

14. Cromatografia

Preparazione del Campione/SPE



Basic principles of SPE

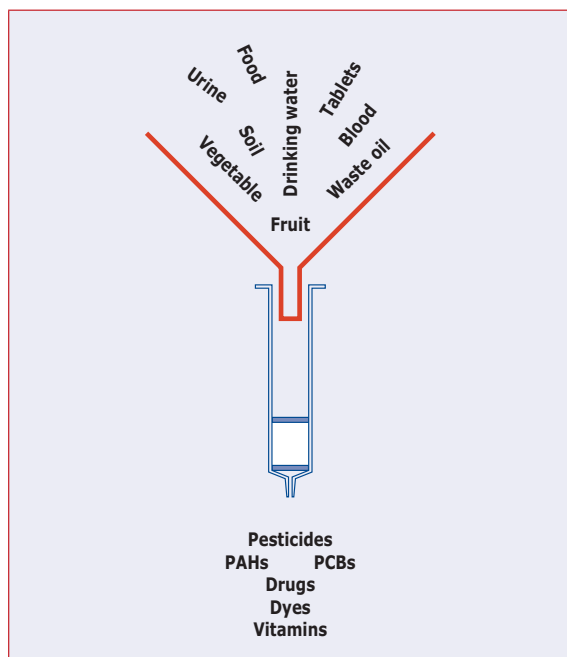


Solid phase extraction (SPE) is a powerful method for sample preparation and is used by most chromatographers today.

More than 20 years ago MACHÉREY-NAGEL designed and introduced CHROMABOND® SPE cartridges containing silica-based adsorbents. Since then we developed the widest range of phases and products for SPE based on silica and polymeric materials.

SPE has capabilities in a broad range of applications:

- environmental analyses
- pharmaceutical and biochemical analyses
- organic chemistry
- food analysis



SPE is a form of digital (step-wise) chromatography designed to extract, partition, and/or adsorb one or more components from a liquid phase (sample) onto a stationary phase (adsorbent or resin). An adsorbed substance can be removed from the adsorbent by step-wise increase of elution strength of the eluent (step gradient technique). SPE extends a chromatographic system's lifetime, improves qualitative and quantitative analysis, and the demand placed on an analytical instrument is considerably lessened.

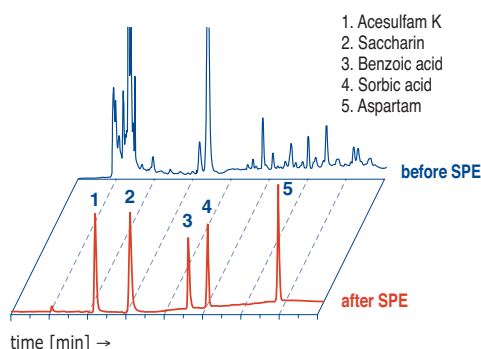
In general, SPE is used for three important purposes in state-of-the-art analyses:

- concentration of the analyte
(up to factor 10.000 - increase of chromatographic sensibility / improved limits of detection)
- removal of interfering compounds
(protection of subsequent analyses like HPLC, GC, TLC, UV or IR spectroscopy, ...)
- changing an analyte's environment to a simpler matrix more suitable for subsequent analyses

Advantages of SPE compared to classical liquid-liquid extraction:

- lower consumption of solvents
- faster – enormous time savings
- lower costs per sample
- potential for automation
- high consistency in individual sample handling
- more specific selectivity because of the broad range of adsorbents and different retention mechanisms
- optimisation of extraction by variation or adjusting of the solid phase and chromatographic conditions

Separation of food additives

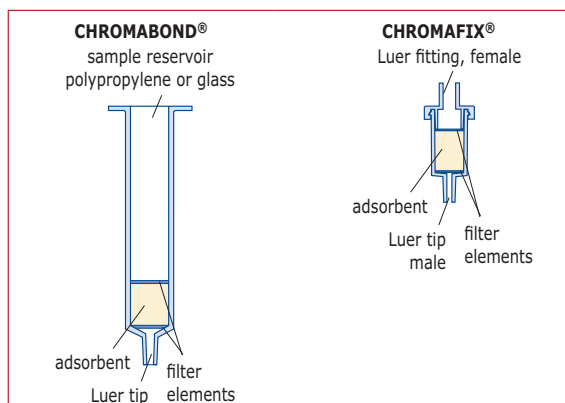




Basic principles and summary of MN phases for SPE

Design of columns and cartridges

All CHROMABOND® columns and CHROMADIX® cartridges are manufactured from polypropylene (PP) with lowest content of extractables (plasticizers, stabilisers, ...) offering blank value free results by usage of most common solvents. The high quality CHROMABOND® adsorbents are kept in place by chemically very inert polyethylene filter elements (PE, standard pore size 20 µm). Funnel-shaped large volume columns, 96-well plates and cartridges for automated and on-line SPE packed with CHROMABOND® adsorbents are available on request.



CHROMABOND® polypropylene columns

- PP columns with PE filter elements
- different sizes from 1, 3, 6 up to 150 ml
- adsorbent weights from 20 mg to 50 g
- male luer tip as exit
- compatible with most robots (e.g., Gilson ASPEC™, Caliper AutoTrace®)

CHROMABOND® glass columns are available on request.

CHROMAFIX® cartridges

- PP cartridges with PE filter elements
- three different sizes with different adsorbent weights: **Small** (0.4 ml), **Medium** (0.8 ml), **Large** (1.8 ml)
- female Luer tip at the inlet, male Luer tip as exit
- offers alternative way of handling using positive pressure by syringes or peristaltic pumps
- especially suited for convenient SPE of small sample volumes

Solid phase extraction

Phase	Matrix	Modification / Application	Similar phases*
RP phases			
HR-X	PS/DVB		ENVI-Chrom P, Strata™-X, Oasis® HLB, Nexus
PS-RP	PS/DVB	removal of organic components	Strata™ SDB-L, Bond Elut® ENV, Bond Elut® LMS, DCS-PS/DVB, ENV PS-DVB, Bakerbond™ H ₂ O-phobic DVB, Isolute® 101
C ₁₈	silica	octadecyl, not endcapped	Strata™ C18-U, Accubond® C18, Bakerbond™ PolarPlus, Isolute® C18, LiChrolut® RP-18
C ₁₈ Hydra	silica	octadecyl, not endcapped, for polar analytes	
Normal phases			
SiOH	silica	unmodified	Strata™ Si-1, Bond Elut® silica, DSC-Si, LC-Si, CLEAN-UP® silica, Accubond® silica, Bakerbond™ silica gel, Isolute® silica, LiChrolut® Si
NH ₂	silica	aminopropyl	Strata™ NH ₂ , Sep-Pak® NH ₂ , Bond Elut NH ₂ , DSC-NH ₂ , LC-NH ₂ , CLEAN-UP® aminopropyl, Accubond® NH ₂ , Bakerbond™ amino, Isolute® NH ₂ , LiChrolut® NH ₂
OH	silica	diol	DSC-Diol, LC-Diol, Accubond® Diol (OH)
Alox A/N/B	aluminium oxide	acidic / neutral / basic	LC-Alumina-A/N/B, Accubond® aluminium oxide A/N/B
Florisil®	magnesium silicate		Strata™ FL-PR, Sep-Pak® Florisil®, Bond Elut® Florisil®, ENVI-Florisil®, LC-Florisil®, CLEAN-UP® Florisil®, Accubond® Florisil®, Bakerbond™ Florisil®, Isolute® FL, LiChrolut® Florisil®
PA	polyamide 6		DPA-6S
Ion exchangers			
SA	silica	benzenesulphonic acid cation exchanger (SCX)	Strata™ SCX, Bond Elut® SCX, DSC-SCX, LC-SCX, CLEAN-UP® Benzenesulfonic Acid, Accubond® SCX, Bakerbond™ Aromatic Sulfonic Acid, Isolute® SCX, LiChrolut® SCX
PSA	silica	propylsulphonic acid cation exchanger	
PS-OH ⁻	PS/DVB	strong anion exchanger, OH ⁻ form	Oasis® MAX
PS-H ⁺	PS/DVB	strong cation exchanger, H ⁺ form	Oasis® MCX, Strata™ X-C
PS-Ag ⁺	PS/DVB	strong cation exchanger, Ag ⁺ form	
PS-Ba ²⁺	PS/DVB	strong cation exchanger, Ba ²⁺ form	
Phases for special applications			
Drug	silica	bifunctional C ₈ /SA, for enrichment of drugs from urine	Strata™ Screen-C, Bond Elut® Certify I, DSC-MCAX, Clean Screen® DAU, Accubond® Evidex, Bakerbond™ Narc-2, Isolute® HCX, LiChrolut® TSC
Drug II	silica	bifunctional C ₈ /SB, for extraction of THC and derivatives as well as acidic analytes from biological fluids	Strata™ Screen-A, Bond Elut Certify II, Clean Screen® THC, Bakerbond® Narc-1, Isolute® HAX
CN/SiOH	silica	combination phase for PAHs from soil	
NH ₂ /C ₁₈	silica	combination phase for PAHs from water	
Na ₂ SO ₄ /Florisil®	silica	combination phase for extraction of hydrocarbons from water (DIN H-53 / ISO DIS 9377-4)	
SA/SiOH	silica	combination phase for PCBs from waste oil	
Diamino	silica	primary and secondary amine functions (PSA), for de-termination of pesticides in food (QuEChERS method)	Supelclean PSA, Bond Elut PSA
* phases which provide a similar selectivity based on chemical or physical properties (list not complete)			

14. Cromatografia

Preparazione del Campione/SPE



1 CHROMABOND® HR-X

Copolimero idrofobo polistirene-divinilbenzene stabilità pH da 1 a 14. Materiale ad alta purezza con alta riproducibilità e minore valore di bianco grazie a un nuovo processo di produzione, particelle sferiche 85 µm; dimensione pori da 55 a 60 Å. Superficie molto alta 1000m²/g, capacità 390mg/g (cafeina in acqua), eccellente rapporto di recupero specialmente per l'arricchimento di ingredienti farmaceutici/attivi grazie alla struttura sferica delle particelle, alla superficie molto omogenea e alla struttura ottimizzata dei pori.

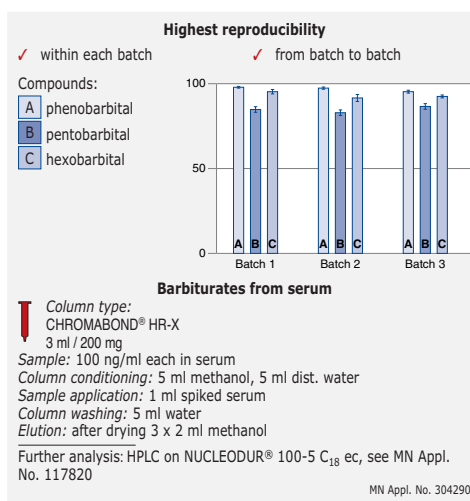
MACHEREY-NAGEL

Applicazioni consigliate: per ingredienti farmaceutici/attivi da tavolette, creme, acque ed acque di scarico, ricerca droghe e farmaci da urine, sangue, siero e plasma, analisi di pesticidi in tracce.

Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
1	30	30	4.003 808
3	60	30	4.003 811
1	100	30	4.003 809
6	200	30	4.003 814
3	500	30	4.003 813
15	500	20	4.003 819
15	1000	20	4.003 820
3	200	250	4.003 806
6	200	250	4.003 815

BIGpacks: 4.003 806/4.003 815

Cartucce di altre dimensioni e fasi del range di prodotti HR-X, sono disponibili a richiesta.



Standard protocol for method development with CHROMABOND® HR-X

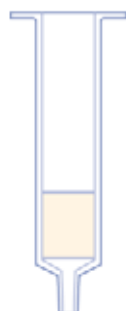
Column type: CHROMABOND® HR-X
3 ml / 200 mg

Sample pretreatment: if necessary, adjust pH value
Column conditioning: 5 ml methanol
Equilibration: 5 ml water
Sample application: slowly aspirate the sample through the column
Column washing: 5 ml water – methanol (95:5, v/v)
Elution: after drying 3 x 2 ml methanol

Further analysis: if necessary, evaporate and redissolve in a suitable solvent; HPLC or GC

MN Appl. No. 304310

2



2 CHROMABOND® C₁₈

Fase silice ottadecil modificata per SPE, non endcapped

MACHEREY-NAGEL

Materiale base silice, dimensione pori 60 Å, dimensione particelle 45µm per C₁₈, superficie specifica 500 m²/g, stabilità pH da 2 a 8 fase ottadecil, non endcapped, contenuto in carbonio 14%, tuttavia hanno più silanoli liberi (SiOH), che consentono interazioni secondarie con i gruppi polari degli analiti.

Applicazioni consigliate: composti non polari, pesticidi.

Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
1	100	100	6.226 798
3	200	50	9.003 487
3	500	50	9.003 488
6	500	30	6.902 222
6	2000	30	4.003 512
6	1000	30	6.234 031
15	2000	20	4.003 464
45	5000	20	6.700 747
70	10000	10	4.003 561
3	500	250	4.003 433
6	500	250	4.003 435
6	1000	250	4.003 437

14. Cromatografia

Preparazione del Campione/SPE

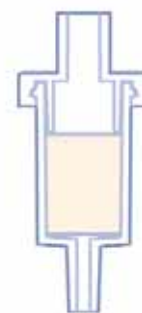
1 CHROMAFIX® C18

Fase silice modificata Ottadecil, non endcapped.

MACHEREY-NAGEL

Misura	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
S	270	50	7.083 665
M	530	50	7.079 617
L	950	50	4.003 838

1



2 CHROMABOND® C₁₈ Hydra

Fase silice ottadecil modificata per SPE di analiti polari

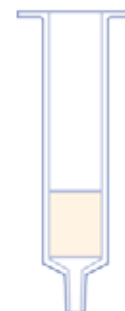
MACHEREY-NAGEL

Materiale base silice, dimensione pori 600Å dimensione particelle 45µm, superficie specifica 500m²/g, stabilità pH da 2 a 8, fase speciale ottadecil per analiti non polari, non endcapped, contenuto carbonio 15%.

Applicazioni consigliate: composti più polari come pesticidi e i loro prodotti polari di degradazione, fenoli, acidi fenossi-carbossilici, nitroaromatici, prodotti farmaceutici.

Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
1	50	100	4.003 565
1	100	100	4.003 566
3	200	50	4.003 567
3	500	50	4.003 569
6	500	30	4.003 573
3	1000	50	4.003 571
6	1000	30	4.003 575
6	2000	30	4.003 576
6	3000	30	4.003 577

2



3 CHROMABOND® NH₂

Fase silica aminopropyl modificata per SPE

MACHEREY-NAGEL

Materiale base silica, porosità 60 Å, dimensioni particelle 45 µm, superficie specifica 500m²/g, stabilità ph da 2 a 8, fase aminopropyl, contenuto carbonio 3,5%, polare, debole scambio anionico.

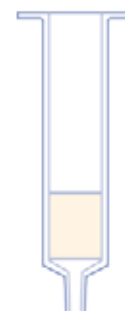
Applicazioni consigliate:

- elementi in tracce
- lipidi

Capacità ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
1	100	100	4.003 465
3	200	50	4.003 609
3	500	50	6.228 063
3	500	250	4.003 466
6	500	30	6.224 868
6	1000	30	6.224 845

BIGpacks: 4.003 466

3



4 CHROMABOND® OH (Diol)

Fase silica diol modificata per SPE

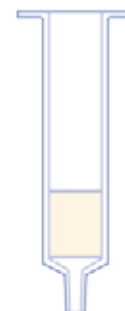
MACHEREY-NAGEL

Materiale base silica, porosità 60 Å, dimensioni particelle 45 µm, superficie specifica 500 m²/g, stabilità ph da 2 a 8, fase diol, contenuto carbonio 5,5%, polare, proprietà simili a SiOH.

Applicazioni raccomandate: antibiotici, prostaglandine.

Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
1	100	100	4.003 470
3	200	50	4.003 610
3	500	50	4.003 471
6	500	30	6.224 847

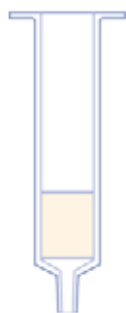
4



14. Cromatografia

Preparazione del Campione/SPE

1



1 CHROMABOND® SiOH

Fase silica non modificata per SPE

MACHEREY-NAGEL

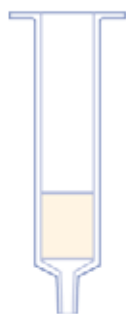
non modificata, silica leggermente acida, porosità 60 Å, dimensioni particelle 45 µm, superficie specifica 500m²/g, stabilità pH da 2 a 8, molto polare. Assorbe umidità dall'aria, per questo motivo dovrebbe essere conservata ben chiusa e, se necessario, essiccare prima dell'uso, vista la sua alta affinità con i composti polari non deve essere condizionata con solventi polari (es. metanolo) o contenenti acqua.

Applicazioni raccomandate: aflatossine, pesticidi, steroidi, vitamine, cloramfenicol.

Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
1	100	100	6.225 223
3	200	50	4.003 547
3	500	50	7.085 047
6	500	30	6.801 894
6	1000	30	4.003 481
6	2000	30	4.003 498
15	2000	20	4.003 550
45	5000	20	4.003 605
70	10000	10	6.202 850
150	50000	10	4.003 630
3	500	250	4.003 477
6	1000	250	4.003 482
6	2000	250	4.003 499

BiGpacks: 4.003 477/4.003 482/4.003 499

2



2 CHROMABOND® Alox A/Alox N/Alox B

Ossido di alluminio, acido, neutro, basico

MACHEREY-NAGEL

Ossido di alluminio, alta purezza, volume pori 0,90 ml/g, dimensioni particelle da 60 a 150µm, superficie specifica 150m²/g, acido, pH 4 ±0,5. Applicazioni consigliate: insieme con fase SA per PCB e pesticidi.

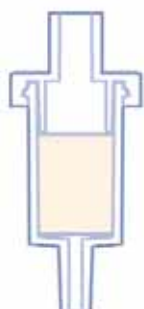
Alox A: acido, pH 4 ±0,5

Alox N: neutro, pH 7 ±0,5

Alox B: basico, pH 9,5 ±0,5

Fase	Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
Alox A	3	500	50	4.003 621
Alox A	6	500	30	4.003 622
Alox A	6	1000	30	4.003 456
Alox A	45	4000	20	4.003 623
Alox N	3	500	50	4.003 619
Alox N	6	500	30	4.003 620
Alox N	6	1000	30	6.224 843
Alox N	45	4000	20	6.226 917
Alox B	3	500	50	4.003 615
Alox B	6	500	30	4.003 628
Alox B	6	1000	30	4.003 458
Alox B	45	4000	20	4.003 629

3



3 CHROMAFIX® Alox N

Alluminio ossido, neutro, pH 7 ±0,5

MACHEREY-NAGEL

Misura	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
S	850	50	4.003 853
L	1700	50	4.003 854

14. Cromatografia

Preparazione del Campione/SPE

1 CHROMABOND® Florisil®

Magnesio silicato per SPE

MACHEREY-NAGEL

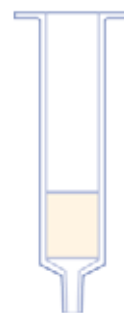
matrice in magnesio silicato (MgO a SiOH 15:85), alta purezza, dimensioni particelle da 150 a 250 µm.

Applicazioni consigliate: composti organici stagno, acidi alifatici carbossilici, PCB, PAH.

Capacità ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
3	200	50	4.003 624
3	500	50	4.003 488
6	500	30	4.003 557
6	1000	30	6.224 842
6	1000	250	4.003 489
6*	1000	30	4.003 490

BIGpacks: 4.003 489

1



2 CHROMABOND® PA

Poliammide 6 per SPE

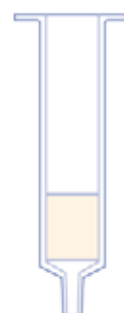
MACHEREY-NAGEL

matrice poliammide 6, non modificata, alta purezza, dimensioni particelle da 40 a 80 µm.

Applicazioni consigliate: flavonoidi, PAH.

Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
3	200	50	4.003 595
3	500	50	4.003 511
6	500	30	7.089 089
6	1000	30	7.400 537

2



3 CHROMABOND® PSA

Acido propilsulfonico silica modificata, a scambio cationico, per SPE

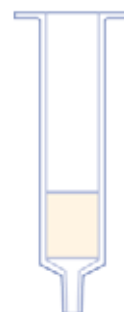
MACHEREY-NAGEL

Materiale base silica, porosità 60Å, dimensioni particelle 45 µm, superficie specifica 500m²/g, stabilità pH da 2 a 8, propylsulfonic acid, elevato scambio cationico (capacità ≈0,7meq/g) contrariamente alla fase SA no interazioni II-II.

Applicazioni consigliate: composti debolmente cationici.

Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
1	100	100	4.003 626
3	500	50	4.003 627
6	1000	30	6.206 233

3



4 CHROMABOND® SA

Scambio cationico forte, silica modificata con gruppi funzionali aromatici acido benzensulfonico per SPE (SCX)

MACHEREY-NAGEL

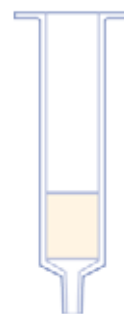
Materiale base silica, porosità 60Å, dimensioni particelle 45 µm, superficie specifica 500 m²/g, stabilità pH da 2 a 8, acido benzensulfonico, scambio cationico acido forte (capacità ≈0,5meq/g). Materiale assorbente con interazioni idrofobiche e II -II (gruppo benzene), scambio ionico per composti organici da matrice acquosa, eluizione di composti che interessano con sistemi solventi che compensano le interazioni ioniche e non polari, es. HCL.

Applicazioni consigliate: amminoacidi, ammine, clorofilla, PCB.

Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
1	100	100	6.314 563
3	200	50	4.003 563
3	500	50	7.051 056
6	500	30	4.003 613
6	1000	30	6.224 846
3	500	250	4.003 485

BIGpacks: 4.003 485

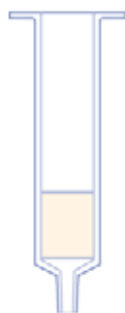
4



14. Cromatografia

Preparazione del Campione/SPE

1



1 PS-RP/PS-OH-/PS-H+/PS-Mix/PS-Ag+/PS-Ba2+

Fasi per RP/cromatografia ionica

MACHEREY-NAGEL

Materiale base: copolimero polistirene-divenilbenzene (PS-DVB) di alta purezza. Dimensioni pori 100 Å, dimensioni particelle 100 µm le particelle non si gonfiano e, quindi, molto indicate per la cromatografia. Funzionalità affidabile in tutto il campo di pH 0-14. Modificazioni differenti per applicazioni differenti dall'eliminazione di composti non polari alla rimozione di specifici composti polari.

Applicazioni consigliate:

rimozione di interferenze

- migliorano la separazione cromatografica, se i componenti di interferenza si sovrappongono agli analiti nel cromatogramma.

- prolungano la vita media delle colonne cromatografiche, perchè i componenti che creano interferenze possono portare al blocco della colonna stessa.

Arricchimento degli analiti

Rimozione di componenti organici di interferenza dall'acqua

Rimozione o concentrazione di anioni dall'acqua, aumento dei valori pH in campioni acidi, rimozione o concentrazione di cationi dall'acqua

riduzione dei valori pH in campioni basici

Rimozione di ioni alogeni dall'acqua

Rimozione di ioni solfato dall'acqua

PS-RP idrofobico, copolimero PS/DVB

PS-OH-, PS/DVB forte scambio anionico, OH- capacità 0,6 meq/g

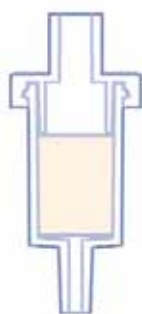
PS-H+, PS/DVB forte scambio cationico, H+ capacità 2,9 meq/g

PS-Ag+, PS/DVB forte scambio cationico, Ag+

PS-Ba2+, PS/DVB forte scambio cationico, Ba2+

Fase	Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
PS-OH-	3	200	30	4.003 600
PS-H+	3	200	30	4.003 702
PS-OH-	3	500	30	4.003 581
PS-H+	3	500	30	4.003 589
PS-OH-	6	500	30	4.003 591
PS-H+	6	500	30	4.003 590

2

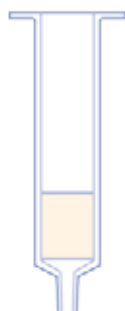


2 CHROMAFIX® PS

MACHEREY-NAGEL

Fase	Misura	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
PS-RP	S	200	50	4.003 869
PS-OH-	S	200	50	4.003 867
PS-H+	S	230	50	4.003 866
PS-Ag+	S	240	50	4.003 865
PS-Ba2+	S	280	50	4.003 868
PS-RP	M	320	50	6.228 258
PS-OH-	M	380	50	4.003 861
PS-H+	M	430	50	7.401 474
PS-Ag+	M	480	50	4.003 864
PS-Ba2+	M	550	50	7.402 218
PS-OH-	L	800	50	4.003 862
PS-H+	L	900	50	4.003 863

3



3 CHROMABOND® Drug

Fase in silice speciale per SPE per farmaci da urine o plasma

MACHEREY-NAGEL

materiale base silice, misura pori 60Å, dimensioni particelle 45 µm, superficie specifica 500m²/g, stabilità pH da 2 a 8, speciale modificazione bifunzionale- C₈/SA (forte scambiatore cationico- acido benzensulfonico).

Applicazioni consigliate: arricchimento di farmaci acidi, neutri o basici da urine e plasma.

Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
1	100	100	4.003 696
3	200	50	6.802 715
3	500	50	4.003 699
6	500	30	4.003 697

14. Cromatografia

Preparazione del Campione/SPE

1 CHROMABOND® Drug II

Fase in silica speciale per SPE di THC e analiti derivati acidi da fluidi biologici (urine, sangue...)

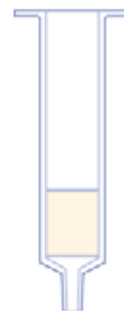
MACHEREY-NAGEL

Materiale base silica, dimensioni pori 60 Å, dimensioni particelle 45 µm, superficie specifica 500m²/g, stabilità pH da 2 a 8, speciale modificazione bifunzionale-C₈/SB (forte scambiatore anionico- ammina quaternaria).

Applicazioni consigliate: Estrazione di THC e derivati da urine, sangue, siero e plasma, analiti acidi da fluidi biologici.

Capacità all'orlo ml	Capacità mg	Pz./Cf.	Codice
1	100	100	4.003 700
3	200	50	4.003 695
3	500	50	4.003 701
6	500	30	4.003 698

1



2 CHROMABOND® NH₂/C₁₈

Fase combinata per analisi SPE di PAH dall'acqua contenente acido umico.

MACHEREY-NAGEL

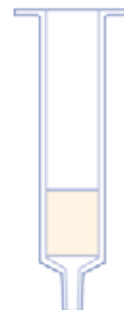
Speciale combinazione della fase: Fase amminopropil per rimuovere le interferenze della acido umico, fase octadecil per arricchimento di PAH.

Applicazioni consigliate: PAH dall'acqua contenente acidi umici.

Capacità all'orlo ml	Capacità ml / mg	Pz./Cf.	Codice
6	500 / 500	30	6.228 257
6	500 / 1000	30	4.003 675

Colonne in vetro disponibili a richiesta.

2



PAHs from water containing humic acids

Column type:
CHROMABOND® NH₂/C₁₈, 6 ml, 500 mg/1 g
glass column

Sample pretreatment:

mix 500 ml water sample with 25 ml 2-propanol

Column conditioning: 10 ml dichloromethane, 10 ml methanol, then 10 ml dist. water – 2-propanol (9:1, v/v)

Sample application: aspirate 500 ml of the pretreated water sample through the column (~ 5 ml/min)

Washing: 2 ml dist. water – 2-propanol (9:1, v/v), then dry column (about 20 min, vacuum)

Elution: 4 x 0.5 ml CH₂Cl₂ (percolate first 0.5 ml into the column packing without vacuum, then apply light vacuum), if necessary evaporate in a stream of nitrogen and fill up with a suitable solvent

MN Appl. No. 301260

3 CHROMABOND® CN/SiOH

Combinazioni di fasi per analisi SPE di PAH

MACHEREY-NAGEL

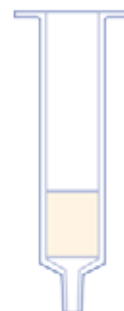
Speciale miscela di fasi per l'assorbimento selettivo di policiclici aromatici grazie ad interazioni IT-IT. Fase silica non modificata per rimozione di composti polari.

Applicazioni consigliate: estrazione di 16 PAHs in accordo EPA da campioni di suolo.

Capacità all'orlo ml	Capacità ml / mg	Pz./Cf.	Codice
3	500 / 1000	50	4.003 507
6	500 / 1000	30	6.233 128
6	500 / 1000	250	4.003 514

BIGpack: 4.003 514

3



14. Cromatografia

Preparazione del Campione/SPE

PAHs from soil

Column type:
CHROMABOND® CN/SiOH,
6 ml, 500/1000 mg

Sample pretreatment: dry 30 g soil with sodium sulphate and reflux 4 h with 250 ml petroleum ether in a Soxhlet extractor. For low PAH contents (colourless or weakly coloured extracts) concentrate extract to 1/10 of its volume in a rotation evaporator.

Column conditioning: 4 ml petroleum ether

MN Appl. Nr. 301310

Sample application:

aspirate 20 ml of the extract through the column

Washing: 2 ml petroleum ether

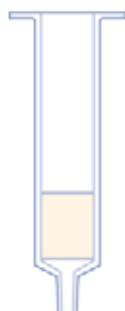
Elution: 2 x 2 ml acetonitrile / toluene (3:1, v/v), then evaporate or fill to the volume required

Further analysis: HPLC, e.g. with column 250 x 3 mm NUCLEOSIL® 5 C₁₈ PAH

recovery rates see application 301310 at

www.mn-net.com

1



1 CHROMABOND® Na₂SO₄/Florisil®

Combinazioni di fasi per SPE per idrocarburi dall'acqua secondo DIN H53 / ISO DIS 9377-4

MACHEREY-NAGEL

Combinazione speciale di fasi di solfato di sodio e Florisil®.

Applicazioni consigliate: idrocarburi da bevande, acque di scarico e superficiali.

Capacità ml	Capacità ml / mg	Pz./Cf.	Codice
6	2000 / 2000	30	4.003 558
6*	2000 / 2000	30	6.900 415
6*	2000 / 2000	250	4.003 559

BIGpacks: 4.003 559

*Colonna in vetro

Hydrocarbons from water

Column type:
CHROMABOND® Na₂SO₄/Florisil®,
2000/2000 mg, 6 ml glass column

Internal standard solution: dissolve 20 mg *n*-tetracontane (C₄₀H₈₂) in petroleum ether, add 20 ml *n*-decane (C₁₀H₂₂) and fill up to 1 litre with petroleum ether. For preparation of the extraction solution dilute standard solution 1:10 with petroleum ether.

Sample pretreatment: adjust 900 ml water (10 °C) with HCl (12 mol/l) to pH 2 and add 80 g MgSO₄. Add 50 ml of the extraction solution, close the bottle and stir the suspension intensely for 30 min.

Add enough dist. water to separate the organic from the aqueous phase.

Column conditioning: 5 ml petroleum ether

Sample application:

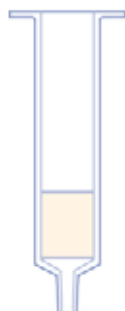
slowly aspirate or force the sample through the column

Elution: wash with 10 ml petroleum ether. Evaporate the combined solutions from sample application and elution to 1 ml at about 75 °C. If necessary, fill up to 1 ml again. (If the hydrocarbon content is high, evaporation to 1 ml may not be necessary.)

Recovery rate: must be > 80 % for *n*-tetracontane.

MN Appl. No. 302090

2



2 CHROMABOND® SA/SiOH

Fase combinata per analisi SPE di PCB

MACHEREY-NAGEL

Speciale combinazione di fase:

SA: Forte scambiatore acido cationico su base silica con acido benzensulfonico modificato.

SiOH: silica non modificata per rimuovere composti polari.

Applicazioni consigliate: estrazione di PCB da olio di scarico (esano estratto).

Capacità all'orlo ml	Capacità ml / mg	Pz./Cf.	Codice
3	500 / 500	50	6.901 798
3	500 / 500	250	4.003 513

BIGpack: 4.003 513

PCBs from waste oil

Column type:
CHROMABOND® SA/SiOH, 3 ml, 500/500 mg

Column conditioning: 1 ml *n*-hexane

Sample application:

apply 250 µl waste oil to the column and aspirate or force it into the adsorbent with 2 x 1 ml *n*-hexane

MN Appl. No. 301390

Elution: aspirate or force another 2 x 500 µl *n*-hexane through the column; collect all *n*-hexane fractions and if necessary adjust to a concentration suitable for subsequent analysis by either evaporating *n*-hexane in a stream of nitrogen or by dilution with *n*-hexane

Recovery rates:

PCB-28 97 %, PCB-52 96 %, PCB-101 95 %, PCB-138 90 %, PCB-153 95 %, PCB-180 96 %, PCB-209 100 %

1 Assorbente CHROMABOND® Diamino

MACHERY-NAGEL

Peso g	Pz./Cf.	Codice
100	100	4.003 688
20	20	4.003 689



2 Accessori CHROMABOND® QuEChERS

MACHERY-NAGEL

Tipo	Pz./Cf.	Codice
Provetta in PP, 50 ml, con tappo a vite	50	4.003 552



3 Cartucce Chromabond® Flash per sistemi Biotage®

MACHERY-NAGEL

Range di prodotti destinati all'utilizzo in sistemi Flash di Biotage AB (Flash 12i™ e FlashMaster™) senza nessun connettore o capillare aggiuntivo.

Su richiesta tutti i tipi di colonne elencate sotto possono essere impaccate con ogni adsorbente Chromabond® (prego notare che altri adsorbenti spesso portano a diversi pesi di adsorbente).

Su richiesta colonne Chromabond® Flash RS per sistemi Teledyne Isco®.

Descrizione	Lungh. colonna cm	Ø int. mm	Capacità g	Pz./Cf.	Codice
Flash FM 15/2 SiOH	9,0	15,80	2,0	50	4.003 785
Flash FM 25/5 SiOH	10,0	20,50	5,0	50	4.003 792
Flash FM 25/10 SiOH	10,0	20,50	10,0	50	4.003 693
Flash FM 70/10 SiOH	15,4	26,80	10,0	30	4.003 787
Flash FM 70/20 SiOH	15,4	26,80	20,0	30	4.003 799
Flash FM 70/25 SiOH	15,4	26,80	25,0	30	4.003 793
Flash FM 150/25 SiOH	17,0	38,20	25,0	20	4.003 694
Flash FM 150/50 SiOH	17,0	38,20	50,0	20	4.003 789
Flash FM 150/70 SiOH	17,0	38,20	70,0	10	4.003 784
Flash FM 15/2 C ₁₈ ec	9,0	15,80	2,0	50	4.003 791
Flash FM 25/5 C ₁₈ ec	10,0	20,50	5,0	20	4.003 786
Flash FM 70/10 C ₁₈ ec	15,4	26,80	10,0	20	4.003 788
Flash FM 150/50 C ₁₈ ec	17,0	38,20	50,0	10	4.003 790
Flash FM 70/10 NH ₂	15,4	26,80	10,0	1	4.003 731
Flash FM 70/20 NH ₂	15,4	26,80	20,0	1	4.003 730



14. Cromatografia

Preparazione del Campione/SPE



1 Collettore a vuoto CHROMABOND® ed accessori

per preparazione simultanea di 12, 16 o 24 campioni
parti di ricambio ed accessori per applicazioni speciali

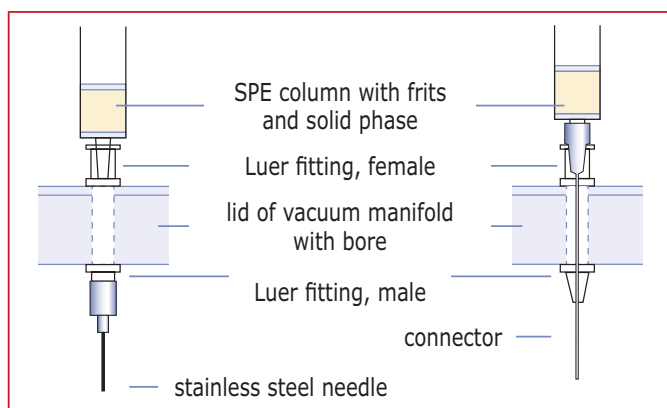
MACHERY-NAGEL

collettore per vuoto completo consistente di una cabina in vetro con coperchio e guarnizione per coperchio, aghi removibili sulla parte bassa del coperchio, vuotometro, valvola di controllo, valvole e tappi, supporto variabile.

Descrizione	Pz./Cf.	Codice
Collettore a vuoto completo adatto fino a 12 colonne o cartucce (con serbatoio)	1	9.003 479
Collettore a vuoto completo adatto fino a 16 colonne o cartucce	1	4.003 586
Collettore a vuoto completo adatto fino a 24 colonne o cartucce	1	7.056 914
Coperchio con guarnizione per 12 colonne (comprende Luer e valvole), in plastica	1	4.003 530
Guarnizione coperchio, per 12 colonne (4.003 530, 9.003 479)	2	6.801 608
Accessori Luer per coperchio, femmina	12	4.003 534
Accessori Luer per coperchio, maschio	12	4.003 535
Valvole, plastica	12	7.089 161
Aghi in acciaio inossidabile	12	7.079 432
Collegamento per essiccazione per 12 colonne	1	4.003 536
Valvola per la protezione da contaminazione incrociata, in ottone, annerita	1	4.003 538
come sopra, diversa confezione	12	7.089 162
Connettori in acciaio inossidabile per protezione da contaminazione crociata	12	7.079 431
Adattatore tubo per colonne polipropilene da 1, 3 e 6 ml (PTFE)	4	6.900 713

Protection from cross contamination

For special applications, which require maximum protection from cross contamination we supply chrome-plated brass valves and stainless steel or PTFE connectors, the application of which is shown below. These special connectors are fitted through the lid; thus the sample only has contact with the inert connector and not with the lid, directly flowing into the receptacle.



Drying attachment

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

