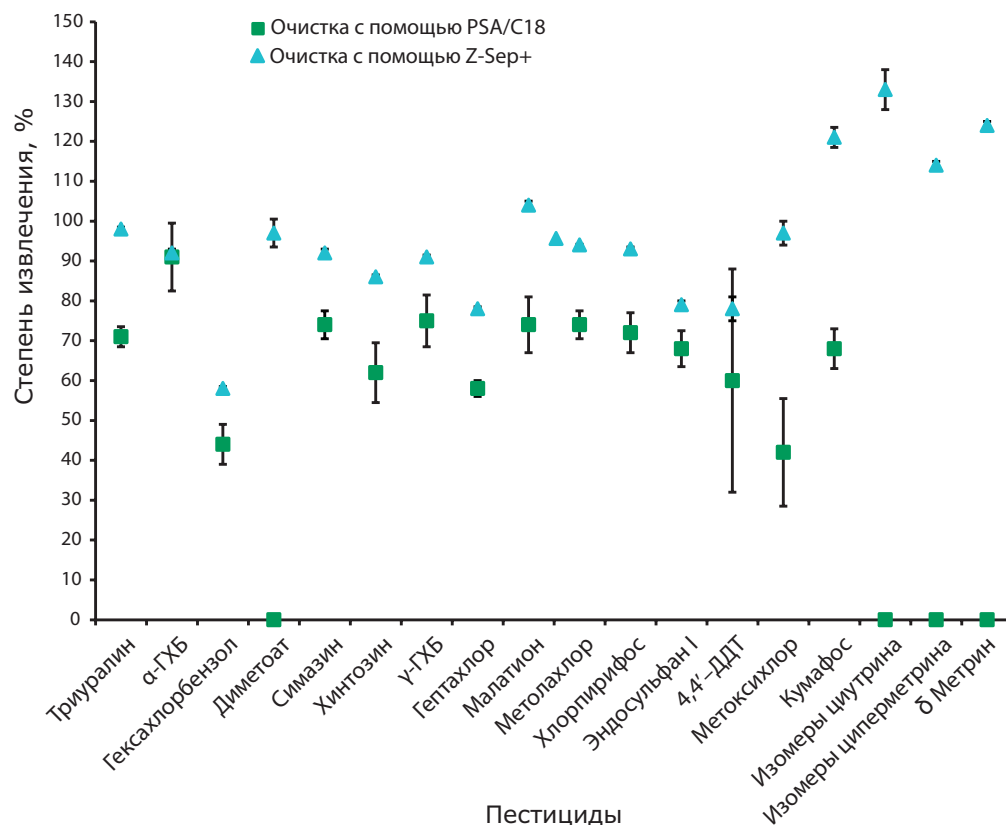


Рисунок 28. Степень извлечения выбранных пестицидов из авокадо



- Z-Sep+ показал более высокую общую степень извлечения.
- PSA/C18: компоненты матрицы не позволили провести анализ цифлутрина, циперметрина и дельтаметрина.
- Z-Sep+ показал лучшую воспроизводимость результатов по сравнению с PSA/C18.

Supel™ QuE Verde: Для сложных соединений в зеленой массе

Supel™ QuE Verde для QuEChERS соединяет в себе инновационный углерод и силикагель с покрытием из циркония (Z-Sep+) для достижения оптимального баланса между степенью извлечения и удалением окраски. Такое сочетание сорбентов позволяет добиться степени извлечения в диапазоне от 70 до 120% даже для самых сложных планарных пестицидов, и при этом поддерживать способность удаления пигмента в матрицах с высоким содержанием хлорофилла на уровне более 95%.

Supel™ QuE Verde является сочетанием улучшенной графитизированной сажи (GCB), Z-Sep+ и первично-вторичного амина (PSA). Улучшенная графитизированная сажа была разработана, чтобы оптимизировать удаление хлорофилла и увеличить степень извлечения пестицидов с плоской молекулярной структурой. Как уже говорилось, Z-Sep+ является силикагелем, который модифицирован как диоксидом циркония, так и C18. Диоксид циркония удерживает некоторые жиры и каротиноиды, в то время как C18 удерживает мешающие гидрофобные вещества. Смесь первичного и вторичного аминов (PSA) удаляет мешающие кислотные соединения. При очистке образцов, содержащих хлорофилл, данное сочетание сорбентов обеспечивает лучшую степень извлечения планарных пестицидов по сравнению с сорбентами, содержащими традиционную графитизированную сажу.

Узнайте больше на странице SigmaAldrich.com/verde

Для получения подробной информации посетите веб-сайт: SigmaAldrich.com/zsep

Продукты Supel™ QuE для методики QuEChERS

Предварительно заполненные картриджи для дисперсионной ТФЭ

Описание	Кол-во	Кат. №
EN15662:2008 (центрифужные пробирки объемом 15 мл, совместимые с шейкером)		
Пробирка Supel™ QuE PSA (EN), 15 мл 150 мг Supelclean™n PSA, 900 мг MgSO ₄	50	55437-U
Пробирка Supel™ QuE PSA/C18 (EN), 15 мл 150 мг Supelclean™ PSA, 150 мг Discovery® DSC-18, 900 мг MgSO ₄	50	55439-U
Пробирка 1 Supel™ QuE PSA/ENVI-Carb™ (EN), 15 мл 150 мг Supelclean™ PSA, 15 мг Supelclean™ ENVI-Carb™, 900 мг MgSO ₄	50	55446-U
Пробирка 2 Supel™ QuE PSA/ENVI-Carb™ (EN), 15 мл 150 мг Supelclean™ PSA, 45 мг Supelclean™ ENVI-Carb™, 900 мг MgSO ₄	50	55464-U
EN15662:2008 (центрифужные пробирки объемом 12 мл)		
Пробирка Supel™ QuE Citrate (EN), 12 мл 4 г MgSO ₄ , 1 г NaCl, 0,5 г сесквигидрата цитрата натрия двухосновного, 1 г дигидрата цитрата натрия трехосновного	50	55227-U
Пробирка Supel™ QuE Citrate/ Sodium Bicarbonate (EN), 12 мл 4 г MgSO ₄ , 5 г бикарбоната натрия, 1 г NaCl, 0,5 г сесквигидрата цитрата натрия двухосновного, 1 г дигидрата цитрата натрия трехосновного	50	55237-U
Пробирка Supel™ QuE PSA (EN), 12 мл 150 мг Supelclean™ PSA, 900 мг MgSO ₄	50	55228-U
Пробирка Supel™ QuE PSA/C18 (EN), 12 мл 150 мг Supelclean™ PSA, 150 мг Discovery® DSC-18, 900 мг MgSO ₄	50	55229-U
Пробирка 1 Supel™ QuE PSA/ENVI-Carb™ (EN), 12 мл 150 мг Supelclean™ PSA, 15 мг Supelclean™ ENVI-Carb™, 900 мг MgSO ₄	50	55230-U
Пробирка 2 Supel™ QuE PSA/ENVI-Carb™ (EN), 12 мл 150 мг Supelclean™ PSA, 45 мг Supelclean™ ENVI-Carb™, 900 мг MgSO ₄	50	55233-U
EN15662:2008 (центрифужные пробирки объемом 2 мл)		
Пробирка Supel™ QuE PSA (EN), 2 мл 25 мг Supelclean™ PSA, 150 мг MgSO ₄	100	55172-U
Пробирка Supel™ QuE PSA/C18 (EN), 2 мл 25 мг Supelclean™ PSA, 25 мг Discovery® DSC-18, 150 мг MgSO ₄	100	55173-U
Пробирка 1 Supel™ QuE PSA/ENVI-Carb™ (EN), 2 мл 25 мг Supelclean™ PSA, 2,5 мг Supelclean™ ENVI-Carb™, 150 мг MgSO ₄	100	55174-U
Пробирка 2 Supel™ QuE PSA/ENVI-Carb™ (EN), 2 мл 25 мг Supelclean™ PSA, 7,5 мг Supelclean™ ENVI-Carb™, 150 мг MgSO ₄	100	55176-U

Описание	Кол-во	Кат. №
АОАС 2007.01 (центрифужные пробирки объемом 15 мл, совместимые с шейкером)		
Пробирка Supel™ QuE PSA (AC), 15 мл 400 мг Supelclean™ PSA, 1200 мг MgSO ₄	50	55466-U
Пробирка Supel™ QuE PSA/C18 (AC), 15 мл 400 мг Supelclean™ PSA, 400 мг Discovery® DSC-18, 1200 мг MgSO ₄	50	55470-U
Пробирка 1 Supel™ QuE PSA/C18/ENVI-Carb™ (AC), 15 мл 400 мг Supelclean™ PSA, 400 мг Discovery® DSC-18, 400 мг Supelclean™ ENVI-Carb™, 1200 мг MgSO ₄	50	55474-U
АОАС 2007.01 (центрифужные пробирки объемом 12 мл)		
Пробирка Supel™ QuE Acetate (AC), 12 мл 6 г MgSO ₄ , 1,5 г ацетата натрия	50	55234-U
Пробирка Supel™ QuE PSA (AC), 12 мл 400 мг Supelclean™ PSA, 1200 мг MgSO ₄	50	55282-U
Пробирка Supel™ QuE PSA/C18 (AC), 12 мл 400 мг Supelclean™ PSA, 1200 мг MgSO ₄ , 400 мг Discovery® DSC-18,	50	55283-U
Пробирка Supel™ QuE PSA/C18/ENVI-Carb™ (AC), 12 мл 400 мг Supelclean™ PSA, 1200 мг MgSO ₄ , 400 мг Discovery® DSC-18, 400 мг ENVI-Carb™	50	55286-U
АОАС 2007.01 (центрифужные пробирки объемом 2 мл)		
Пробирка Supel™ QuE PSA (AC), 2 мл 50 мг Supelclean™ PSA, 150 мг MgSO ₄	100	55287-U
Пробирка Supel™ QuE PSA/C18 (AC), 2 мл 50 мг Supelclean™ PSA, 150 мг MgSO ₄ , 50 мг Discovery® DSC-18	100	55288-U
Пробирка Supel™ QuE PSA/C18/ENVI-Carb™ (AC), 2 мл 50 мг Supelclean™ PSA, 150 мг MgSO ₄ , 50 мг Discovery® DSC-18, 50 мг ENVI-Carb™	100	55289-U
Пробирка Supel™ QuE PSA/ENVI-Carb™ (AC) 50 мг Supelclean™ PSA, 150 мг MgSO ₄ , 50 мг ENVI-Carb™	100	Индивидуальный заказ
Специальная продукция для сложных матриц (содержащих жирные кислоты/липиды) (центрифужные пробирки объемом 2 мл)		
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep, 2 мл 75 мг Z-Sep	100	55411-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep/MgSO ₄ , 12 мл 50 мг Z-Sep, 150 мг MgSO ₄	100	55417-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep/C18, 2 мл 20 мг Z-Sep, 50 мг Discovery® DSC-18	100	55284-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep+, 2 мл 75 мг Z-Sep+	100	55408-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep+/MgSO ₄ , 2 мл 50 мг Z-Sep+, 150 мг MgSO ₄	100	55414-U
Пробирка Supel™ QuE Verde, 2 мл 60 мг Z-Sep+, 50 мг Supelclean™ PSA, 10 мг Supelclean™ ENVI-Carb™ Y, 150 мг MgSO ₄	100	55447-U

Продукты Supel™ QuE для методики QuEChERS

Описание	Кол-во	Кат. №
Специальная продукция для сложных матриц (содержащих жирные кислоты/липиды) (центрифужные пробирки объемом 15 мл, совместимые с шейкером)		
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep, 15 мл 500 мг Z-Sep	50	55491-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep/MgSO ₄ , 15 мл 300 мг Z-Sep, 900 мг MgSO ₄	50	55503-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep/C18, 15 мл 120 мг Z-Sep, 300 мг Discovery® DSC-18	50	55506-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep+, 15 мл 500 мг Z-Sep+	50	55486-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep+/MgSO ₄ , 15 мл 300 мг Z-Sep+, 900 мг MgSO ₄	50	55511-U
Пробирка Supel™ QuE Verde, 15 мл 480 мг Z-Sep+, 400 мг Supelclean™ PSA, 80 мг Supelclean™ ENVI-Carb™ Y, 1200 мг MgSO ₄	50	55442-U
Специальная продукция для сложных матриц (содержащих жирные кислоты/липиды) (центрифужные пробирки объемом 12 мл)		
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep, 12 мл 500 мг Z-Sep	50	55403-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep/MgSO ₄ , 12 мл 300 мг Z-Sep, 900 мг MgSO ₄	50	55407-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep/C18, 12 мл 120 мг Z-Sep, 300 мг Discovery® DSC-18	50	55401-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep+, 12 мл 500 мг Z-Sep+	50	55296-U
Пробирка Supel™ QuE Z-Sep+/MgSO ₄ , 12 мл 300 мг Z-Sep+, 900 мг MgSO ₄	50	55406-U
Небуферизованные пробирки для экстракции (пробирки для центрифугирования объемом 12 мл)		
Небуферизованная пробирка 1 Supel™ QuE, 12 мл 4 г MgSO ₄ , 1 г NaCl	50	55294-U
Небуферизованная пробирка 2 Supel™ QuE, 12 мл 6 г MgSO ₄ , 1,5 г NaCl	50	55295-U
Специальные соли для экстракции		
Пробирка Supel™ QuE с сульфатом аммония, 12 мл 1 000 4 г сульфата аммония	50	54276-U
Пустые пробирки для экстракции (50 мл)		
Пустые пробирки для экстракции и центрифугирования объемом 50 мл	50	55248-U

Сорбенты и соли

Описание	Кол-во	Кат. №
Supelclean™ PSA, насыпной сорбент	100 г	52738-U
Supelclean™ ENVI-Carb™, насыпной сорбент	50 г	57210-U
Discovery® DSC18, насыпной сорбент	100 г	52600-U
Z-Sep+	20 г	55299-U
Z-Sep	20 г	55418-U
MgSO ₄ (как указано в EN15662:2008)	различное	208094
Цитрат натрия двухосновный, сесквигидрат	различное	71635
Цитрат натрия трехосновный, дигидрат	различное	S4641
Хлорид натрия	различное	71379
Ацетат натрия	различное	241245

Шейкеры и комплектующие для методики QuEChERS

Описание	Кол-во	Кат. №
Лабораторные шейкеры Benchmark Benchmixer™ XL		
Стартовый набор из шейкера и штатива для методики QuEChERS, штепсельная вилка США, входное напряжение 115 В (переменный ток).	—	55278-U
Стартовый набор из шейкера и штатива для методики QuEChERS, европейская вилка Schuko, входное напряжение 230 В (переменный ток).	—	55438-U
Мешалка вортекс для нескольких пробирок, штепсельная вилка США, входное напряжение 115 В (переменный ток).	—	Z765503
Мешалка вортекс для нескольких пробирок, европейская вилка Schuko, входное напряжение 230 В (переменный ток).	—	Z765511
Лабораторные штативы для шейкеров Benchmark Benchmixer™ XL		
Штатив для шейкера для пробирок объемом 50 мл для экстракции по методике QuEChERS	1	55279-U
Штатив для шейкера для пробирок объемом 15 мл для очистки по методике QuEChERS	1	Z765589
Штатив для шейкера для пробирок объемом 2 мл для очистки по методике QuEChERS	1	Z765554

Чтобы получить образец нашей специальной продукции, посетите страницу SigmaAldrich.com/spe-samples



Специальные продукты для анализа микотоксинов

Картриджи для ТФЭ Supel™ Tox

Характеристики и преимущества

- Устраняет побочные сигналы при анализе микотоксинов
- Простой и не требующий временных затрат принцип без дополнительной доработки методики анализа
- Длительность пробоподготовки с использованием картриджей для ТФЭ в 10 раз меньше, чем в случае применения широко распространенных в промышленности иммуоаффинных колонок.
- Картриджи не требуют охлаждения при транспортировке и хранении



Продукты для ТФЭ Supel™ Tox

Описание	Использование
Supel™ Tox AflaZea	Очистка образцов злаков, кормов, полнорационных смесей, арахиса и продуктов из него, а также водных растворов, для определения афлатоксина и зеараленона.
Supel™ Tox DON	Очистка образцов пшеницы, муки и зёрен для определения деоксиниваленола (DON)
Supel™ Tox Tricho	Очистка зерновых и сложных матриц для определения трихотецинов типа А и В.
Supel™ Tox TrichoBind	Очистка зерновых и сложных матриц для определения и очистки трихотецинов типа А и В.
Supel™ Tox FumoniBind	Очистка образцов цельного и дроблёного зерна для определения фумонизина (В ₁ и В ₂).
Supel™ Tox OchraBind	Очистка образцов зерна и кормов для определения охратоксина А

Быстрая и простая очистка образца перед определением микотоксинов

Потребность в разработке быстрого и простого метода очистки образца перед определением микотоксинов послужила причиной создания линейки картриджей для ТФЭ, которые существенно снижают время пробоподготовки, увеличивают воспроизводимость результатов и являются более удобными в использовании, чем принятые в промышленности иммуоаффинные колонки (ИАК). Кроме того, подход Supel™ Tox SPE требует меньшего количества оборудования и расходных материалов, что позволяет снизить себестоимость анализа.

В продуктах Supel™ Tox AflaZea, DON, Tricho применяется стратегия удаления мешающих примесей.

В продуктах Supel™ Tox TrichoBind, FumoniBind и OchraBind применяется стратегия связывания и последующего элюирования.

Таблица 1. Процедуры очистки пробы с использованием картриджей для ТФЭ Supel™ Tox AflaZea и иммуоаффинных колонок (n=3)

	Иммуоаффинная колонка	Картридж для ТФЭ Supel™ Tox AflaZea
Время пробоподготовки (с момента окончания экстракции до начала анализа)	• 60 минут • 8 образцов в сутки (при обработке 1 образца за раз)	• 6 минут • 80 образцов в сутки (при обработке 1 образца за раз)
Простота использования	• Большие объёмы жидкости • Необходимость контроля скорости истечения • Сложный многостадийный процесс • Потребность во введении дополнительных буферных солей • Необходимость заморозки колонок и разогрева до комнатной температуры перед использованием	• Малые объёмы жидкости • Использование вакуумной фильтрации • Краткий и упрощённый процесс • Нет необходимости в дополнительных реагентах • Колонка не требует особых условий хранения
Процедура пробоподготовки (с момента окончания экстракции до начала анализа)	Стадия 1 (15 минут) 1. Установить коллектор для сбора пробы 2. Прилить 1 мл образца к 17 мл солевого раствора с фосфатным буфером, перемешать 3. Снять крышки с картриджей, установить в держатель и дать стечь жидкости 4. Установить резервуары, ввести пробы в картриджи Стадия 2 (15 минут) 1. Промыть от примесей 2. Повторно установить коллектор для сбора пробы 3. Произвести элюирование и сбор пробы Стадия 3 (30 минут) 1. Выпарить образец досуха 2. Разбавить образец растворителем и перемешать 3. Перенести пробу объёмом 0,2 мл в вialу 4. Разбавить образец растворителем и перемешать Анализ	Очистка и перенос (6 минут) 1. Установить коллектор для сбора пробы 2. Установить картриджи 3. Ввести образец объёмом 2 мл 4. Провести элюирование и сбор пробы под вакуумом 5. Перенести пробу объёмом 0,2 мл в вialу 6. Разбавить образец растворителем и перемешать Анализ

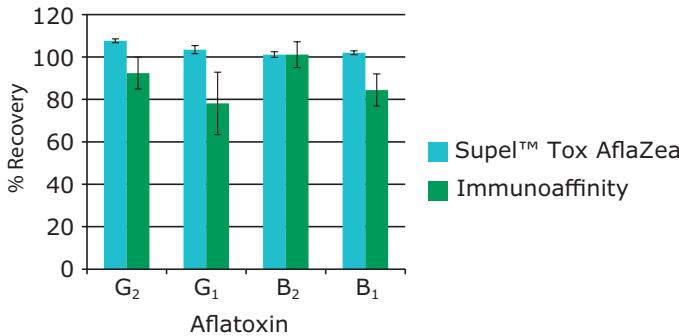
Область применения: Определение афлатоксинов в пасте из тертого сырого арахиса методом ВЭЖХ

В данном разделе приведено сравнение методик очистки пробы пасты из тертого арахиса перед проведением анализа на афлатоксины с использованием иммуноаффинных колонок и ТФЭ по длительности, эффективности и простоте пробоподготовки. Процедуры очистки пробы с использованием иммуноаффинных колонок ведущего производителя и картриджей для ТФЭ Supel™ Tox AflaZea (n=3) описаны в **Таблице 1** (см. предыдущую страницу). При выполнении работ регистрировали время, затрачиваемое на проведение каждой процедуры, затем усредняли полученные значения. Анализ проб осуществляли методом ВЭЖХ с флуоресцентным детектором, используя колонку Discovery® C18 и электрохимическую ячейку KOBRA® для дериватизации афлатоксина.

Пробоподготовка (длительность и простота работы)

Согласно **Таблице 1**, очистка пробы с использованием картриджей для ТФЭ Supel™ Tox AflaZea происходит в 10 раз быстрее очистки с использованием иммуноаффинных колонок. Использование картриджей для ТФЭ устранило потребность в использовании буферных растворов, посуды для сбора отходов, повторной установке коллектора и в дополнительном оборудовании для упаривания пробы. Таким образом, картриджи для ТФЭ являются более удобными в работе, чем иммуноаффинные колонки.

Рисунок 29. Очистка пробы перед определением афлатоксинов в пасте из тертого арахиса: Сравнение эффективности картриджей для ТФЭ Supel™ Tox AflaZea и иммуноаффинных колонок



Степень извлечения аналита

Методики очистки с использованием ИАК и ТФЭ были сравнены между собой по среднему значению степени извлечения (%) и относительному стандартному отклонению (%) полученных значений. На **рисунке 29** показано, что картриджи для ТФЭ Supel™ Tox AflaZea позволяют добиться более высокой степени извлечения аналитов B₁, G₁, B₂ и G₂ по сравнению с ИАК. К тому же, как видно по приведенным планкам погрешностей, значение относительного стандартного отклонения значительно ниже в случае применения ТФЭ для очистки пробы. Данный факт свидетельствует о повышении воспроизводимости результатов определения афлатоксинов в пасте из арахиса при использовании картриджей для ТФЭ вместо ИАК.

Заключение

Результаты эксперимента свидетельствуют о том, что пробоподготовку с использованием картриджей для ТФЭ Supel™ Tox AflaZea можно осуществить быстрее и проще, чем в случае применения иммуноаффинных колонок. Поскольку процесс очистки методом ТФЭ состоит из меньшего числа стадий, погрешность, вносимая в результат во время пробоподготовки, также сокращается, что делает методику более воспроизводимой. Кроме того, использование ТФЭ позволило значительно сократить время пробоподготовки, что, в свою очередь, привело к резкому увеличению производительности. Наконец, применение ТФЭ помогло минимизировать потребность в лабораторном оборудовании, реагентах и комплектующих для пробоподготовки. В данном исследовании показано превосходство картриджей для ТФЭ Supel™ Tox AflaZea над иммуноаффинными колонками с точки зрения простоты процесса, длительности пробоподготовки и нивелирования колебаний результатов при сохранении высокой эффективности очистки, характерной для ИАК.

Описание	Кол-во	Кат. №
Картридж для ТФЭ Supel™ Tox AflaZea, 6 мл	30	55314-U
Картридж для ТФЭ Supel™ Tox DON, 6 мл	30	55316-U
Картридж для ТФЭ Supel™ Tox Tricho, 6 мл	30	55308-U
Картридж для ТФЭ Supel™ Tox TrichoBind с резервуаром повышенной ёмкости	25	55307-U
Картридж для ТФЭ Supel™ Tox FumoniBind с резервуаром повышенной ёмкости	25	55315-U
Картридж для ТФЭ Supel™ Tox OchraBind с резервуаром повышенной ёмкости	25	55318-U

Специальные продукты для анализа пищевых масел

Картриджи для ТФЭ Supelclean™ EZ-POP NP

Характеристики и преимущества

- Позволяют одновременно осуществлять экстракцию полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) и удаление жирных составляющих матрицы и полярных примесей из проб масел
- Позволяют получать экстракты более высокой степени очистки и достигать большей степени извлечения ПАУ по сравнению с другими методиками ТФЭ
- Задействуют более простую и универсальную методологию, чем другие методики ТФЭ, сокращают число стадий процесса и позволяют применять методику с минимальной доработкой или без неё.
- Получаемые экстракты пригодны для анализа методом ГХ и ВЭЖХ
- Чистота получаемых экстрактов позволяет проводить анализ с использованием любого масс-спектрометрического детектора

Простая и эффективная экстракция липофильных стойких органических загрязнителей (СОЗ) из проб масла

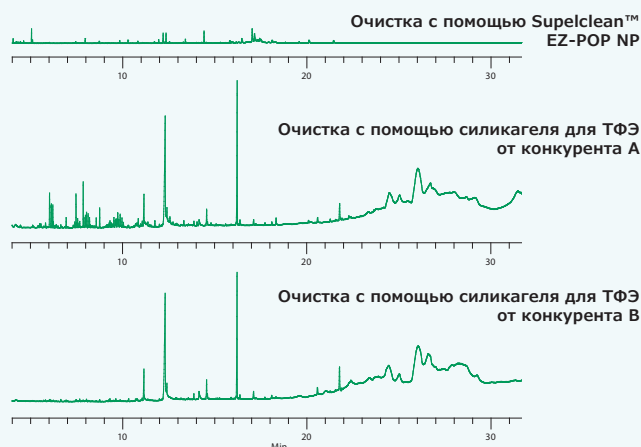
Данный тип картриджей для ТФЭ с двойным слоем наполнителя обеспечивает высочайший уровень очистки при экстракции неполярных СОЗ, особенно ПАУ различной молекулярной массы, из проб пищевых масел. Верхний слой, состоящий из наполнителя Florisil®, удерживает соединения с полярными функциональными группами, такие как кислоты и спирты. Нижний слой наполнителя Z-Sep/C18 связывает жирные составляющие матрицы благодаря гидрофобным и люисовским кислотно-основным взаимодействиям. Картридж удерживает жирные составляющие матрицы, а неполярные СОЗ вымываются ацетонитрилом. На выходе из системы экстракт готов к проведению анализа методом ГХ/МС или ВЭЖХ.

Область применения: Определение ПАУ а образце оливкового масла

Было проведено сравнение картриджей Supelclean™ EZ-POP NP и картриджей для ТФЭ с силикагелем, выпускаемых двумя конкурирующими фирмами. Параметрами сравнения были полнота удаления следов матрицы и степень извлечения аналитов (ПАУ) из проб оливкового масла. Картридж EZ-POP NP позволяет удалить большее количество нежелательных примесей, чем силикагель для ТФЭ, тем самым значительно снижая интенсивность побочных сигналов (см. рисунок 30).

Рисунок 30. Полные хроматограммы ГХ/МС экстракта оливкового масла (постоянный масштаб оси ординат)

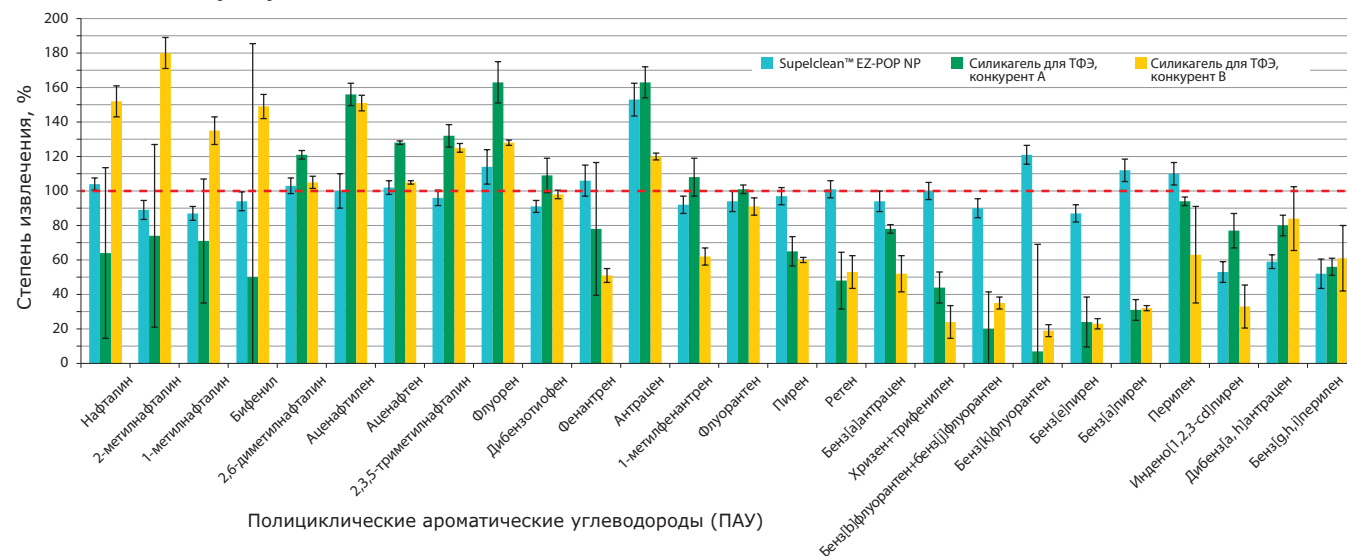
колонка:	SLB®-5 ms, 20 м x 0,18 мм внутр.диам., 0,18 мкм (28564-U)
термостат:	60 °C (1 мин), повышение температуры со скоростью 15 °C/мин до 250 °C, повышение температуры со скоростью 8 °C/мин до 330 °C (выдерживание в течение 7 мин)
температура инжектора:	300 °C
газ-носитель:	гелий, 1 мл/мин, постоянный поток
детектор:	МС
Температура на входе в масс-спектрометрический детектор:	330 °C
объём пробы:	1 мкл, импульсное введение (50 psi/345 кПа) без деления потока в течение 0,75 мин, начало деления потока по истечении 0,75 мин
Лайнер:	FocusLiner™, внутренний диаметр 4 мм с сужением и кварцевым волокном



Использование EZ-POP NP также обеспечивает более высоких и воспроизводимых значений степени извлечения аналитов по сравнению со стандартным силикагелем для ТФЭ (см. рисунок 31). Таким образом, применение картриджей Supelclean™ EZ-POP NP гарантирует надёжное удаление компонентов матрицы для определения ПАУ в оливковом масле методом ГХ/МС.

Описание	Кол-во	Кат. №
Supelclean™ EZ-POP NP, 2,5 г/1 мл	20	54341-U

Рисунок 31. Степень извлечения ПАУ из экстракта оливкового масла (n=3)



Аксессуары для ТФЭ

Оборудование и материалы для самостоятельного изготовления картриджей



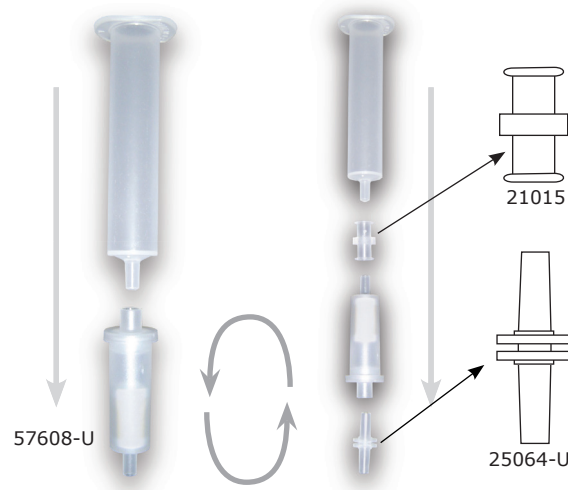
Детали для картриджей для ТФЭ

Описание	1 мл	3 мл	6 мл	12 мл	20 мл	60 мл
Пустые картриджи для ТФЭ с фриттой и без фритты	Кол-во	108	54	30	20	20
Пустые картриджи для ТФЭ из ПП с входными фриттами из ПЭ, размер пор - 20 мкм	57023	57024	57026	57176	57177	57178
Пустые картриджи для ТФЭ из ПП с фриттой из ПЭ, размер пор - 20 мкм, с предварительно установленной фриттой	54220-U (100 шт./уп.)	54221-U (100 шт./уп.)	54222-U (100 шт./уп.)	54223-U (100 шт./уп.)	57118-U	57119-U
Пустые картриджи для ТФЭ из ПП (без фритты)	57240-U	57241	57242	57179 (12 шт./уп.)	57021-U (12 шт./уп.)	57022
Пустые стеклянные картриджи для ТФЭ с фриттой из ПТФЭ, размер пор - 20 мкм	—	—	504394*	—	—	—
Крышки для картриджей для ТФЭ (закрывают верхнюю часть картриджей для ТФЭ)	Кол-во	108	54	30	20	20
Полипропиленовые крышки для картриджей из ПП для ТФЭ	52171-U	52172-U	52173-U	52174-U	52175-U	52176-U
Тефлоновые крышки для стеклянных картриджей для ТФЭ	—	—	504343*	—	—	—
Фритты для использования с картриджами для ТФЭ	Кол-во	216	108	60	40	32
ПЭ фритты для картриджей из ПП для ТФЭ, размер пор - 20 мкм	57244	57180-U	57181	57182-U	57183	57184
ПТФЭ фритты для картриджей из ПП для ТФЭ, размер пор - 20 мкм	57185	57186	57187	57188	—	57190-U
ПТФЭ фритты для стеклянных картриджей для ТФЭ, размер пор - 20 мкм	—	—	504327	—	—	—
Фритты из нержавеющей стали для картриджей из ПП для ТФЭ, размер пор - 20 мкм	—	—	57246-U	—	—	—
Инструмент для установки фритт для ТФЭ						
Инструмент для установки фритт для ТФЭ, 1 шт./уп.	55217-U	55218-U	55219-U	55221-U	55224-U	55224-U
Набор инструментов для установки фритт для ТФЭ (включает в себя 5 инструментов для картриджей объемом 1, 3, 6, 12 и 20/60 мл)	—	—	—	—	55226-U	—

ПП=полипропилен; ПЭ=полиэтилен * кол-во - 24 шт.

Дополнительное оборудование и аксессуары для ТФЭ

Описание	Кол-во	Кат. №
Пустые двухсторонние картриджи для ТФЭ из непьющего ПП с фриттами из ПЭ		
0,5 мл	50	57602-U
1,0 мл	50	57607-U
2,0 мл	50	57608-U
Набор из пустого полипропиленового картриджа Rezorian с фриттой из ПЭ, заглушками и крышками Люера.		
1,0 мл	50	57609-U
5,0 мл	50	57613-U
Пустые 96-луночные планшеты ТФЭ		
Квадратные лунки емкостью 2 мл, с фриттами из ПЭ	1	По запросу
Круглые лунки емкостью 1,25 мл, с фриттами из ПЭ	1	По запросу
Крышки, заглушки и соединительные устройства Люера		
Крышка для конуса Люера, ПП (закрывает наконечник колонки для ТФЭ)	12	57098
Заглушка для канюли Люера, ПП (закрывает ответную часть фитинга Люера)	12	504351
Канюля Люера	20	21015
Конус Люера	20	25064-U



Вакуумные манифолды Visiprep™ и Visiprep™ DL для ТФЭ

Вакуумные манифолды Visiprep™ позволят вам запускать одновременно от 12 до 24 картриджей для ТФЭ. Доступны модели две модели: конфигурация DL (disposable liner - одноразовый лайнер) и в стандартной конфигурации.



Вакуумный манифолд Visiprep™ с 12 портами в конфигурации DL (57044)

Вакуумный манифолд Visiprep™ DL полностью устраняет вероятность перекрестного загрязнения при работе с новым образцом на том же самом устройстве ввода пробы с помощью одноразового лайнера, через который проходит весь поток сквозь клапан. Лайнер состоит из ПП разъема Люера, который соединяется с картриджем для ТФЭ, и тонкостенной соединительной трубки из ПТФЭ, которая проходит через устройство ввода

пробы. Это гарантирует, что все поверхности устройства ввода пробы/клапана, контактировавшие с образцом, могут быть легко и удобно заменены после каждой экстракции.

Особенности и преимущества модели DL и стандартной модели

- Винтовые клапаны для каждого устройства ввода пробы для точного контроля потока простым поворотом присоединенной колонки для ТФЭ.
- Стеклоанная емкость не растворится, не помутнеет и не потеряет окраску при взаимодействии с растворителями
- Ножки на крышке позволяют пользователю легко оставить её на рабочей поверхности при снятии с вакуумного коллектора.
- Винтовой вакуумный перепускной клапан и манометр, устойчивые к действию растворителей, обеспечивают надёжную герметизацию.
- На ПП штативе размещаются флаконы для автосамплера, малые сцинтилляционные виалы, пробирки диаметром 10 и 16 мм и мерные колбы объемом 1, 2, 5 и 10 мл. Для моделей с 24 портами доступен также набор сцинтилляционных виал объемом 20 мл.

Описание	Кат. №
Вакуумный манифолд Visiprep™ в конфигурации DL для твердофазной экстракции	
Модель с 12 портами	57044
Модель с 24 портами	57265
Сменные лайнеры, ПТФЭ, 100 шт.	57059
Вакуумный манифолд Visiprep™ для твердофазной экстракции	
Модель с 12 портами	57030-U
Модель с 24 портами	57250-U



Вакуумный манифолд Visiprep™ с 24 портами (57250-U)

Манифолд Visiprep™ для пяти колб

Вакуумный манифолд Visiprep™ для пяти колб позволяет специалисту-аналитику одновременно осуществлять подготовку до пяти образцов с использованием колонок для ТФЭ.



В отличие от обычных вакуумных манифолдов, Visiprep™ для пяти колб даёт пользователям возможность сбора элюата после ТФЭ непосредственно в круглодонные или плоскодонные колбы объемом 50 мл для дальнейшего выпаривания на роторном испарителе. В комплект входят: крышка из химически стойкого материала с пятью вводами (доступны стандартная и DL-конфигурации), прокладка, основание, стеклянная емкость, вакуумный клапан, манометр, 5 регулирующих клапанов, 5 съемных игл для подачи растворителя и установочная пластина для размещения до пяти круглодонных или плоскодонных колб объемом 50 мл. Каждое устройство ввода манифолдов Visiprep™ стандартной или DL-конфигурации оснащено регулирующим клапаном.

Рекомендованный тип колб: Одногорлые колбы Aldrich®, 50 мл, шлиф: ST/NS 24/40

- Круглодонная (Кат. №Z414484
- Плоскодонная (Кат.) №Z418773

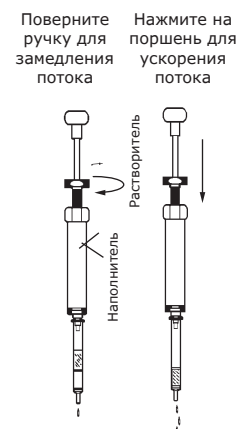
Описание	Кат. №
Вакуумный манифолд Visiprep™ для пяти колб	
Конфигурация DL (Disposable Liner, сменный лайнер)	57101-U
Стандартная конфигурация	57103-U
Комплект для переоборудования вакуумного манифолда Visiprep™ для пяти колб	
Для преобразования модели с 24 портами в модель DL для пяти колб, включает в себя крышку с пятью портами и сменными лайнерами и подставку для колб	57104-U

Устройство для работы с одним картриджем для ТФЭ Visi-1™

Устройство Visi-1™ - два уровня контроля потока

Наше устройство для работы с картриджем для ТФЭ Visi-1™ обеспечивает максимальный контроль скорости потока через картридж для ТФЭ объемом 1, 3 или 6 мл. Это самое быстрое, удобное и надежное приспособление для работы с одним образцом.

Просто заполните картридж для ТФЭ подходящим раствором и установите её в устройство Visi-1™. Извлеките колонку из устройства, введите следующую порцию раствора и повторите операции.



Описание	Кат. №
Устройство для работы с одним картриджем для ТФЭ Visi-1™	57080-U

Вакуумный манифолд Preppu™

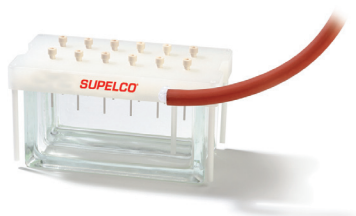
Проведите одновременную подготовку до 12 образцов с нашим самым простым и экономичным манифолдом. В комплект Preppu™ входят: крышка из химически стойкого материала, прокладка, стеклянная ёмкость, вакуумный клапан, 12 регулирующих клапанов с насечкой и иглы для растворителя из нержавеющей стали.

Доступны также два дополнительных держателя: держатель флаконов для автосемплера объёмом 2 и 4 мл и держатель для флаконов объёмом 15 мл (наружный диаметр 21 мм) или 40 мл (наружный диаметр 28 мм). Возможна также установка дополнительного вакуумного клапана для контроля глубины вакуума.

Описание	Кат. №
Вакуумный манифолд Preppu™	
Модель с 12 портами	57160-U
Запасные части Preppu™	
Крышка с регулировочными клапанами и иглы для растворителя	57158-U
Держатели для пробоприёмников	
Для флаконов объёмом 2 или 4 мл	57159-U
Для флаконов объёмом 15 или 40 мл	57162-U
Аксессуары	
Перепускной клапан с манометром	57161-U

Крышка из химически стойкого материала

Стеклянная ёмкость



Насадка для сушки Visidry™

Разработанная для совмещения с вакуумным коллектором Visiprep™, насадка для сушки Visidry™ (57100-U) также подходит для нашего экономичного манифолда Preppu™. Насадка Visidry™ устанавливается за несколько минут, совместима с любым источником инертного газа и позволяет высушить от 12 до 24 картриджей для ТФЭ одновременно. Она также подходит для испарения и концентрирования разбавленных образцов.



57030-U Модель с 12 портами
Поставляется отдельно

Скорость потока газа через каждый порт Visiprep можно регулировать независимо от других.

Описание	Кол-во	Кат. №
Насадка для сушки Visidry™		
Модель с 12 портами	1	57100-U
Модель с 24 портами	1	57124
Запасные части для насадки Visidry™		
Регулировочные ручки	2	57095
Фиксирующие С-образные клипсы	2	57096
Заглушки для канюли Люера	12	57098

Запасные адаптеры для картриджей ТФЭ (57020-U) перечислены на стр. 42.

ПРИМЕЧАНИЕ: Насадку Visidry™ нельзя использовать для сушки картриджей объёмом 12, 20 или 60 мл

Дозаторы Visiprep™ для образцов большого объёма

Предназначены для работы без вмешательства оператора с образцами больших объёмов с низкой вязкостью (неприменимо для стеклянных картриджей).

Конструкция дозатора: трубка из ПТФЭ диаметром 1/8 дюйма с грузиком из нержавеющей стали на одном конце и резьбовым адаптером для ТФЭ-картриджа на другом конце. Для использования дозатора конец с грузиком помещают в ёмкость с образцом, а адаптер соединяют с подготовленным картриджем для ТФЭ. Разрежение, созданное в манифолде, используют для переноса образца через трубку из ПТФЭ в картридж для ТФЭ, где происходит концентрирование исследуемых веществ и, в дальнейшем, их элюирование.



Грузик из нержавеющей стали

Описание	Кол-во	Кат. №
Дозаторы Visiprep™ для образцов большого объёма		
Для картриджей объёмом 12 мл, 20 мл или 60 мл (3 адаптера)	1	57272
Для картриджей объёмом 3 мл или 6 мл (4 адаптера)	1	57275
Запасные части		
Трубки из ПТФЭ диаметром 1/8 дюйма с цветовой маркировкой	4	57276
Гайки и уплотнители с цветовой маркировкой	4	57277
Грузики из нержавеющей стали	4	57278
Адаптеры для картриджей, резьба 1/4 - 28		
Для картриджей объёмом 3 или 6 мл	4	57273-U
Для картриджей объёмом 12, 20 или 60 мл	3	57274-U

Штатив для элюирования под действием силы тяжести при проведении ТФЭ

Этот универсальный штатив можно использовать с разнообразными картриджами и пробоприёмниками для одновременной экстракции нескольких образцов (до 12 картриджей). Комбинируя пластины, Вы можете отрегулировать держатель для следующих приспособлений:



- Картриджи объёмом 1 мл, 3 мл или 6 мл в форме цилиндра шприца
- Закрытые картриджи (для обратной ТФЭ)
- Мерные колбы объёмом 5 или 10 мл
- Флаконы объёмом 2 или 4 мл
- Пробирки с внутренним диаметром до 15 мм и длиной 10 см

Описание	Кат. №
Штатив для элюирования при проведении ТФЭ	21043-U

Запасные части и аксессуары для вакуумного манифолда

Описание	Кол-во	Кат. №
Для манифолда с 12 портами		
Крышка, 12 регулировочных клапанов, прокладка ¹	–	57031-U
Крышка, 12 регулировочных клапанов в конфигурации DL, прокладка ²	–	57029
Прокладки	2	57033
Держатель для сбора проб (основание, 3 опоры, центральная пластина, пластина для пробирок диаметром 10 мм, 12 фиксирующих зажимов) ³	–	57037
Пластина для пробирок диаметром 16 мм ³	–	57039
Пластина для флаконов автосемплера объемом 2 мл ³	–	57040-U
Пластина для сцинтилляционных флаконов автосемплера объемом 20 мл	–	57043
Брызгоотражатель	–	57045-U
Для манифолда с 24 портами		
Крышка, 24 регулировочных клапана, прокладка ⁴	–	57251
Крышка, 24 регулировочных клапана в конфигурации DL, прокладка ⁵	–	57266
Прокладки	2	57254
Держатель для сбора проб (основание, 2 опоры, центральная пластина, пластина для пробирок диаметром 10 мм, 8 фиксирующих зажимов) ⁶	–	57255
Пластина для пробирок диаметром 16 мм ⁶	–	57257
Пластина для флаконов автосемплера объемом 2 мл ⁶	–	57258
Для манифолда с 12 или 24 портами		
Шток клапана для вакуумного манифолда Visiprep™ в конфигурации DL	24	57146-U
Шток клапана для вакуумного манифолда Visiprep™/Preppy™	24	57147-U
Регулировочные клапаны ⁷	2	57032
Иглы для растворителя, ПТФЭ ^{1,8}	12	57047
Иглы для растворителя, нержавеющая сталь ⁷	12	57036
Сменные лайнеры для манифолда DL, ПТФЭ ^{2,5}	100	57059
Регулировочные клапаны для сменных лайнеров ⁹	2	57028
Направляющие иглы, нержавеющая сталь ^{2,10}	12	57027
Перепускной клапан с манометром		57035-U
Фиксирующие зажимы держателя для сбора проб	12	57041
Пробирки 10x75 мм ^{1,2,8,10}	12	57042

¹ Совместимо с 57030-U

² Совместимо с 57044

³ Совместимо с 57030-U и 57044

⁴ Совместимо с 57250-U

⁵ Совместимо с 57265

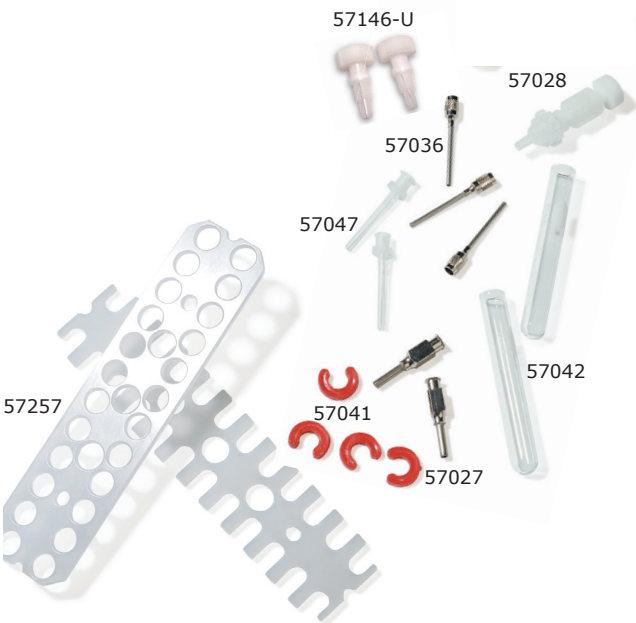
⁶ Совместимо с 57250-U и 57265

⁷ Совместимо с 57030-U и 57250-U

⁸ 2 упаковки с 57250-U в комплекте

⁹ Совместимо с 57044 и 57265

¹⁰ 2 упаковки с 57265 в комплекте



Ловушки для вакуумных манифолдов

Ловушка устанавливается между вакуумным манифолдом Visiprep™ для ТФЭ и источником вакуума и задерживает жидкость, выходящую из картриджей, предотвращая тем самым загрязнение вакуумного насоса. Простой в сборке комплект включает в себя полипропиленовую коническую колбу для фильтрации, резиновую пробку с отверстием, полипропиленовую трубку длиной 4 дюйма (10 см) и красный вакуумный шланг длиной 5 футов (1,5 м).



Описание	Кат. №
Ловушка для вакуумного насоса	57120-U

Перепускной клапан с манометром

Устанавливается в систему для контроля уровня вакуума



Описание	Кат. №
Перепускной клапан с манометром	57161-U

Регулировочные клапаны с длинным штоком для манифолдов Visiprep™

Установите данные клапаны на Вашем стандартном вакуумном манифолде с 12 или 24 портами, чередуя их со стандартными клапанами, если намерены использовать картриджи объемом 12, 20 или 60 мл на всех портах манифолда.

Не предназначены для использования с манифолдами в конфигурации DL.



Описание	Кол-во	Кат. №
Регулировочные клапаны с длинным штоком	6	57048

Ручки для регулировочных клапанов с длинным штоком

Если Вы оснастили свой вакуумный манифолд Visiprep™ регулировочными клапанами с длинным штоком, эти ручки позволят Вам присоединить насадку для сушки Visidry™ без их демонтажа.

ПРИМЕЧАНИЕ: Не предназначено для использования с 24-портовым манифолдом при работе с картриджами объемом 12, 20 или 60 мл

Описание	Кол-во	Кат. №
Ручки для регулировочных клапанов с длинным штоком	6	57093

96-Луночный вакуумный манифолд

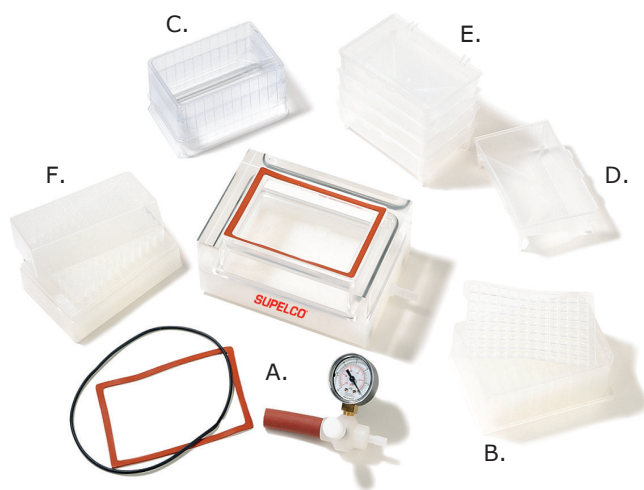
Вакуумный манифолд PlatePrep

В конструкцию вакуумного манифолда PlatePrep входит прозрачная акриловая крышка, упрощающая контроль скорости потоков при работе с 96-луночным планшетом для ТФЭ. Полипропиленовое основание обладает отличной химической стойкостью, а вынесенный перепускной клапан с манометром позволяет контролировать общую скорость потока через лунки планшета.

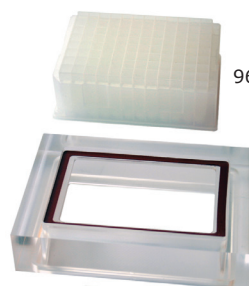
Используйте этот компактный вакуумный манифолд в сочетании с любым 96-луночным планшетом, чтобы обрабатывать до 96 образцов одновременно. Возможность контроля процесса одним вентиляем и параллельная обработка нескольких образцов, а также однородность потока в системе позволяет упростить процедуру разработки методики, упорядочить рабочий процесс и добиться повышения воспроизводимости. Неиспользованные лунки могут быть закрыты и задействованы в последующих экспериментах.

В стартовый комплект (575650-U) входят:

- A. 1 Вакуумный манифолд PlatePrep (57192-U)
- B. 1 Поддон для сбора с 96 квадратными лунками, 2 мл, ПП (575653-U)
- C. 2 сменных лотка для сбора проб/отходов, ПВХ (575654-U)
- D. 1 прокалываемый покрывной мат для 96-луночных планшетов с квадратными лунками (575655-U)
- E. 5 резервуаров для реагентов (R9259-100EA)
- F. 1 Сборный держатель для картриджей (CLS4410-960EA)



96-луночный планшет для ТФЭ



Прозрачная акриловая крышка



Поддон для сбора с 96 квадратными лунками или одноразовый лоток для сбора проб/отходов



Полипропиленовое основание (57194-U)

Описание	Кол-во	Кат. №
Вакуумный манифолд PlatePrep	1	57192-U
Стартовый комплект с 96-луночным планшетом и коллектором PlatePrep	1	575650-U
Запасные части для вакуумного коллектора PlatePrep		
Набор для замены прокладки/соединений	1	57195-U
Выносной перепускной клапан с манометром	1	57161-U
Аксессуары для 96-луночных планшетов для ТФЭ		
Поддоны для сбора с 96 квадратными лунками, 1 мл, ПП	50	575652-U
Поддоны для сбора с 96 квадратными лунками, 2 мл, ПП	50	575653-U
Одноразовые лотки для сбора проб/отходов, ПВХ	25	575654-U
Прокалываемые покрывные маты для 96-луночных планшетов с квадратными лунками	50	575655-U
Резервуары для реагентов	100	R9259-100EA
Сборный держатель для колонок	1	CLS4410-960EA

Аксессуары для систем ENVI-Disk™

Держатель дисков ENVI-Disk™

Используйте держатели дисков ENVI-Disk™ с дисками для ТФЭ ENVI™-DSK диаметром 47 мм (для получения информации о дисках ENVI™-8 и ENVI™-18 DSK для ТФЭ см. стр. 19). Уникальная конструкция держателя позволяет надежно фиксировать каждый устанавливаемый диск и



удерживать его без замятий и разрывов. Винтовые фиксаторы обеспечивают равномерное давление на диск и поверхность уплотнителей, что позволяет исключить вероятность утечек. Держатель ENVI-Disk™ обеспечивает недостижимый для пружинных держателей уровень герметичности.

Изделие состоит из воронки для образцов объемом 1 л, винтового зажима, тefлонового опорного диска и тefлонового основания фильтра с переходником для подсоединения вакуумного насоса. Используйте пробирки 25 x 250 мм для сбора элюата. Колба и пробирки для сбора не включены в комплект поставки держателя и поставляются отдельно.

Описание	Кат. №
Держатель дисков ENVI-Disk™	57173
Колба на шлифе 40/35 объемом 1 л ¹	Z290610-1EA
Пробирка для сбора элюата, 25x250 мм ¹	57175

¹ Поставляется отдельно, не входит в комплект держателя

Манифолд для дисков ENVI-Disk™

Манифолд для дисков ENVI-Disk™ снабжён шестью позициями для фиксирования дисков ENVI-Disk™ с колбами, позволяя проводить экстракцию до 6 образцов объемом 1 л одновременно. Контроль каждой из шести рабочих станций осуществляется независимым регулировочным клапаном. Конструкция клапанов обеспечивает сообщение колбы с атмосферой при переключении из открытого положения в закрытое. Скорость потока регулируется игольчатым клапаном манифолда.



В комплект входит устойчивое основание из полимерного материала с шестью позициями для установки, шесть регулировочных клапанов, игольчатый клапан, манометр и вакуумный шланг. Стеклоанный сосуд ёмкостью 1 л играет роль уловителя для защиты вакуумного насоса в случае переполнения одной из колб.

Описание	Кат. №
Манифолд для дисков ENVI-Disk™	57174

Зажим для дисков ENVI-Disk™

- Устраняет утечки
- Пригоден для использования с любой колбой на шлифе 34/45

При использовании со стандартным приспособлением для фильтрования через 47-миллиметровые диски, держатель ENVI-Disk™ обеспечивает лучшую герметичность системы и предотвращает протечки как при проведении твердофазной экстракции, так и при фильтровании растворителей для ВЭЖХ.



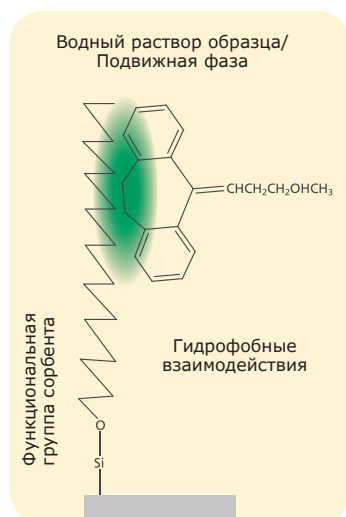
Используйте только с воронками со стеклянным фильтрующим дном, оснащенными съёмным фильтром, например, с устройством для фильтрования подвижной фазы Supelco® №1 (58061), №2 (58062-U), с воронкой типа (58064 или 58068). Данное приспособление нельзя использовать в сочетании с несъёмными стеклянными фильтрами или сетками из нержавеющей стали.

Описание	Кат. №
Зажим для дисков ENVI-Disk™, 47 мм в сборе	57260-U
Съёмный тefлоновый фильтр	57261

Методология ТФЭ и полезные сведения

Обращённо-фазовая ТФЭ

Считается, что обращённо-фазовая ТФЭ характеризуется наименее селективным механизмом удерживания по сравнению с нормально-фазовой или ионообменной ТФЭ. Другими словами, применяя метод обращённо-фазовой экстракции или сорбент с какими-либо привитыми группами, пользователь может столкнуться со сложностями в разделении молекул со сходной структурой. Однако, поскольку именно обращённо-фазовая экстракция позволяет удерживать большинство молекул с любой степенью гидрофобности, она является крайне полезной при анализе аналитов различной структуры, экстрагированных из одного образца.



Механизм удерживания: Неполярные или гидрофобные взаимодействия

- Ван-дер-ваальсовы или дисперсионные силы

Матрица образца: Водный раствор

- Биологические жидкости (сыворотка, плазма, моча)
- Водные экстракты тканей
- Пробы воды при экологических исследованиях
- Образцы вина, пива и других напитков и пищевых продуктов на водной основе

Характеристики аналита: Аналиты с неполярными функциональными группами

- Большинство органических аналитов
- Алкильные, ароматические, алициклические функциональные группы

Схема элюирования: Разрушение обращённо-фазового взаимодействия путем введения неполярного растворителя или смеси неполярных растворителей

- Метанол, ацетонитрил, дихлорметан
- Смеси буферного раствора и растворителя

Области наиболее частого применения

- Анализ наркотических веществ и их метаболитов в биологических жидкостях
- Анализ веществ, загрязняющих источники воды
- Пестициды и другие загрязняющие вещества в водных экстрактах, полученных из тканей и твердых образцов

Основные стадии

1. Предварительная обработка образца - Образцы, содержащие большое количество мешающих соединений (например, биологические жидкости) разбавляют буферным раствором в соотношении 1:1. Изменение pH может быть важным в случае работы с соединениями, которые могут переходить в ионную форму. Форма, в которой находится соединение, способное к ионизации, может существенным образом изменить параметры его удерживания и элюирования на определенном сорбенте ТФЭ.

Когда аналит находится в электронейтральном состоянии, он становится более гидрофобным, и в условиях обращённо-фазовой экстракции его удержание сорбентом усиливается. Изменяя значение pH образца на 2 единицы выше или ниже pK_a соединения (в зависимости от природы функциональной группы), можно эффективно нейтрализовать или, наоборот, перевести данное соединение в ионную форму. При работе с тканями или другими твердыми образцами проводят твердо-жидкостную экстракцию или гомогенизацию с помощью буферного раствора. Неполярные растворители (включая метанол и изопропиловый спирт) нарушают взаимодействие между соединением и функциональными группами сорбента.

Для того, чтобы избежать забивания фильтра, может потребоваться центрифугирование, разбавление и/или предварительное фильтрование образца до введения его в сорбент для ТФЭ.

2. Кондиционирование/уравновешивание - Кондиционирование это смачивание/активация привитой фазы и обеспечения наилучшего взаимодействия аналита и функциональных групп сорбента. Обращённо-фазовые сорбенты часто кондиционируют путем промывания водорастворимым растворителем, например, метанолом или ацетонитрилом, взятым в объёме, равном 1-2 объёмам картриджа.

При уравновешивании в картридж вводят раствор, схожий по свойствам растворителя и pH с матрицей образца, для достижения максимальной связывающей способности сорбента. Для уравновешивания картриджа в условиях обращённо-фазовой экстракции лучше всего подходит буферный раствор, использованный при подготовке образца, или вода, взятые в объёме, равном 1-2 объёмам колонки.

3. Введение образца - Образец, подготовленный на стадии 1, вводят в картридж с постоянной небольшой скоростью (примерно 1-2 капли в секунду) для обеспечения оптимального времени контакта и удерживания.

4. Промывка - Мешающие соединения, содержащиеся во вводимом образце, часто удерживаются сорбентом вместе с исследуемыми веществами. Стадия промывания необходима для удаления побочных веществ до элюирования исследуемых соединений. Типичными растворителями для промывания являются 5-20% водный раствор метанола или буферный раствор, который использовали при подготовке образца.

5. Элюирование - На стадии элюирования гидрофобные взаимодействия между аналитом и функциональными группами сорбента разрушают путем введения неполярного органического растворителя или смеси неполярных растворителей. Например, для элюирования могут использовать метанол или ацетонитрил в объёме, равном 1-2 объёмам картриджа.

Задание того или иного уровня pH при элюировании зачастую увеличивает степень извлечения аналитов, склонных к ионизации. Основные и кислотные соединения становятся более полярными при ионизации, что приводит к ослаблению обращённо-фазового взаимодействия и позволяет использовать более мягкие растворители или уменьшить объём растворителя для элюирования.

6. Работа с элюатом - Последующая обработка полученного элюата зачастую заключается в выпаривании элюата и его разбавлении подвижной фазой перед проведением анализа методом ЖХ. Исследование образца методом ГХ часто требует проведения дополнительного концентрирования пробы и/или замены матрицы на более летучий растворитель.

Наконечники для ТФЭ

- Предварительная обработка образца позволяет разрушить связи белков и лекарственных соединений. В число возможных способов входят:
 - Добавление 40 мкл 2% раствора динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (Трилон Б) на 100 мкл плазмы крови мышей
 - Добавление 40 мкл 2% раствора муравьиной кислоты на 100 мкл плазмы крови мышей
 - Другие реагенты (на 100 мкл матрицы): 40 мкл 2% раствора трихлоруксусной кислоты, 40 мкл 2% раствора уксусной кислоты, 40 мкл 2% раствора трифторуксусной кислоты, 40 мкл 2% раствора фосфорной кислоты или 200 мкл ацетонитрила (для осаждения белка).
 - Если перед анализом требуется упаривание полученного элюата, пропускайте вакуумным насосом воздух через колонку для ТФЭ в течение примерно 10 минут. Данная мера позволит удалить остатки влаги и сократить время упаривания.
- Постоянная и небольшая скорость дозирования жидкости (1-2 капли в секунду) на стадии ввода пробы и элюирования позволяет добиться большей степени извлечения и воспроизводимости результатов.
- Для минимизации объёма растворителя при элюировании следует уменьшить массу сорбента.
- Для удерживания более полярных соединений следует увеличить массу сорбента.
- Пересушивание сорбента является критически важной проблемой только в случае использования метанола для кондиционирования.
- Для удаления загрязнений, способных помешать проведению последующего анализа, допускается проводить предварительное промывание картриджа дихлорметаном или растворителем, используемым для элюирования, перед процедурой кондиционирования.

Ионообменная и смешанная ТФЭ

Механизм удерживания: Электростатическое взаимодействие заряженных функциональных групп аналита (аналитов) и противоположно заряженных функциональных групп сорбента. В смешанном режиме используется сочетание обращённо-фазового и ионообменного механизмов удерживания.

Матрица образца: Образцы на водной или органической основе с низким содержанием солей ($< 0,1 \text{ M}$)

- Биологические жидкости
- Образцы продуктов жидкофазного синтеза

Характеристики аналита:

- Для выделения основных соединений (первичных, вторичных, третичных и четвертичных аминов) используют катиониты
- Для выделения кислотных соединений (карбоновых кислот, сульфокислот и фосфатов) используют аниониты

Схема элюирования: Электростатические взаимодействия можно нарушить путем:

- Изменения pH, приводящего к нейтрализации функциональных групп исследуемого соединения или сорбента
- Увеличения концентрации соли ($> 1 \text{ M}$) или использования более селективного противоиона, способного вступать в параллельную реакцию ионного обмена.

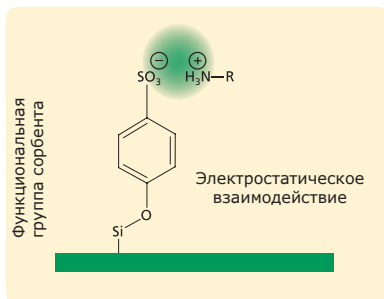
Области наиболее частого применения:

- Анализ наркотических и фармацевтических веществ в биологических жидкостях
- Удаление жирных кислот из образцов пищевых/сельскохозяйственных продуктов
- Очистка реакционных смесей
- Выделение органических кислот из мочи
- Определение гербицидов в почвах

Для реализации электростатического взаимодействия между аналитом и сорбентом их функциональные группы должны находиться в ионизированной форме. Этого можно добиться путем строгого контроля значения pH матрицы образца. Для аналитов с основными свойствами следует поддерживать значение pH не менее чем на 2 единицы ниже значения pK_a соединения. Для аналитов с кислотными свойствами следует поддерживать значение pH не менее чем на 2 единицы выше значения pK_a соединения.

Для элюирования действует обратное правило. Задавая значение pH элюента на 2 единицы выше или ниже pK_a аналита и/или сорбента, можно нейтрализовать их функциональные группы, тем самым нарушая их электростатическое взаимодействие и создавая условия для элюирования.

Примечание: Из-за меньшей скорости обменных процессов между функциональными группами аналитов и сорбента при ионообменной экстракции (по сравнению с нормально-фазовой или обращённо-фазовой экстракцией) скорость подачи пробы должна быть снижена примерно до 1 капли в секунду. Для обеспечения достаточного времени пребывания и взаимодействия фаз может потребоваться увеличение объема элюента и промывной жидкости.



Основные стадии

1. Предварительная обработка образца - Концентрация солей не должна превышать $0,1 \text{ M}$. Образцы разбавляют буферным раствором с подходящим значением pH, обеспечивающим ионизацию функциональных групп аналита, в соотношении 1:1.

Примеры:

- Основные соединения: разбавить раствором буферного агента (например, фосфата калия или ацетата аммония) с концентрацией $10\text{--}25 \text{ mM}$ и pH $3\text{--}6$.
- Кислотные соединения: разбавить раствором буферного агента (например, ацетатным буфером) с концентрацией $10\text{--}50 \text{ mM}$ и pH $7\text{--}9$.

Для анализа образцов, содержащих большое количество мешающих соединений (например, биологических жидкостей) с переменными концентрациями солей, следует проводить ТФЭ в смешанном режиме.

2. Кондиционирование/уравновешивание - Если образец находится в неполярном растворителе, этот же растворитель можно использовать для кондиционирования картриджа для ТФЭ. В случае анализа образцов на водной основе для кондиционирования можно использовать метанол или ацетонитрил в объеме, равном 1-2 объемам картриджа. Уравновешивание колонки производят буферным раствором, схожим или идентичным с раствором, использованным для подготовки пробы, по pH и концентрации соли.

3. Введение образца - Образец, подготовленный на стадии 1, вводят в картридж с постоянной небольшой скоростью (примерно 1 капля в секунду) для обеспечения оптимального удерживания. Перенос вещества в колонках для ионообменной ТФЭ происходит медленнее, чем в колонках для нормально-фазовой или обращённо-фазовой ТФЭ. Низкая скорость потока чрезвычайно важна для достижения высокой степени извлечения.

4. Промывание - Во избежание преждевременного элюирования исследуемых веществ необходимо контролировать pH и ионную силу промывного раствора. Для удаления полярных примесей следует использовать буферный раствор с подходящим значением pH (например, буферный раствор, использованный при подготовке пробы). Более гидрофобные примеси можно удалить, промывая колонку смесью метанола (до 100%) и буферного раствора, использованного при подготовке пробы.

5. Элюирование - Для обеспечения оптимальной скорости десорбции исследуемого соединения следует поддерживать постоянную небольшую скорость потока (примерно 1 капля в секунду). Наиболее распространенный способ контроля элюирования заключается в регулировании pH. Кроме того, большинство ионообменных сорбентов проявляет смешанные свойства. Для нейтрализации вторичных обращённо-фазовых взаимодействий необходимо присутствие органического модификатора.

Примеры:

- Элюирование основных соединений проводят 2-5% раствором гидроксида аммония в $50\text{--}100\%$ метаноле
- Элюирование кислотных соединений проводят 2-5% раствором уксусной кислоты в $50\text{--}100\%$ метаноле

Другие способы элюирования:

- Использование элюента с высоким содержанием солей ($> 1 \text{ M}$)
- Использование более селективного противоиона, способного вступать в параллельную реакцию ионного обмена с активными центрами сорбента.

6. Последующая обработка элюата - Существует множество стратегий элюирования. Для минимизации потребности в обработке элюата необходимо провести исследование и оптимизацию различных методик.

Селективность противоиона и ионный обмен

Селективность противоиона определяется степенью, в которой он способен конкурировать с другими противоионами при взаимодействии с функциональной группой сорбента. Для оптимизации удерживания следует провести уравновешивание сорбента и/или пробы противоионом, характеризующимся меньшей селективностью по сравнению с функциональной группой аналита (минимизация конкуренции). Для улучшения характеристики элюирования следует использовать буферные растворы, содержащие противоионы большей селективности по сравнению с функциональной группой аналита.

Для катионитов:

- $\text{Ca}^{2+} > \text{Mg}^{2+} > \text{K}^{+} > \text{Mn}^{2+} > \text{RNH}_3^{+} > \text{NH}_4^{+} > \text{Na}^{+} > \text{H}^{+} > \text{Li}^{+}$

Для анионитов:

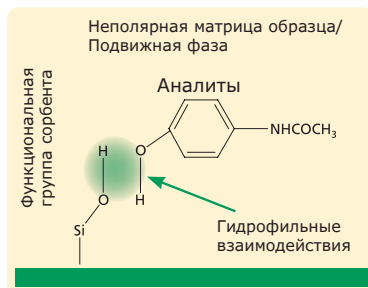
- Бензолсульфонат-ион > цитрат-ион > $\text{HSO}_4^{-} > \text{NO}_3^{-} > \text{HSO}_3^{-} > \text{NO}_2^{-} > \text{Cl}^{-} > \text{HCO}_3^{-} > \text{HPO}_4^{2-} > \text{формиат-ион} > \text{ацетат-ион} > \text{пропионат-ион} > \text{F}^{-} > \text{OH}^{-}$

Для замены противоиона на более селективный требуется пропустить через картридж 1 N. раствор соответствующей соли в объеме, равном 2-5 объемам сорбента. Для замены противоиона на менее селективный требуется пропустить через картридж 1 N. раствор соответствующей соли в объеме, равном 5-6 объемам сорбента.

Примечание: Кратность объема сорбента и раствора определяется сравнительной селективностью нового противоиона по сравнению с заменяемым.

Нормально-фазовая ТФЭ

Для достижения оптимального удерживания на полярном сорбенте вводимый в систему аналит должен содержаться в неполярном растворителе или неполярной подвижной фазе. Следовательно, в перечень типичных матриц образцов, пригодных для нормально-фазовой ТФЭ, входят масла углеводородной или жировой природы, разбавленные органическим растворителем: гексаном, изооктаном, хлорированными углеводородами, ТГФ, диэтиловым эфиром или этилацетатом.



Большинство аналитов органической природы содержат полярные функциональные группы, которые помогают осуществить нормально-фазовое разделение. Из-за наличия полярных групп в соединениях различной природы и разной селективности их взаимодействия с сорбентом становится возможным разделение схожих по структуре веществ.

Механизм удерживания: Полярные взаимодействия

- Водородные, п-п, диполь-дипольные взаимодействия и взаимодействия «диполь-индуцированный диполь»

Матрица образца: Неполярные вещества

- Органические экстракты твердых веществ
- Очень неполярные растворители
- Масла жировой и углеводородной природы

Характеристики аналита: Аналиты с полярными функциональными группами

- Гидроксильные, карбонильные, аминные группы, двойные связи
- Гетероатомы (O, N, S, P)
- Функциональные группы с резонансными структурами

Схема элюирования: Полярные взаимодействия разрушают путем введения более полярного растворителя или раствора

- Ацетонитрил, метанол, изопропанол
- Смеси растворителей с буферными агентами или другими растворителями

Области наиболее частого применения:

- Очистка органических экстрактов почв и ила
- Фракционирование углеводородного сырья
- Определение ПХБ в трансформаторном масле
- Выделение основных соединений из косметики

Основные стадии

- Предварительная подготовка образца** - Перед началом работ жидкие образцы следует сначала экстрагировать или разбавить неполярным растворителем, например, гексаном или хлорированным углеводородом. Образцы почвы, ила и других твердых веществ предварительно экстрагируют неполярным растворителем путем кипячения в аппарате Сокслета или обработки ультразвуком и подвергают концентрированию. Остаточные следы влаги могут затруднять нормально-фазовое удерживание. Перед проведением ТФЭ может потребоваться дополнительное осушение органического экстракта над безводным сульфатом натрия или магния.
- Кондиционирование/уравновешивание** - Для кондиционирования и уравновешивания колонки следует использовать неполярный растворитель, схожий или идентичный по природе матрице пробы после подготовки, в объеме, равном 2-3 объемам колонки.

3. Введение образца - Образец, подготовленный на стадии 1, вводят в колонку с постоянной небольшой скоростью (примерно 1-2 капли в секунду) для обеспечения оптимального удерживания. Для оптимизации характеристик удерживания исследуемые соединения должны быть растворены в неполярной жидкости, например, в гексане. Обращаем Ваше внимание на то, что метанол и ацетонитрил зачастую используют для элюирования при проведении нормально-фазовой ТФЭ. Во многих случаях данные растворители не способствуют удерживанию вещества при введении пробы.

4. Промывка - Мешающие соединения, содержащиеся во вводимом образце, часто удерживаются сорбентом вместе с исследуемыми веществами. Стадия промывания необходима для удаления побочных веществ до элюирования исследуемых соединений. Для уравновешивания колонки в условиях нормально-фазовой экстракции лучше всего подходит растворитель, использованный при подготовке образца или кондиционировании колонки, взятые в объеме, равном 1-2 объемам картриджа.

5. Элюирование - Полярные взаимодействия аналита и сорбента разрушают путем введения растворителя или смеси растворителя и буферного раствора, характеризующихся большей полярностью, чем матрица образца и промывной раствор. В число типичных элюентов входят смешивающиеся с водой органические растворители: ацетон, ацетонитрил, метанол и изопропанол. Элюирование растворителем или смесью растворителей с возрастающей полярностью позволяет проводить фракционирование соединений разных классов. Для получения дополнительной информации см. таблицу «Типичные растворители для нормально-фазовой экстракции».

6. Обработка элюата - Элюат, получаемый путем нормально-фазовой ТФЭ, часто исследуют методом ГХ, следовательно, перед вводом пробы необходимо заместить матрицу образца более летучим растворителем. Для удаления следов влаги следует использовать безводный сульфат натрия или магния. Также перед проведением анализа может потребоваться провести концентрирование пробы.

Типичные растворители для нормально-фазовой экстракции

Растворитель	Элюирующая способность (e°) при экстракции на силикагеле	Способствует удерживанию в нормально-фазовых условиях
Гексан	0,00	
Изооктан	0,00	
Тетрахлорид углерода	0,14	
Толуол	0,22	
Бензол	0,27	
Метил-трет-бутиловый эфир	0,29	
Хлороформ	0,31	
Метиленхлорид (дихлорметан)	0,32	
Диэтиловый эфир	0,29	
Этилацетат	0,43	Способствует элюированию в нормально-фазовых условиях
Тetraгидрофуран	0,35	
Ацетон	0,45	
Ацетонитрил	0,50	
40% раствор метанола в ацетонитриле	0,67	
20% раствор метанола в диэтиловом эфире	0,65	
20% раствор метанола в дихлорметане	0,63	
Изопропанол	0,63	
Метанол	0,73	
Вода	>0,73	
Уксусная кислота	>0,73	



КОМПЛЕКСНОЕ ОСНАЩЕНИЕ
ЛАБОРАТОРИЙ



звонок бесплатный

Номер подключен на сетях операторов
МТС, Билайн, Мегафон и Теле2

Для размещения заказа:

ООО «КОМПАНИЯ ХЕЛИКОН»

121374, г. Москва

Кутузовский проспект, д. 88

Тел.: +7 (499) 705-50-50

mail@helicon.ru

8 800 770 71 21

бесплатный звонок по России

www.helicon.ru

ФИЛИАЛЫ:

ПРЕДСТАВИТЕЛЬСТВО В СИБИРСКОМ РЕГИОНЕ:

630090 г. Новосибирск,
ул. Инженерная, д. 28
Тел.: +7 (383) 207-84-85
novosibirsk@helicon.ru

ПРЕДСТАВИТЕЛЬСТВО В СЕВЕРО-ЗАПАДНОМ РЕГИОНЕ:

195220 г. Санкт-Петербург,
ул. Гжатская, д. 22, корп. 1
Тел.: +7 (812) 244-85-52
spb@helicon.ru

ПРЕДСТАВИТЕЛЬСТВО В ПРИВОЛЖСКОМ РЕГИОНЕ:

420021 г. Казань,
ул. Татарстан, д. 14/59, оф. 201
Тел.: +7 (843) 202-33-37
volga@helicon.ru

ПРЕДСТАВИТЕЛЬСТВО В ЮЖНОМ РЕГИОНЕ:

344116 г. Ростов-на-Дону,
ул. 2-ая Володарская, д. 76/23а
Тел.: +7 (863) 294-87-66
rostov@helicon.ru

Для получения дополнительной информации Вы можете обратиться:

ООО «Мерк»

115054, г. Москва, ул. Валовая, д. 35

Тел.: +7 (495) 937-33-04

E-mail: russia@merckgroup.com