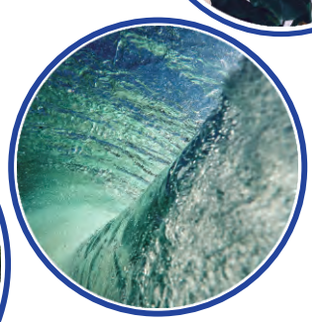
Analysen-
ANTEC
und Prozesstechnik GmbH

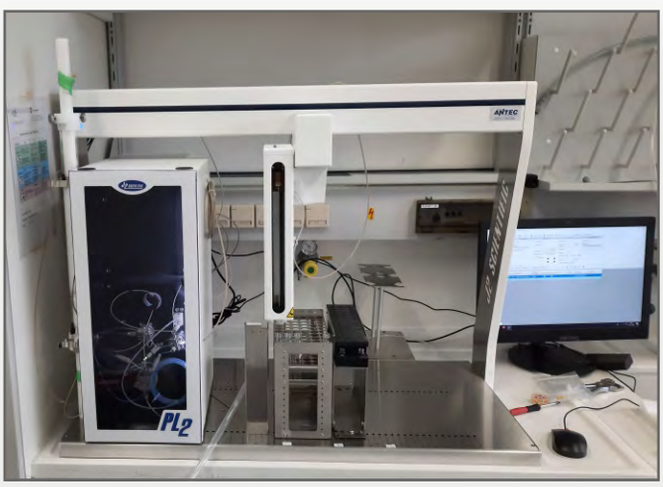
Probenvorbereitungssysteme für
Gelpermeationschromatographie GPC
Festphasenextraktion SPE
Probenkonzentration AccuVap

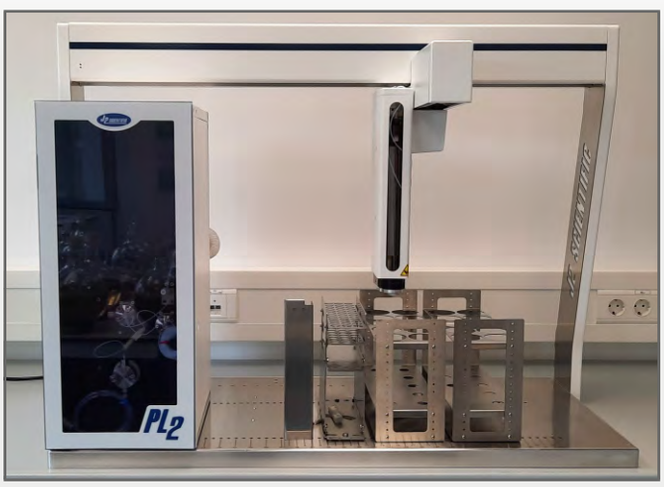


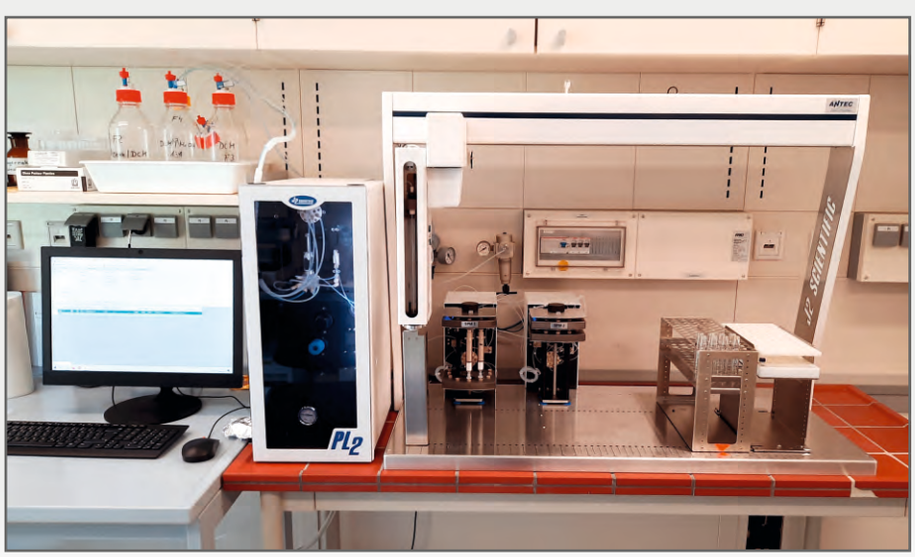
PrepLinc - Vollautomatisierte modulare Systeme für die Probenvorbereitung mit Gelpermeationschromatographie, Festphasenextraktion (SPE) und Probenkonzentration

Probenvorbereitung für komplexe Rückstandsanalytik

Das PrepLinc System wird aufgrund der universellen Einsatzmöglichkeit in vielen Untersuchungsanstalten und Privatlaboratorien eingesetzt. Umfangreiche und arbeitsintensive Arbeitsschritte werden verknüpft und komplett automatisiert. Durch die umfassende Automatisierung können komplette Arbeitsschritte und Routinen in die Nacht verlegt werden, wenn kein Laborpersonal anwesend ist. Das Probenvorbereitungssystem führt klassische wie auch ausgefallene Probenvorbereitungs- und Probenaufgabeschritte durch. Dafür stehen Module zur Festphasenextraktion (SPE), Gelpermeationschromatographie (GPC) und Probenkonzentration zur Verfügung. Eine bedarfsorientierte Erweiterung für künftige Anwendungen ist durch das flexible modulare System möglich.







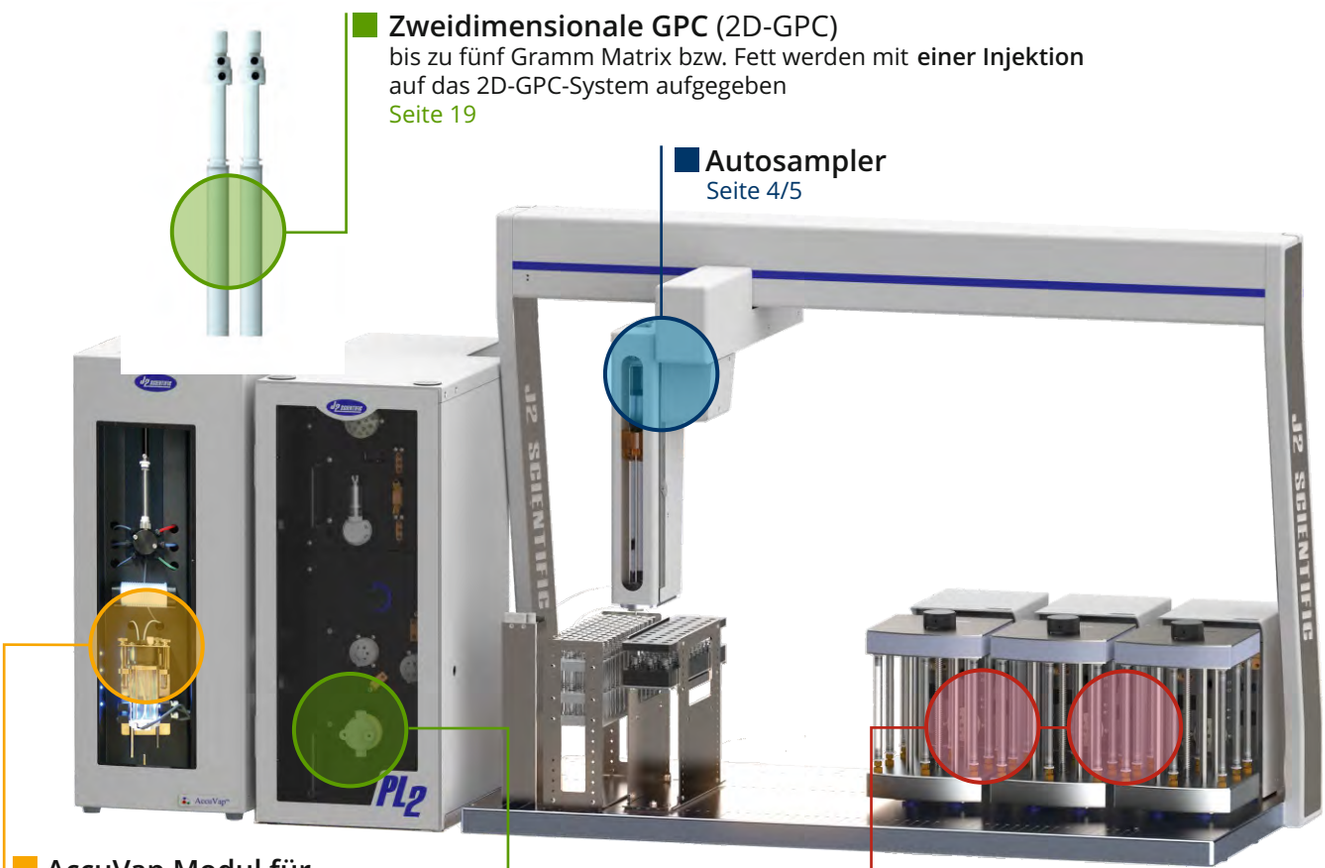
PrepLinc

Flexibel und anpassungsfähig: Probenvorbereitungsmethoden können exakt an die Aufgabenstellung angepasst werden.
Schnell und präzise: zeitsparende und komplette Aufreinigung ohne manuelle Zwischenarbeiten.
Hocheffizient: optimierter und automatisierter Probendurchlauf, Einsatz der 2D-GPC Neuentwicklung.
Kostengünstig: marktübliche Standardkartuschen werden verwendet, sparsamer Lösemittelverbrauch.
Innovativ: das wartungsfreie, statische Verdampfungssystem vermeidet Siedeverzögerungen.
Umweltfreundlich: geschlossenes System, Lösemittel werden vom System rückkondensiert.

Wiederauffindungsraten und Wiederholbarkeiten entsprechen höchsten analytischen Anforderungen.

PrepLinc Module

Umfassende Automatisierung durch modulare Erweiterung



Zweidimensionale GPC (2D-GPC)
bis zu fünf Gramm Matrix bzw. Fett werden mit **einer Injektion** auf das 2D-GPC-System aufgegeben
Seite 19

Autosampler
Seite 4/5

AccuVap Modul für Probenkonzentration mit Lösemittelaustausch
Seite 10/11, FAQ Seite 14

GPC Modul
Seite 6/7

SPE Module
Seite 8/9

LVi Module
Seite 15

Autosampler
Probennehmer / Probengeber

- Der Autosampler bildet das Grundgerät und kann mit Probenvorbereitungsmodulen erweitert werden.
- Auf der Grundplatte des Autosamplers kann **jedes beliebige** Probenglas in passende Racks eingestellt und verwendet werden.
- Liquid-Handling-Funktionen: Dosieren, Dispensieren, Verdünnen, Lösen, Transferieren, Pipettieren, Homogenisieren, Systemreinigung, Probenteilung, Probenaufgabe, Probenaufnahme, Standardzugabe.

GPC Modul
Gelpermeationschromatographie

- Probenaufgabe: die gesamte Probe oder eine definierte Probenteilmenge wird auf die Säule aufgegeben.
- Nieder, Mittel- oder Hochdrucksäulen (bis 170 bar bzw. 374 bar) können verwendet werden.
- Säulenwechselventil optional.

AccuVap Modul
Probenkonzentration, Lösemittelaustausch

- Vollautomatisierter Lösemittelaustausch.
- Konzentration von Proben aus dem SPE Modul, GPC Modul oder direkt aus einem Probenglas.
- Schonende und verlustfreie Einengung zur Trockene oder bis zu einem definierten Endvolumen (elektronisch gesteuert).

SPE Module
Festphasenextraktion

- Ein-Säulen-Methoden, Multi-Säulen-Methoden.
- Handelsübliche SPE Kartuschen von 1 ml bis 15 ml einsetzbar.
- Positiver Druck mit einstellbaren Durchflussraten.

Wasserfestphasenextraktion

- LVi Modul mit Pumpenmodul geeignet für große Probenvolumina von 20 ml bis > 1 Liter.

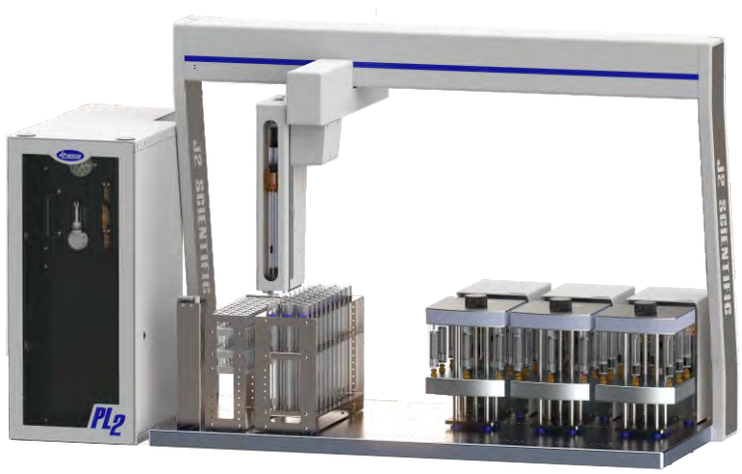
Autosampler

PrepLinc Basis Modul

Der Autosampler und das PrepLinc Hauptmodul bilden die Basis für jedes PrepLinc System. Das Grundgerät kann um folgende Module erweitert werden: Festphasenextraktion, Gelpermeations-chromatographie und Probenkonzentration.

Autosampler A5 (Konfiguration Mini)

Das Hauptmodul wird auf dem Autosampler platzsparend untergebracht



Autosampler A5 (Konfiguration MAX)

Maximaler Platz auf dem Autosampler für die Platzierung von Rack und SPE Einheiten

An das Autosamplermodul können unterschiedliche Lösemittel angeschlossen werden. Durch hochpräzise Mikrolitерspritzen und die Möglichkeit, die Spritzengeschwindigkeit an die Lösemitteleigenschaften und Methoden anzupassen, wird größtmögliche Präzision und Genauigkeit erzielt.

Skalierbarer Autosampler

Für **minimalen Platzbedarf** (z. B. für die Installation in einem Laborabzug) wird das PrepLinc-Hauptmodul platzsparend **im Autosampler** aufgestellt: **Konfiguration Mini.**

Für **maximale Probenkapazität** kann die gesamte Autosamplerfläche mit Probenvorbereitungsmodulen und Probenracks bestückt werden. In dieser Konfiguration wird das PrepLinc-Hauptmodul **neben dem Autosampler** platziert: **Konfiguration MAX.**

Liquid Handling Funktionen

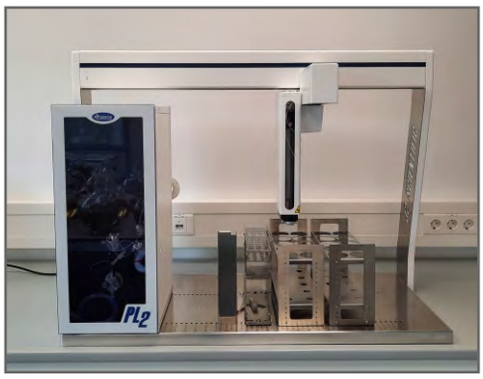
- **Dosieren**
- **Dispensieren**
- **Verdünnen**
- **Lösen**
- **Transferieren**
- **Pipettieren**
- **Homogenisieren**
- **Systemreinigung**
- **Probenteilung**
- **Probenaufgabe**
- **Probenaufnahme**

Der **Probengeber** kann mit temperierbaren Proberacks ausgestattet werden, um die Proben unter optimalen Bedingungen zu lagern.

Autosampler

Kapazität
Die PrepLinc kann mit einem GPC Modul, einem AccuVap Modul und zwei SPE Modulen (entspricht 18 SPE Kartuschen) ausgestattet werden. Die Kapazität kann mit der Konfiguration A5 erhöht werden: bis zu fünf SPE Module können dabei verwendet werden, dies entspricht 45 SPE Kartuschen.

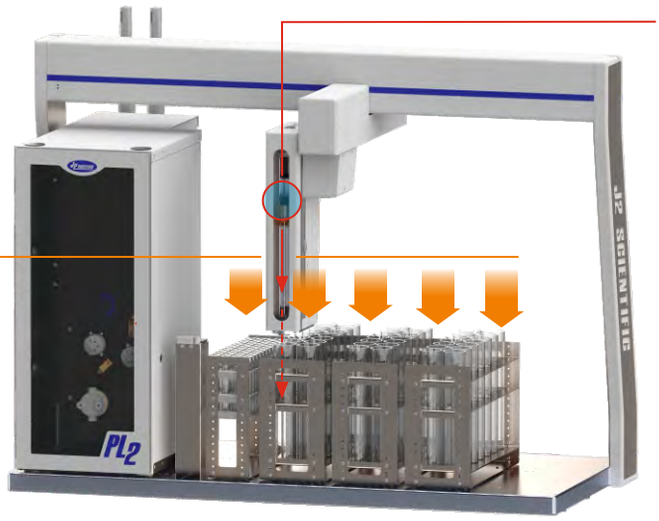
Nadelwaschstation
Es stehen unterschiedliche Waschstationen für das Autosampler Modul zur Verfügung. Zur Reinigung der Nadel wird diese in die Nadelwaschstation gefahren und von innen wie von außen gereinigt. Fällt bei der Probenaufreinigung Abwasser an, so wird dieses getrennt vom Lösemittelabfall in eine separate Flasche entleert, um Entsorgungskosten zu minimieren.



Probengläser / Racks

Auf der Grundplatte des Autosamplers kann **jedes beliebige** Probenglas in dazugehörige Halterungen eingestellt und frei platziert werden.
Für den Autosampler stehen mehr als 90 Standard-Racks zur Auswahl. Auch **vorhandene** oder **selbstangefertigte Racks** können im Programm angelegt und verwendet werden.

Nadeltiefen: Im Programm können bis zu zehn unterschiedliche Nadeltiefen pro Rack vom Anwender definiert werden, die dann bei der automatischen Probenaufreinigung vom System berücksichtigt werden.



Smart Tracking

Die Probennadel des Autosamplers kann so gesteuert werden, dass sie knapp unterhalb der sinkenden Oberfläche nachgeführt wird, um die Aufnahme von Sedimenten möglichst zu vermeiden.

Modulare Erweiterung

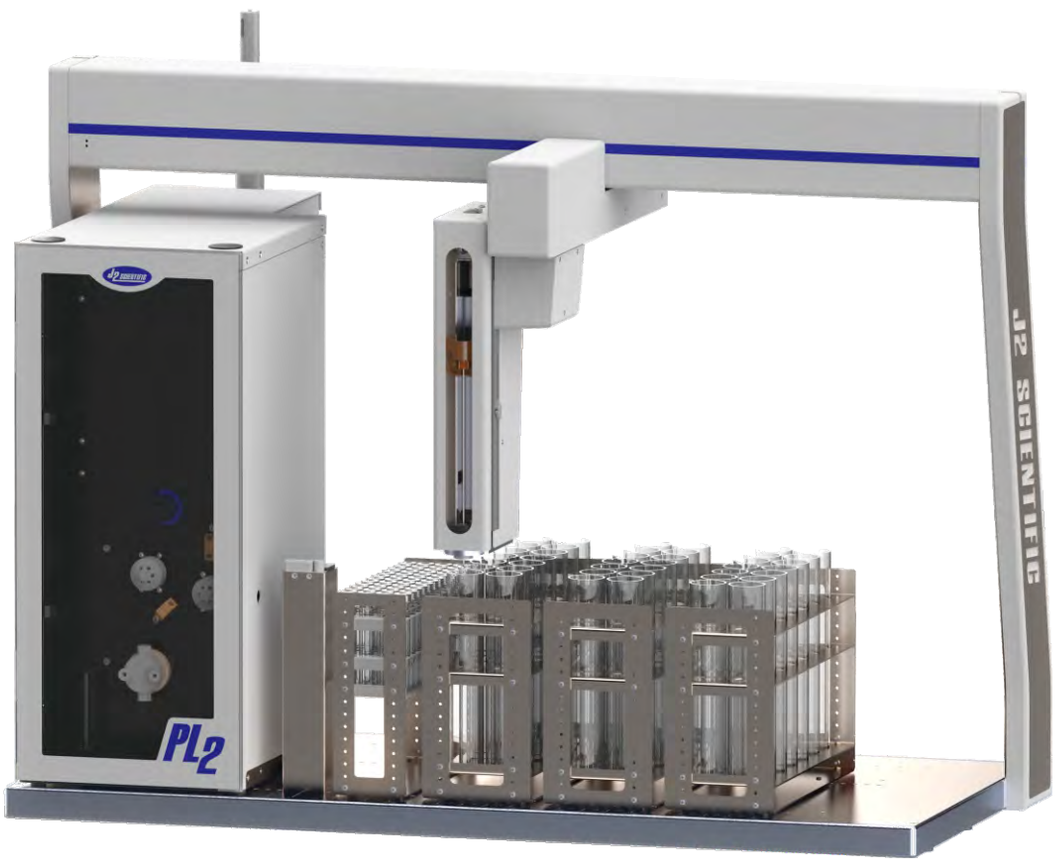
Probenvorbereitungsmodule einfach hinzufügen
Weitere Module für die Probenaufreinigung können dem PrepLinc System jederzeit und einfach hinzugefügt werden - es bedarf dazu keiner Umbauarbeiten.
Die Zusatzmodule werden mit einem Netzwerkkabel verbunden und damit im Programm registriert. Sofort stehen diese dann dem Anwender zur Verfügung.

12+3 unterschiedliche Lösemittel
Neben den 12 unterschiedlichen Lösemitteln am SPE Modul stehen dem Anwender drei weitere Lösemittel, die am Autosampler-Modul angeschlossen werden können, zur Verfügung.
So können sämtliche Applikationen auf der Probenvorbereitungsplattform automatisiert und ausgeführt werden - ohne Umbaumaßnahmen, auch in einer Probensequenz.

Gelpermeationschromatographie GPC

Modul für traditionelle GPC und 2D-GPC

Mit GPC werden unerwünschte, meist hochmolekulare Begleitstoffe von den gesuchten Analyten abgetrennt.
Ein vollautomatisiertes GPC-Cleanup erzeugt injektionsbereite Extrakte für GC-MS/MS und LC-MS/MS aus einer Probenaufarbeitung.



Die Gelpermeationschromatographie ist ein leistungsfähiges Separationsverfahren, welches u. a. zur Probenvorbereitung und Extraktaufreinigung innerhalb unterschiedlicher analytischer Gesamtverfahren eingesetzt werden kann. Insbesondere bei der modularen Analytik von Pflanzenschutzmitteln aus Lebensmittelmatrizes gemäß ASU L00.0034 hat sich die GPC als Bestandteil der Extraktaufreinigung bewährt.

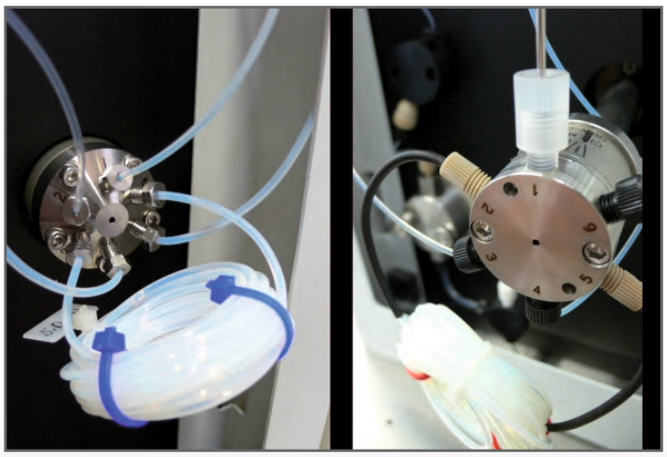
Hierbei ist sie - gemessen am ausblendbaren Matrixanteil - anderen Aufreinigungsverfahren, wie zum Beispiel der ASU L00.00113 und ASU L00.00115, in der Leistungsfähigkeit überlegen. Daraus resultiert eine im Vergleich höhere Gesamtextraktmenge im Endvolumen, aus dem vielfach für zahlreiche Analyten bei gleichartiger Detektion niedrigere Bestimmungsgrenzen gegenüber vergleichbaren Extraktionsverfahren folgen können. Zudem ergibt sich eine signifikante Entlastung der nachfolgenden chromatographischen Systeme (GC-MS/MS und/oder LC-MS/MS), was einen verringerten Aufwand an Wartungen und dadurch eine indirekte Zeit- und Kostenersparnis bedeutet.

Die traditionelle GPC-Glassäule hat ein Gelbett, das aus porösen, kreuzvernetzten Polystyren-Kügelchen besteht und vom Lösungsmittelsystem (oft Cyclohexan:Ethylacetat 1:1) mit einer Flussrate von 5 ml pro Minute von unten nach oben durchflossen wird. Niedrigmolekulare Analyten dringen in die Polystyrenstrukturen ein und werden dadurch verlangsamt. Die hochmolekularen Begleitstoffe wandern um die Polystyrenkugeln und kommen schneller am oberen Säulenende an. Dort werden sie über ein automatisches Ventil in den Abfall geleitet.
Die anschließend ankommenden, langsameren Analyten werden entweder zum AccuVap Modul geleitet, um dort sofort mit einer Geschwindigkeit von 5 ml pro Minute verdampft zu werden, oder in Rundkolben auf dem Probentisch gesammelt.

Der große Vorteil des GPC-Verfahrens liegt neben der Sauberkeit der Eluate darin, dass praktisch alle vorkommenden Analyten in einer Fraktion von ca. 100 bis 250 ml enthalten sind, so dass diese durch eine einzige Probenaufarbeitung gesammelt werden können.

GPC Modul

- **GPC-Kalibrierreports**, erstellt mit den internen Detektordaten, ermöglichen die laufende Überprüfung des Trennverhaltens der GPC-Säule. Die ermittelten Retentionszeiten werden in die Methoden übernommen.
- **Erweiterung** mit dem AccuVap Modul und SPE Modulen möglich.
- **Exakte Einstellung** der Parameter für die Abarbeitung der Probe und der Spülschritte mit dem Methodeneditor.
- **Automatische Verdünnung** vor der Probeninjektion - bei Bedarf.
- **Automatisierte Zugabe** von internen Standards vor Probeninjektion möglich.
- **Wahl** unterschiedlicher Flussraten.
- **Benutzerdefinierte Spülschritte.**
- **Multiple Injektionen** von einem Probenglas auf die GPC Säule.
- **Überführung** der Sammelphase (Collect) direkt auf die SPE Kartusche.
- **Überführung** der Sammelphase (Collect) direkt in die Verdampfungskammer der AccuVap.

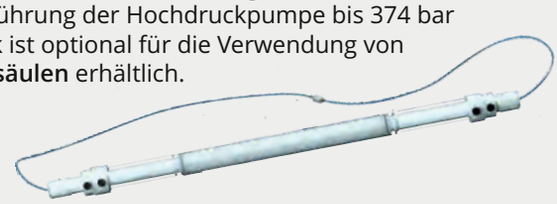


GPC-Probenaufgabe
Die Probenaufgabe erfolgt über den **Injektionsport** oder über **Schleifenbefüllung**: Die gesamte Probe oder eine definierte Probenteilmenge wird auf die Säule aufgegeben.

GPC Säulen

An das System können Niederdrucksäulen nach §64 LFGB (DFG S19), Mitteldruck- und Hochdrucksäulen angeschlossen und betrieben werden.
Der **Säulendruckwächter** pausiert die Hochdruckpumpe, wenn ein Überdruck an der Säule vorliegt, um Beschädigungen an der GPC Säule oder am System zu verhindern. Der Überdruck kann für jede Säule individuell eingestellt werden. Der Säulendruckwächter kann zudem so eingestellt werden, dass die Hochdruckpumpe auch bei Unterschreitung eines Mindestdrucks (Leckage) pausiert wird.

Das GPC Modul ist mit einer **Hochdruckpumpe** ausgerüstet, die bei einer Flussrate zwischen 1 bis 10 ml bis zu 170 bar verträgt. Somit können - neben der meist verwendeten **Niederdruckglassäule** nach der DFG S19-Methode mit einem Gegendruck von etwa 0,4 bar - auch **Mitteldrucksäulen** bis 170 bar eingesetzt werden. Eine Sonderausführung der Hochdruckpumpe bis 374 bar Gegendruck ist optional für die Verwendung von **Hochdrucksäulen** erhältlich.



Säulenwechselventil

Das PrepLinc System kann mit einem 4-Säulenwechselventil ausgestattet werden. Dies ermöglicht innerhalb einer Probensequenz bis zu vier unterschiedliche GPC- oder andere präparative Säulen anzusteuern und zu verwenden. Außerdem kann ein Lösemittelwechselventil angeschlossen werden um das PrepLinc System mit unterschiedlichen Laufmitteln zu betreiben.

Zweidimensionale Gelpermeationschromatographie (2D-GPC)

Mit der 2D-GPC kann bis zu **fünf Gramm Fett bzw. Matrix mit einer Injektion** auf das GPC-System aufgegeben werden.
Die 2D-GPC-Option ist für alle GPC-PrepLinc Systeme kostengünstig nachrüstbar, neue PrepLinc Systeme werden optional mit dieser Funktion ausgestattet.

Probenaufgabe

Die Proben werden in Probengläschen, die mit Einmalsepten verschlossen sind, vorgelegt. Die Probenaufgabe erfolgt durch eine automatische, hochpräzise Spritze in eine kalibrierte Probenschleife oder alternativ über einen Injektionsport am Ventil.
Das Programm ermöglicht ein partielles Probenladen, so dass in Fällen, in denen die erwartete Probenkonzentration sehr niedrig ist, die gesamte Probenmenge verlustfrei auf die Säule gebracht wird.

UV-Detektoren

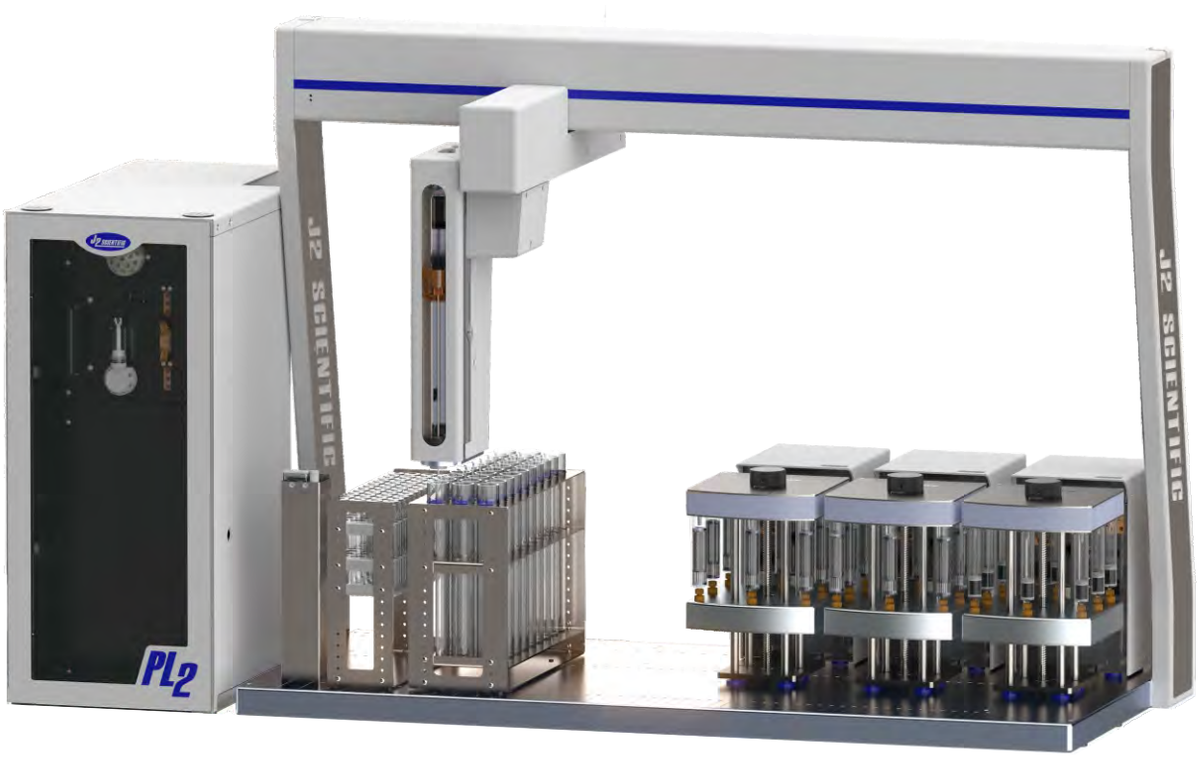
Zur Festlegung der Retentionszeiten der GPC sowie zur Überprüfung der Retentionszeiten verfügt das GPC Modul über Anschlussmöglichkeiten für UV-Detektoren.

Es stehen zwei UV-Detektoren zum Anschluss zur Verfügung: UV-Detektor mit fester Wellenlänge (254 nm) sowie ein UV-Detektor mit variabler Wellenlänge. Die ermittelten Retentionszeiten aus den GPC-Säulenreports werden direkt in die Methoden übernommen.

Festphasenextraktion SPE

Vollautomatische Fetphasenextraktionsmodule SPE und LVi

Bei der Festphasenextraktion handelt es sich - ähnlich wie bei der Säulenchromatographie - um einen physikalischen Extraktionsprozess, der zwischen einer festen und einer flüssigen Phase stattfindet. Die zu extrahierende Probe wird in der SPE Kartusche angereichert und anschließend mit einem Lösemittel eluiert.



Für die Automatisierung der Festphasenextraktion stehen unterschiedliche SPE Kartuschenmodule zur Verfügung. Mit der PrepLinc Software werden die SPE Module wie auch das Probenkonzentrationsmodul AccuVap und das GPC Modul in beliebiger Reihenfolge miteinander verknüpft, so dass damit die unterschiedlichsten Anforderungen an die Probenaufbereitung realisiert werden. Höchstmögliche Flexibilität des PrepLinc Systems ist damit gegeben.

Systemeigenschaften

- **Flexible Probenaufgabe: Inline oder durch Injektionsport**
- **Positiver Druck mit Systemdrucküberwachung**
- **Geschlossenes System (offenes System optional)**
- **Programmierbare Flussraten**
- **Automatisierter Lösemittelwechsel**
- **Mehrfachinjektionen**
- **Einfach- sowie Mehrfachkartuschenmethoden**
- **SPE Reverse-Elution möglich**
- **Elution der Probe direkt in die Evaporationskammer mit Inline-Einengung (parallel zu Elution) und - falls gewünscht - mit Lösemittelaustausch**

Einsatz handelsüblicher Kartuschen

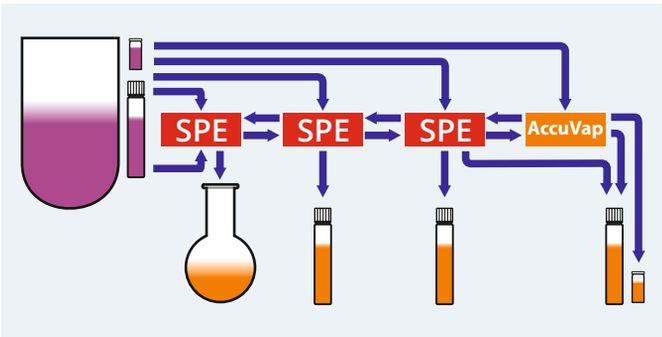
Im Festphasenextraktionsmodul können handelsübliche SPE Kartuschen, Filter und Extraktionsdisks unterschiedlicher Hersteller verwendet werden.

Auch SPE Kartuschen aus Glas können im Festphasenextraktionsmodul verwendet werden.

SPE-Multifunktionsmodule

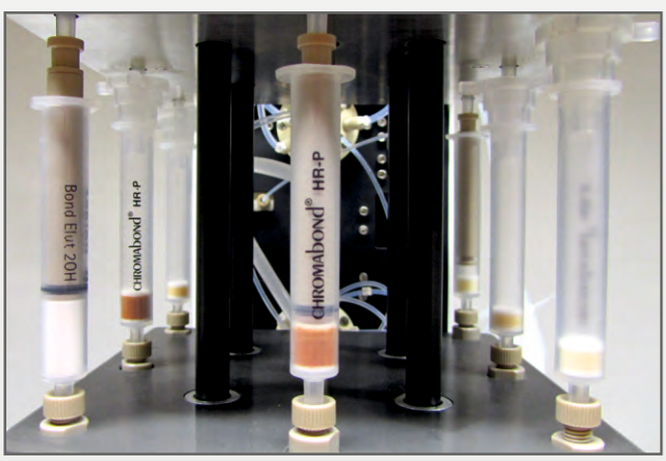
Für die Automatisierung auch hochkomplexer Methoden der Festphasenextraktion stehen unterschiedliche Kartuschenmodule zur Verfügung, die SPE Kartuschen, Wasserextraktionsdisks, Flash-Kartuschen und Filter aufnehmen.

Die SPE Kartuschenmodule können in beliebiger Reihenfolge mit anderen Probenvorbereitungsmodulen geschaltet werden. Eine Probe kann auch mehrere SPE-Kartuschen hintereinander durchfließen. So können auch hochkomplexe Aufarbeitungsmethoden vollständig automatisiert werden.



Festphasenextraktionsmodule

- **Reproduzierbare** Festphasenextraktion durch kontrollierte Elution mit **positivem Druck**, einstellbaren Durchflussraten und genau definierten Volumina.
- **Aufgabevolumen** von Mikroliter bis mehrere Liter (z. B. für die Wasserextraktion).
- **Einsatz** von Flashsäulen, Disks sowie von **handelsüblichen** SPE Kartuschen (Glas/PTFE/FEP etc.) von 1 ml bis 15 ml.
- **Verwendung** von bis zu **12 unterschiedlichen** Lösemitteln.
- **hocheffektive Trocknung** der Säulen möglich.
- **Multi-Säulen-Methoden.**
- **Transfer** direkt von beliebigem PrepLinc Modul oder Direktinjektion.
- **Reverse Flow** bei jeder SPE Kartusche möglich.

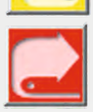


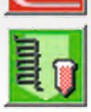
Elutions-Modi

Die SPE-Kartuschen des PrepLinc-Systems können wie folgt eluiert werden:

Elution

Reverse-Elution


Bypass-Elution


Elution über Probenschleife, Kartusche Inline

Elution ohne Probenschleife, Kartusche Inline

Elution über Probenschleife, Kartusche Bypass

Elution ohne Probenschleife, Kartusche Bypass

Modulerweiterung mit AccuVap

Die Module zur Festphasenextraktion (SPE) erfahren in der Kombination mit dem Probenkonzentrationsmodul mit Lösemittelaustausch einen weiteren Automatisierungseffekt.

Die Proben werden während der Elution direkt in die Verdampfungskammer geleitet und aufkonzentriert. Ein anschließender Lösemittelaustausch ist automatisiert möglich.

SPE Modul Funktionen

- Konditionieren
- Verdünnen
- Waschen / Spülen
- Durchmischen
- Probenaufgabe Inline
- Probenaufgabe über Injektionsport
- Trocknen
- Eluieren / Umkehreluieren
- Fraktionieren
- Probentransfer
- Elution direkt in die AccuVap-Verdampfungskammer

Probenkonzentration AccuVap

Evaporationsmodul AccuVap mit Lösemittelaustausch

Die einzuengende Probe wird direkt aus dem GPC- bzw. SPE Modul Inline oder aus einem Probeglas in die Verdampfungskammer geleitet und reproduzierbar, verlustfrei und ohne Kreuzkontaminationen auf ein definiertes Endvolumen eingeengt. Optional kann ein automatisierter Lösemittelaustausch erfolgen.

Das Konzentrationsmodul kann Inline angesteuert werden; die Proben werden direkt in die Verdampfungskammer geleitet und aufkonzentriert. In Verbindung mit dem GPC Modul geschieht dies meist während der Collect-Phase, beim SPE Modul während der Elutions-Phase. Proben können auch direkt aus Probengläsern in die AccuVap überführt und eingeengt werden.

Probensplitting

Für nachfolgende Analysensysteme (z. B. GC-MS/MS und LC-MS/MS) oder für weitere nachfolgende Probenaufreinigungsschritte (z. B. SPE) werden die Proben oft in unterschiedlichen Lösemitteln benötigt. Mit der AccuVap ist ein Split der Probe in unterschiedliche Konzentrationen und unterschiedlichen Lösemitteln möglich.

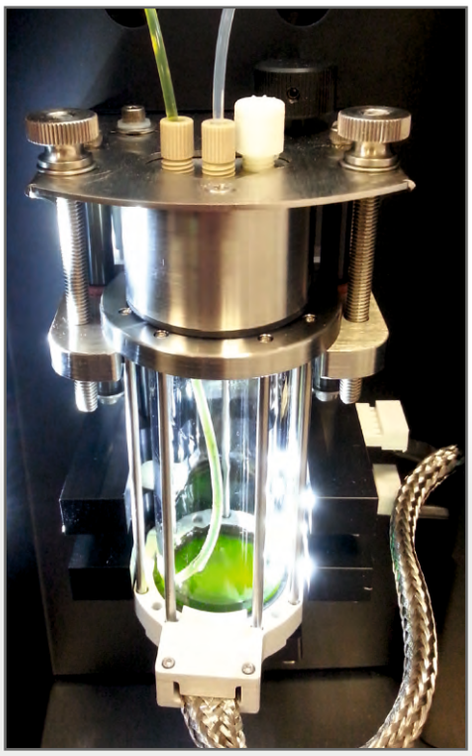
Die Probe kann gesplittet und mit bis zu fünf unterschiedlichen Lösemitteln versetzt und dann transferiert werden (Vials, SPE Modul, GPC Modul).

Hochpräzise Bauteile garantieren eine verlustfreie Probenkonzentration

Sensoren steuern automatisch die Temperatur- und Vakuumeinstellungen entsprechend dem Füllstand in der Verdampfungskammer und dem Arbeitsfortschritt. Der Level Sensor der Verdampfungskammer erkennt auch „schwierige" Proben - so lassen sich z. B. auch Kakaoproben problemlos konzentrieren. Die kleine Hysterese der Temperatur- und Vakuumsteuerung und die damit verbundene schonende Behandlung der Analyten ermöglicht die risikolose Einengung bis zur Trockene.

Innovatives statisches Verdampfungssystem

- **Der Verdampfungsvorgang** erfolgt schonend ohne Siedeverzug. Dadurch werden Verluste vermieden und zugleich gewährleistet, dass sowohl ein Überlaufen als auch ein Trockenlaufen der Verdampfungskammer während der Einengung ausgeschlossen ist.
- **Die Lösemittelverdampfung** erfolgt beim Verdampfungsmodul unmittelbar nach dem Verlassen der Gelsäule in gleicher Menge, die der Flussrate des Eluenten im GPC bzw. SPE entspricht.
- **Der Probentransfer** in Vials erfolgt nahezu vollständig, auch bei kleinsten Probemengen steht ausreichend Material zur weiteren Verarbeitung zur Verfügung.
- **Vakuum- und Heizraten** werden abhängig vom Probenstand in der Kammer vom Gerät automatisch angepasst.
- **Sicherheitseinrichtungen** gewährleisten einen Betrieb auch während der Nachtstunden.
- **Alle gemeinsam** genutzten Wege werden so gespült, dass keinerlei Verschleppungen von einer Probe zur nächsten erfolgt.
- **Automatisierte Zugabe** von internen Standards möglich.
- **Schonende Einengung** und Überführung auch labiler Analyten.
- **Automatisierte Zugabe** von Keeper-Lösemittel möglich.
- **Wartungsfreie** statische Verdampfungskammer.



Einengungsmodi

Das AccuVap Inline-Verdampfungsmodul bietet die Probeeinengung zur Trockene **oder** alternativ mit mehrfachem Lösemittelaustausch (flüssig/flüssig), ohne zur Trockene zu gehen.

Die Aufnahme der Analyten in Austauschlösemittel und der daran anschließende Transfer der Analyten in GC-Vials kann mehrfach erfolgen. Die transferierten Mengen können frei gewählt werden.

Live Update

Für die Methodenentwicklung des Verdampfungsmoduls AccuVap können bestimmte Methodenparameter im Ansteuerungsprogramm während des Verdampfungsvorganges geändert werden.

Die Änderungen werden mit einem Klick auf "Live Update" vom AccuVap Modul sofort übernommen.
So kann die sonst zeitintensive Methodenentwicklung deutlich verkürzt werden.

Einengung zur Trockene

Die meisten Anwender engen zur Trockene ein. Das geschieht in der AccuVap sehr schonend und erst am Ende des Einengungsprozesses: Während der Verdampfung, die parallel zur Aufreinigung in der Gelsäule erfolgt, sind die Verdampfungstemperaturen entsprechend dem eingestellten Vakuum gleichbleibend niedrig.
Am Endpunkt erkennt das System sofort, wenn die Trockene erreicht ist und schaltet augenblicklich die Bodenheizung der Verdampfungskammer ab, die zusätzlich mit einem Luft- oder Stickstoffstrom gekühlt wird.
Durch die geringe Masse des beheizten Bodens wird die Temperatur-Hysterese extrem klein gehalten, so dass keine Verluste zu befürchten sind.
Die Zugabe von Austauschlösemittel erfolgt über eine hochpräzise Mikrolitersprize, die intern kalibriert wird.

Einengung auf ein Restvolumen (Level Sensor)

Bei Einengung auf ein Restvolumen mit Lösungsmittelaustausch wird die Energiezufuhr zur Bodenheizung abgeschaltet, wenn der untere Sensor, der die Verdampfungskammer überwacht, erreicht wird.
Es wird automatisch Austauschlösungsmittel zugegeben und es wird wieder zum unteren Sensor eingeengt.
Dies kann mehrmals erfolgen, so dass das nicht gewünschte Lösungsmittel mit Sicherheit verdampft ist.
Um die immer gleiche Probenmenge zu transferieren, wird zum unteren Sensor automatisch aufgefüllt.
Die Höhe des Sensors und damit das eingestellte Endvolumen ist stufenlos einstellbar und wird intern kalibriert.

PrepLinc Probenvorbereitungssystem

Moduloptionen im Überblick

Gelpermeationschromatographie (GPC)

- Direkt- bzw. Probenschleifeninjektion
  Modi:
  GPC Only
  GPC mit SPE
  GPC mit AccuVap
- Druckwächter
- Einstellbare Flussraten: 0 - 10 ml/min
  Typisch: 5 ml/min bei Niederdrucksäulen

GPC-Säulen

- Niederdrucksäulen nach § 64 LFGB (DFG S19), Mitteldruck- und Hochdrucksäulen
- Optionales Säulen- und Lösemittelwechselventil
- Zweidimensionale GPC-Aufreinigung (2D-GPC)

Interner UV-Detektor

- Retentionszeiten aus dem GPC-Säulen-kalibierprogramm können direkt in die Methoden übernommen werden

Systemdruckwächter

- Sicherheitsabschaltung
- Je nach verwendeter Säule einstellbar

Interne Hochdruckpumpe

- Standardausführung
  bis 170 bar Gegendruck
- Sonderausführung bis
  374 bar Gegendruck

Austauschlösemittel

- Nach Probeeinengung
  frei wählbar

AccuVap Modul FLEX oder Inline

- Probenaufgabe direkt in die Verdampfungskammer oder im Stand-alone-Betrieb (ersetzt den Rotationsverdampfer)
- Der Siedepunkt des Lösemittels wird durch Vakuum soweit abgesenkt, dass das Lösemittel der Probe bei schonender Temperatur verdampft

Probenkonzentration

- Schonend zur Trockene oder zum definierten Endvolumen (flüssig/flüssig)
- Mit automatisiertem Lösemittel-austausch
- Abblasen mit Stickstoff (Option)
- Präzise Abfüllung in frei wählbare Probegläser oder Direktüberführung in SPE Modul

Verdampfungskammer mit Flüssigkeitsstandssensoren

- Sensoren steuern Energie- und Vakuumzufuhr
- Flüssigkeitsstandsensoren Lösemittel- und Matrixunabhängig

Liquid Handling Modul

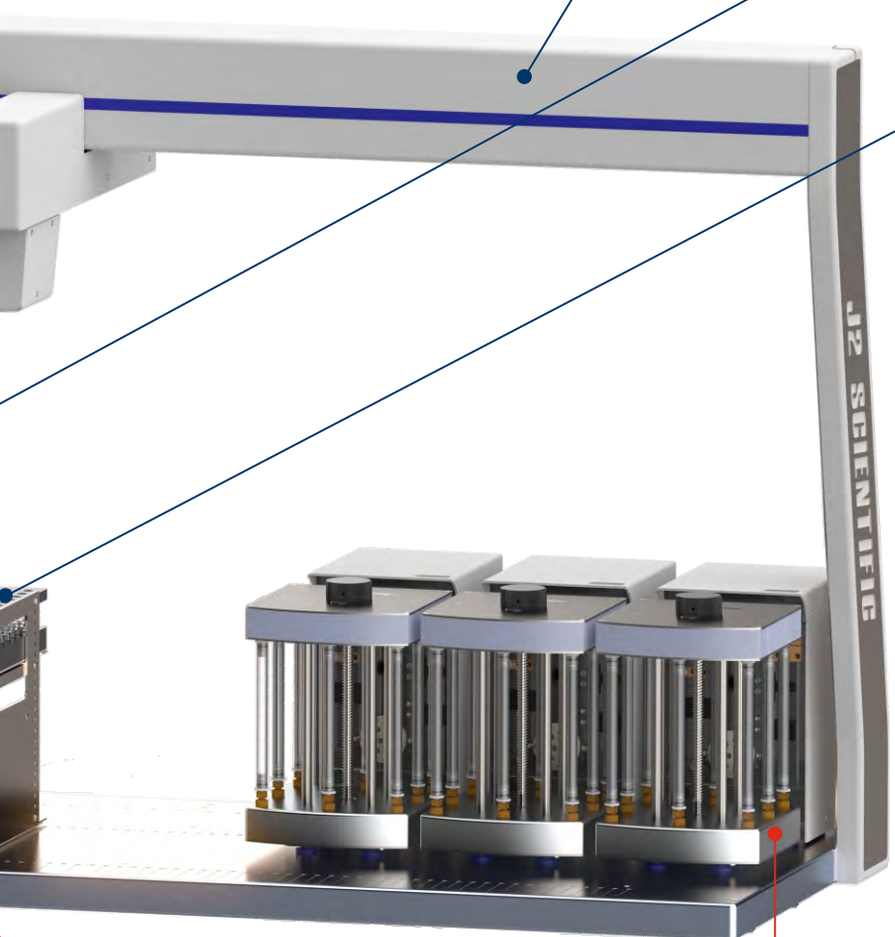
- Das Liquid Handling Modul ermöglicht folgende Arbeitsschritte: Dosieren, Dispensieren, Verdünnen, Lösen, Transferieren, Pipettieren, Homogenisieren, Probe aufnehmen, Systemreinigung, Probensplitt, Probenaufgabe

Autosampler mit Grundplatte

- Auf der Grundplatte werden die Probentische sowie SPE Module frei platziert
- Autosampler in der Größe konfigurierbar

Probennadel

- Die Eintauchtiefen sind programmierbar
- Smart Tracking - die Nadel folgt während der Probennahme dem Flüssigkeitspegel nach unten, so dass immer nur wenige Millimeter der Nadel von der Probe benetzt werden



Probentische / Racks

- Jedes beliebige Probenglas kann in passende Halterungen eingestellt und verwendet werden
- Es stehen mehr als 90 Standard-Probentische in unterschiedlichen Größen zur Auswahl
- Auch bereits vorhandene Proben-tische können im Programm angelegt und auf der Grundplatte frei platziert werden

Festphasenextraktion (SPE)

- Die SPE Module werden mit positivem Druck beaufschlagt
- Trocknen des Kartuschenmaterials z.B. mit Stickstoff möglich

SPE Modul

- Bis zu 12 unterschiedliche Lösemittel können an das SPE Modul angeschlossen werden
- Folgende Schritte können mit dem Modul abge-arbeitet werden: Condition, Dilution, Dispense Sample, Drying / Clear, Elution, Flow Path Rinse, Mixing, Nitrogen Purging, Prime, Probe Rinse, Rinse Direct Inject Port, Sample Injection, Sample Introduction, Sample Pickup, Wait / Soak, Wash

SPE Kartuschenmodul(e)

- Bis zu fünf Module mit je neun SPE Kartuschen, handelsübliche SPE Kartuschen von 1 ml bis 15 ml
- Einzel- oder Reihenschaltung der SPE Kartuschen, Beaufschlagung der Kartuschen von oben nach unten und/oder Reverse
- Einstellbarer Druckwächter
- Als Filtrationseinheit zwischen Probenaufreini-gungsschritten verwendbar

Evaporations Modul FAQ

Evaporationsmodul AccuVap mit Lösemittelaustausch

Fragen und Antworten zum Probenkonzentrationsmodul AccuVap

Können die Proben gesplittet werden?

Für nachfolgende Analysensysteme (z. B. GC-MS/MS und LC-MS/MS) oder für weitere nachfolgende Probenaufreinigungsschritte (z. B. SPE) werden die Proben oft in unterschiedlichen Lösemitteln benötigt. Mit der AccuVap ist ein Split der Probe in unterschiedliche Konzentrationen und unterschiedlichen Lösemitteln möglich. Die Probe kann gesplittet und mit bis zu fünf unterschiedlichen Lösemitteln versetzt und dann transferiert (Vials, SPE Modul, GPC Modul) werden.

Wird die Trockene während des Verdampfungsvorgangs erreicht?

Die Verdampfungskammer ist durch Sensoren in unterschiedliche Zonen aufgeteilt. In der unteren Zone wird der Kammerboden nicht beheizt und damit bleibt Lösemittel (ca. 0,5 bis 1 ml) in dieser Zone stehen. Die Wirkstoffe werden in diesem Lösemittelrest konzentriert und gehalten. Erst am Endpunkt (Ende der GPC-Collect-Phase, SPE-Elutions-Phase) ist in der Methode festgelegt, ob die Probe weiterhin zur Trockene oder zu einem Restvolumen eingeengt wird.

In welchem Modi kann das Verdampfungsmodul AccuVap verwendet werden?

Das AccuVap Modul kann sowohl Inline mit dem GPC- (bzw.) und/oder SPE Modul als auch als Stand-alone-Verdampfungssystem verwendet werden. In der Collect-Phase (GPC) bzw. Elutionsphase (SPE) wird die Probe direkt in das AccuVap Modul überführt und dort unmittelbar „inline“ eingeengt. Bedingt durch die geniale Konstruktion der AccuVap-Verdampfungskammer erfolgt der Start des Einengungsprozesses unmittelbar nach Einleitung der ersten Milliliter des Eluates in der GPC-Collect-Phase bzw. in der SPE-Elutionsphase. D.b., dass die Probe nicht „zwischengelagert“ werden muss, sondern parallel, zeitgleich zur Elution, in der AccuVap weiterverarbeitet wird. Bei Verwendung der AccuVap als Stand-alone-Verdampfungssystem wird die Probe kontinuierlich aus Probengefäßen (z.B. Spitzkolben) entnommen, bis sich keine Flüssigkeit mehr im Vorlagegefäß befindet. Mit einem optionalen Spülvorgang des Vorlagegefäßes wird die vollständige Überführung auch eventueller Probenreste sicher gestellt.

Kann der Füllstand der Verdampfungskammer probenunabhängig detektiert werden?

Ja. Der AccuVap-Sensor ist empfindlich gegenüber allen flüssigen Proben, unabhängig von der Probenkonzentration, der Probenmatrix oder vom Lösemittel in dem die Probe gelöst ist. Auch „schwierige“ Proben wie etwa Kakaoproben werden vom AccuVap-Sensor problemlos detektiert.

Warum wird die Verdampfungskammer in unterschiedliche Zonen unterteilt?

Die Verdampfungskammer wird durch Sensoren in unterschiedliche Zonen unterteilt, damit sowohl ein Überlaufen als auch ein Trockenlaufen der Verdampfungskammer während der Einengung ausgeschlossen ist.

Warum kann mit dem Verdampfungsmodul die Probe verlustfrei bis zur Trockene eingeengt werden?

In den Labor-Rotationsverdampfern wird der Verdampferkolben in einem Heizbad erwärmt und die Siedetemperatur durch Vakuum so abgesenkt, dass auch temperaturempfindliche Substanzen weitgehend verlustfrei eingeengt werden. Solange sich Lösemittel im Verdampfungskolben befindet, bleibt die Verdampfungstemperatur gleichbleibend niedrig. Das ändert sich jedoch, wenn das Lösemittel im Verdampferkolben verdampft ist; dann steigt die Temperatur im Kolben schlagartig bis zur Temperatur des Heizbades. Durch die große Masse des Heizbades bedingt, lässt sich eine Temperaturabsenkung im Rotationsverdampfer nur sehr langsam erreichen. D.h., dass die Probe dem Heizbad entnommen werden muss, solange sich noch eine Restmenge Lösemittel im Kolben befindet. Eine ständige Überwachung der Restmenge im Verdampfungskolben ist also nötig, um diesen noch vor dem Erreichen der Trockene aus dem Heizbad zu entnehmen und damit die Zerstörung temperaturempfindlicher Analyten zu verhindern.

Anders in der innovativen Verdampfungskammer der AccuVap: Auch hier wird die Verdampfungstemperatur durch Vakuum abgesenkt; der Verdampfungsvorgang erfolgt schonend ohne Siedeverzug. Durch die sehr geringe Masse des elektrisch beheizten Verdampfungskammer-Bodens wird die Temperatur des Bodens nach Abschaltung der elektrischen Heizenergie beim Erreichen der Trockene, sehr schnell auf die Verdampfungstemperatur des Lösemittels abgesenkt. Die Temperaturhysterese innerhalb der Kammer ist dadurch äußerst gering; auch temperaturempfindliche Substanzen können so verlustfrei zur Trockene gebracht werden. Alternativ kann aber auch zu einem Restvolumen eingeengt und der Lösemittelaustausch mit einem höher siedenden Lösemittel durchgeführt werden.

Fragen beantworten wir auch gerne persönlich

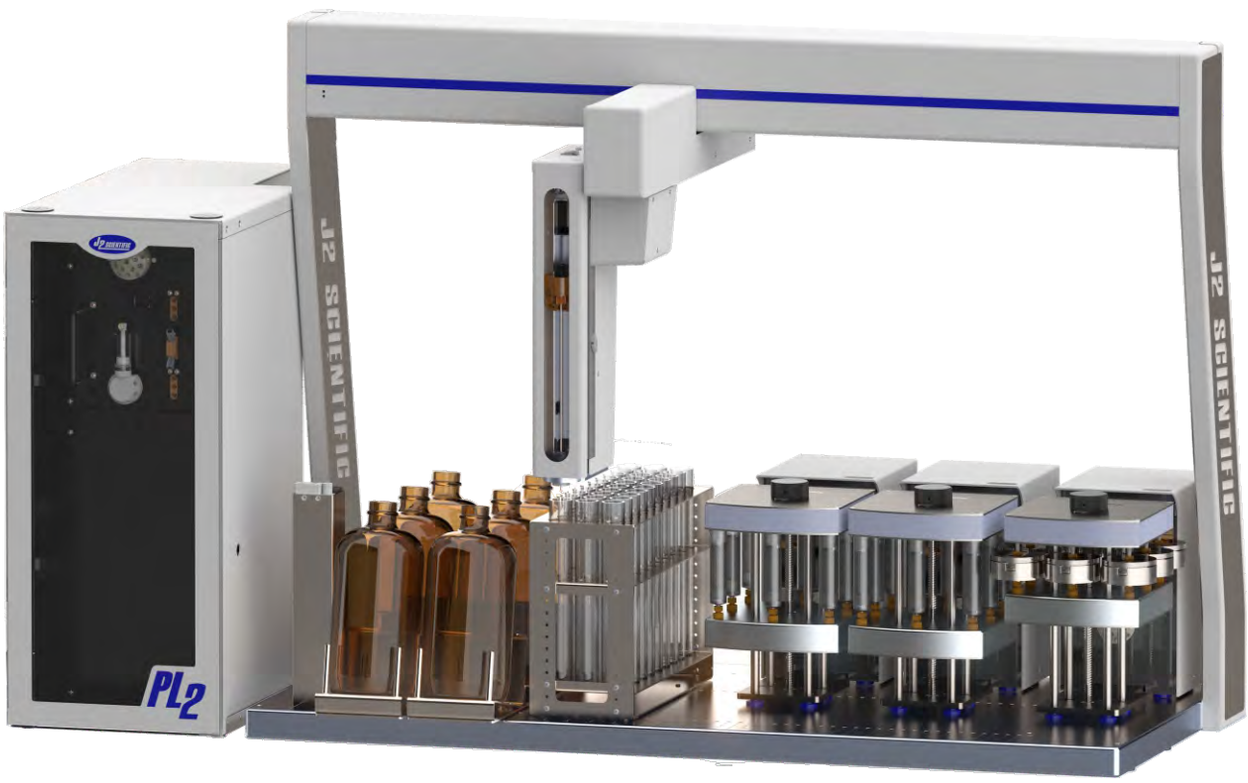
Wir stehen Ihnen bei Fragen zu unseren Systemen gerne auch persönlich zur Verfügung.
Wir freuen uns auf Ihre Anfrage:

E-Mail: kontakt@antec.de
Telefon: + 49 (0) 8856 9910

PrepLinc LVi-SPE Wasserextraktion

Vollautomatische Wasserprobenvorbereitung bis zum GC Vial

Mit dem PrepLinc-LVi SPE Wasserfestphasenextraktionssystem werden Analyten aus großen Wassermengen angereichert, die auf Rückstände untersucht werden sollen. Im Anschluss wird die Kartusche getrocknet und eluiert. Das Eluat wird eingeengt (mit Lösemittelaustausch) und in GC Vials überführt - ohne manuelle Zwischenschritte.



Large Volume Injection LVi

Mit dem PrepLinc LVi SPE Wasserextraktionssystem werden Analyten aus großen Wassermengen angereichert, die auf Rückstände untersucht werden sollen. In der Praxis werden Wassermengen von 1 Liter verwendet. Es kann aber auch mit wesentlich größeren Wassermengen angereichert werden. Jedes LVi SPE Modul nimmt bis zu 8 handelsübliche Kartuschen oder Extraktionsdisks auf.

Mit dem LVi-Pumpenmodul werden die Wasserproben auf die Kartuschen, die vorher automatisch konditioniert wurden, gebracht. Die Flussrate wird in der Methode durch die Software stufenlos vorgegeben. In der Praxis zeigt sich, dass selbst bei einer Flussrate von 60 ml pro Minute exzellente Wiederauffindungsraten resultieren; es besteht somit bei einer Probenmenge von 1.000 ml ein Zeitbedarf von etwa 17 Minuten für diesen Schritt. Nach der Anreicherung wird die Kartusche durch einen Luft- bzw. Stickstoffstrom komplett getrocknet, anschließend wird die Kartusche mit Lösemittel eluiert. Das Eluat wird direkt in das angeschlossene AccuVap Modul überführt und dort konzentriert; optional wird ein Lösemittelaustausch vorgenommen.
Das Probenmaterial wird aus der Verdampfungskammer der AccuVap über den Probengeber in bereitgestellte GC Vials transferiert - die Proben stehen jetzt zur Analyse bereit.

Der Vorteil liegt auf der Hand: Der gesamte Vorgang - also auch der bisher manuell durchgeführte Teil wie Aufkonzentration und Lösemittelaustausch - läuft Rechner- und damit zeitgesteuert präzise unter immer gleichen Bedingungen ab und gewährleistet hohe Wiederauffindungsraten bei minimalen Messwertstreuungen. Mit der durchdachten PrepLinc-Software kann auch innerhalb einer Probensequenz jede Probe individuell abgearbeitet werden. Natürlich bietet die Software auch die Möglichkeit, eilige, neu hinzukommende Proben in die bereits laufende Sequenz zu integrieren und in der Bearbeitung vorzuziehen.

Probenaufreinigung am Beispiel von Dioxin-Schadstoffgruppen

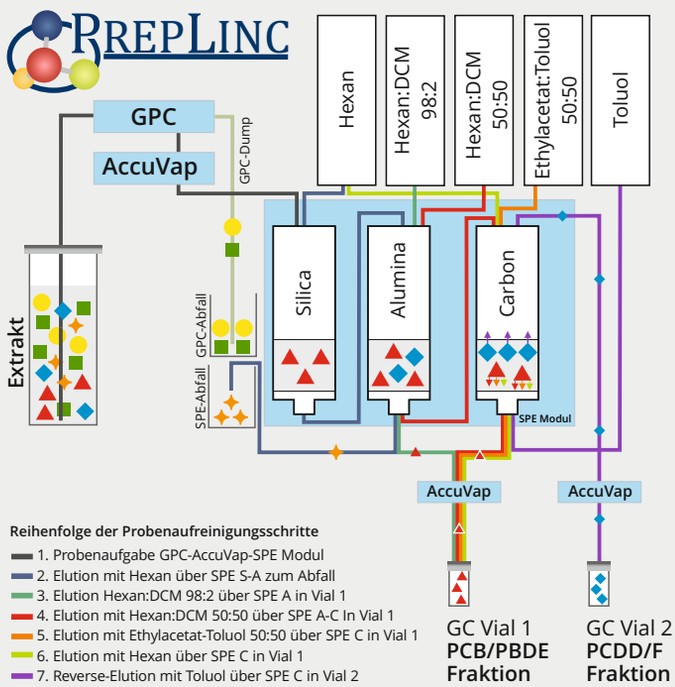
PCB, PCDD/F und PBDE Komponenten

PrepLinc automatisiert auch komplexe SPE-Anwendungen, bei denen mehrere SPE Kartuschen Verwendung finden müssen. Das Applikationsbeispiel zeigt die Aufreinigung einer Dioxinprobe, die mit GPC, AccuVap und drei unterschiedlichen SPE Kartuschen die PCBs, PBDEs und PCDD/Fs separiert und in unterschiedliche GC Vials transferiert.

Diese Probenaufbereitungen erfolgen durch GPC-Reinigung und mehrfachen SPE-Reinigungsschritten, wobei die Analyten durch Volumeneinengungen unter kontrolliertem Vakuum und Temperaturzufuhr im AccuVap Modul aufkonzentriert werden. Diese Aufkonzentrationen können auch mehrfach erfolgen, um ein oder auch mehrere Probenkonzentrate zur weiteren Analytik zu erhalten. Dies ist z. B. in dem nachfolgend beschriebenen Prozess der Fall, bei dem als Ergebnis je ein Vial mit den Analyten PCB/PBDE und PCDD/F gewonnen wird:
Das aus der GPC-Säule strömende Eluat wird, zeitlich um 20 Sekunden versetzt, sofort in der AccuVap-Kammer konzentriert. Dies wird durch Sensoren in der Verdampfungskammer überwacht und gesteuert. Nach Beendigung der GPC-Reinigung und der AccuVap-Konzentration wird das Eluat direkt aus der Verdampfungskammer der AccuVap über eine Kieselgel-Kartusche in SPE Modul 1 und dann in SPE Modul 2 über eine Aluminiumoxid-Kartusche in den Abfall geleitet.
Mit unterschiedlichen Lösemitteln erfolgen dann weitere Elutionen über die Kieselgel- und Aluminiumoxid-Kartusche sowie über die Kohlenstoff-Kartusche, um dann die PCB/PBDE-Analyten, nach weiterer Aufkonzentrierung in dem AccuVap Modul, in Probenvial 1 zu sammeln. Nun erfolgt eine Elution in umgekehrter Flussrichtung an der Kohlenstoff-Kartusche, um die PCDD/F-Analyten in Vial 2 aufzunehmen. Mit dem Linc-Editor werden die drei Probenvorbereitungsmethoden zu einer Gesamtmethode vernetzt.

Die PrepLinc Plattform wird mit den verfügbaren Hardware-Komponenten PrepLinc-GPC, PrepLinc-AccuVap und mit bis zu fünf PrepLinc-SPE Modulen, die jeweils 9 handelsübliche SPE Kartuschen aufnehmen können, bestückt. Mit der PrepLinc Software werden diese Module in beliebiger Reihenfolge miteinander vernetzt, so dass damit die unterschiedlichsten Anforderungen realisiert werden. Höchstmögliche Flexibilität des PrepLinc Systems ist damit gegeben.

Der gesamte Ablauf geschieht vollautomatisiert vom Extrakt zu den zwei fertig abgefüllten GC-Vials, ohne dass manuelle Zwischenarbeiten erforderlich sind.



Anwendungsdatenblätter

Für viele Probenvorbereitungsmethoden stehen Anwendungsdatenblätter für das PrepLinc System zur Verfügung. Bitte nehmen Sie bei Interesse Kontakt mit uns auf.

Besonderheiten des Ansteuerungsprogramms

Plausibilität der Methoden
Bevor eine Methode vom System gespeichert wird, überprüft die Software die Methode auf Plausibilität und Richtigkeit. Fehlerhafte oder fehlende Parameter werden aufgezeigt und müssen vor dem Speichern durch den Benutzer angepasst werden.

Versionsverwaltung
Alle im Programm gespeicherten Methoden (Linc Methoden, AccuVap Methoden, SPE Methoden, LVi Methoden und GPC Methoden) sind in der Methodenübersicht gelistet und werden nach Typ, Status, Kompatibilität und Erstellungs- bzw. Änderungsdatum angezeigt. Die Methoden werden versioniert abgelegt, d. h. Änderungen an den Methoden werden dokumentiert und können jederzeit nachvollzogen werden.

Eilige Proben
Während des Laufs können weitere Proben im Probengeber eingestellt und der Probenliste hinzugefügt werden. Eilige Proben können durch Markierung in der Probenliste bevorzugt abgearbeitet werden.

Methodenerstellung

Für das GPC-, SPE- und das Evaporationsmodul können individuelle Methoden erstellt und je nach Anforderung an die Probenvorbereitung miteinander verknüpft werden. So sind auch umfangreiche und komplexe Methoden einfach und übersichtlich zu erstellen.

SPE Methode

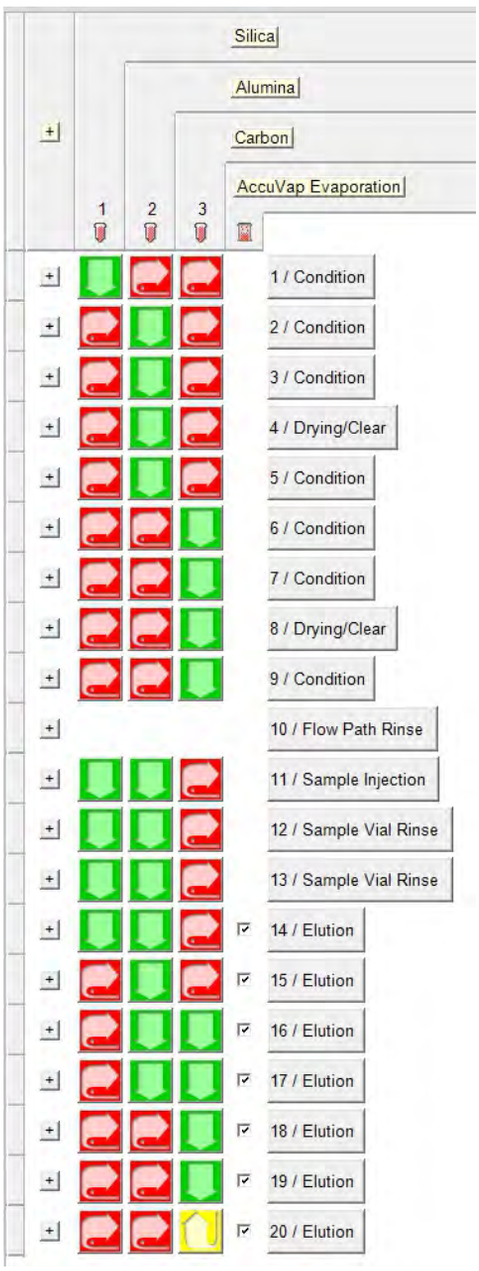
In der SPE Gesamtmethode werden die einzelnen Methodenschritte festgelegt. Es stehen zwölf unterschiedliche Lösemittel in den Methoden zur Auswahl. Die Durchflussgeschwindigkeit und das Volumen kann für jeden Prozess innerhalb der Methode individuell eingestellt werden. Folgende Schritte können innerhalb der SPE Methode erstellt werden: Condition, Dilution, Dispense Sample, Drying / Clear, Elution, Flow Path Rinse, Mixing, Nitrogen Purging, Prime, Probe Rinse, Rinse Direct Inject Port, Sample Injection, Sample Introduction, Sample Pickup, Wait / Soak, Wash.

GPC Methode

Neben der Festlegung der Parameter für die Dump-, Collect-, und Washphase steht dem Benutzer im GPC Methoden Editor auch der Probentransfer zur AccuVap bzw. zum SPE Modul zur Auswahl. Soll die mit GPC aufgereinigte Probe eingeengt werden, so kann diese Inline in das AccuVap Modul geleitet und aufkonzentriert werden. Außerdem besteht die Möglichkeit, die Probe zu fraktionieren oder auch mit 2D-GPC aufzureinigen.

AccuVap Methode

Die Probenzuführung in das Konzentrationsmodul erfolgt direkt aus dem GPC Modul beziehungsweise aus der SPE Kartusche während der Collect- bzw. der Elutionsphase. Der Anwender legt folgende Parameter in der Methode fest: Vorlage (Keeper / Spike), Vakuum und Temperatur für den Verdampfungsvorgang, Endpunkt: Level Sensor (flüssig/flüssig) oder Trockene, Verdünnungen, Lösemittelaustausch, Transfervolumen, Probensplit (ggf. in unterschiedlichen Lösemitteln). Um Kreuzkontaminationen zu vermeiden, werden alle mit der Probe in Berührung gekommenen Teile gespült; die Anzahl der Spülvorgänge kann beliebig festgelegt werden. Nach erfolgter Aufkonzentration kann gewählt werden, ob die Probe in ein verschlossenes Probenglas transferiert oder auf eine SPE Kartusche aufgegeben werden soll. Für spezielle Anwendungsfälle kann es erforderlich sein, dass die Probe in der Verdampfungskammer verbleibt und mit der nächsten Probe kombiniert wird. Auch dies kann in der AccuVap Methode festgelegt werden.



Umsetzung der SPE Methode für die Dioxin-Probenaufbereitung mit PrepLinc.

Probenliste

Das Ansteuerungsprogramm ist einfach und intuitiv zu bedienen. In der Probenliste können die im System hinterlegten Methoden aufgerufen und mit einem Knopfdruck abgearbeitet werden. Der Hauptbildschirm gibt einen Überblick über den Systemstatus.

Das Ansteuerungsprogramm ist so aufgebaut, dass im Routinebetrieb nur wichtige Programmteile angezeigt werden.
Die Programmteile Methodenentwicklung, Systemdiagnose und Grundeinstellungen des Systems sind verborgen.

Im Routinebetrieb ist für den Anwender der Zugriff auf die Probenliste notwendig. In dieser wird die Probenvorbereitungsmethode gewählt sowie die Eingabe- und Ausgabeposition der Proben bestimmt. Ein Klick auf „Start“ speichert die Probenliste im System und startet die Probenvorbereitung.

Autosampler Kapazität

PrepLinc Modul

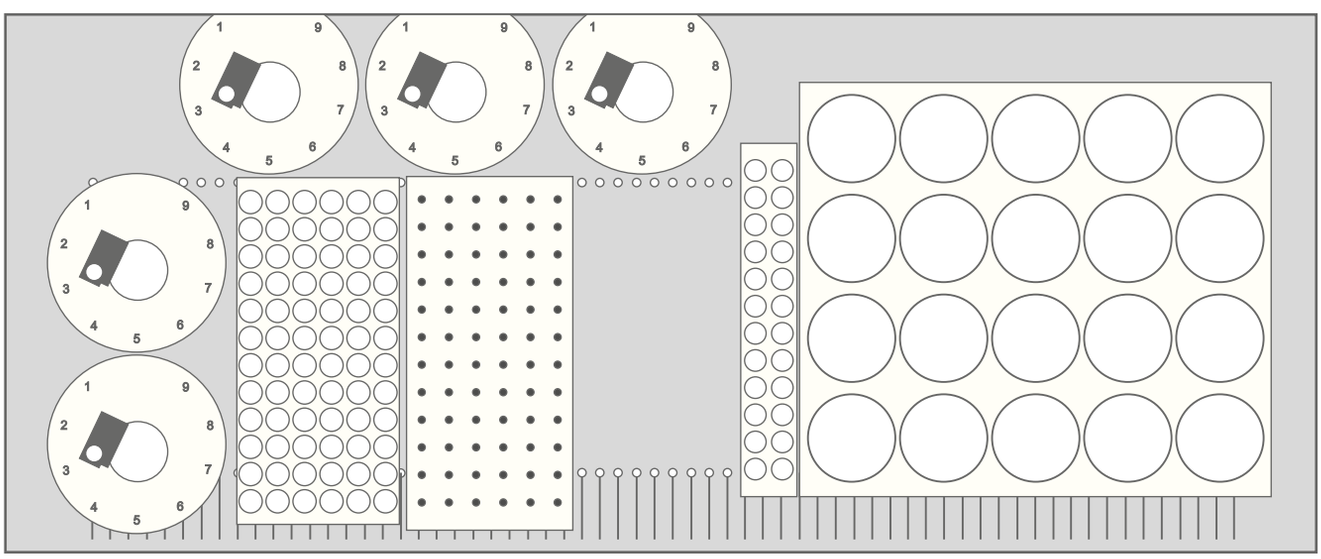
Höchste Flexibilität - einfaches Handling.

Die Racks werden beliebig auf dem nummerierten Lochraster der Grundplatte eingerastet. Der Lochrasterpunkt für jedes platzierte Rack wird in der Probentischkonfiguration (Mat-Editor) festgelegt. Die Methoden werden rackunabhängig abgespeichert - Gerätekonfiguration, Mat-Editor und Methoden können beliebig miteinander kombiniert werden. Größtmögliche Flexibilität ist dadurch gegeben.

Probenkapazität

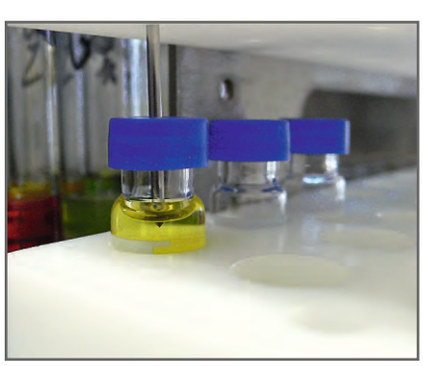
Bei Ausrüstung des Systems mit fünf SPE-Kartuschenmodulen können pro Probe fünf unterschiedliche SPE-Kartuschen verwendet werden. Die Probenkapazität einer Sequenz liegt dann bei neun Proben. Wird nur eine SPE-Kartusche pro Probe benötigt, erhöht sich die Kapazität einer Sequenz (=Probenlauf) auf 45 Proben.

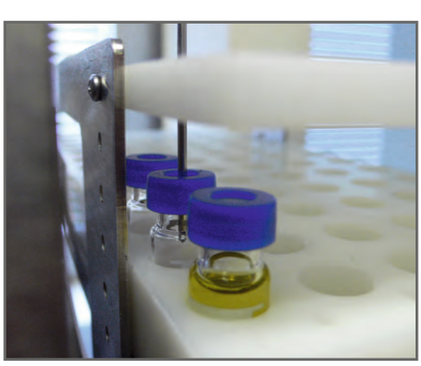
Die Reihenfolge der Probenschritte kann frei gewählt werden. So kann eine großvolumige Probe zuerst im AccuVap Modul eingeengt, dann über die SPE-Kartuschen eluiert, nachgespült und im AccuVap Modul mit Austauschlösemittel versetzt und direkt in GC-Vials transferiert werden.

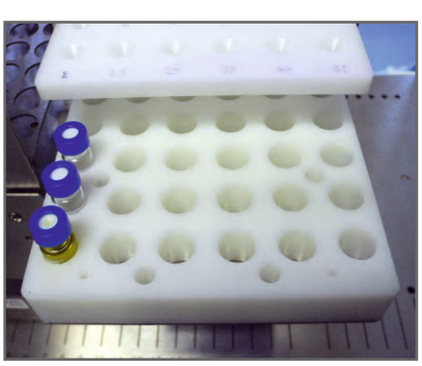


Konfigurationsbeispiel: Autosamplergrundplatte mit fünf SPEi-Modulen (je 9 Kartuschen) sowie Probentischen für GC Vials, 250 ml Probengläsern und zwei Probentische für 16 mm Probengläser

Probentisch für GC-Vials





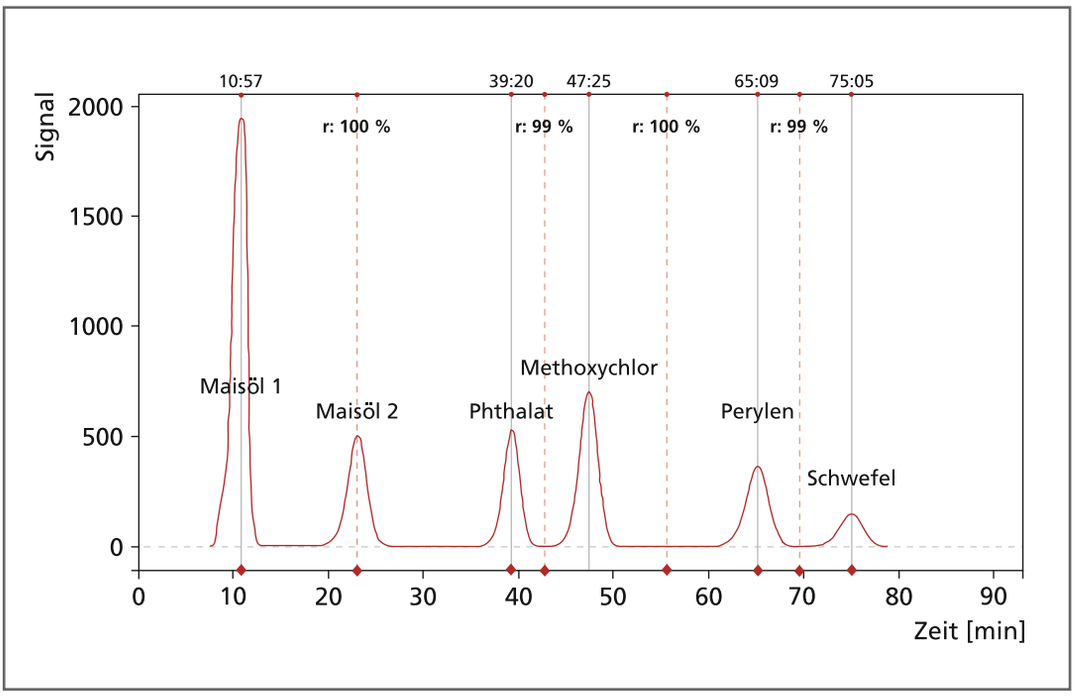


GC-Vial Rack RK 1267 mit 72 Positionen

Zweidimensionale GPC 2D-GPC

Hohe Matrixlast mit 2D-GPC

Die zweidimensionale Gelpermeationschromatographie (2D-GPC) erlaubt es, eine Probe mit bis zu fünf Gramm Fett bzw. Matrix in einem Durchlauf mit GPC aufzureinigen.



2D-GPC Chromatogramm bei einer Probenaufgabe mit 5 g Fettmatrix

Funktionsweise

Die PrepLinc 2D-GPC Methode erhöht die mit einer Injektion auf die GPC-Säulenkombination aufgegebene Probenmenge signifikant. Zwei GPC-Säulen sind dabei in Reihe geschaltet. Die Probe mit einer Matrixbelastung von 4 bis 5 Gramm wird zunächst auf die erste GPC-Säule aufgegeben und ein großer Teil der unerwünschten, hochmolekularen Begleitstoffe wird während der Dump-Phase in den Abfall geleitet. Sobald der größte Teil dieser unerwünschten Begleitstoffe von der Probe abgetrennt ist, wird die zweite GPC-Säule in Reihe zugeschaltet.
Die Probe durchläuft nun beide Säulen, die Analyten werden sehr weit „auseinandergezogen" und die Restmatrix wird nun nach der zweiten Säule in den Abfall geleitet, bis die ersten Analyten das Säulenende der zweiten Säule erreichen, um dann in der Collect-Phase gesammelt bzw. in der AccuVap aufkonzentriert zu werden.

2D-GPC nachrüsten

Die 2D-GPC-Option ist für alle GPC-PrepLinc Systeme kostengünstig nachrüstbar, neue PrepLinc Systeme werden optional mit dieser Funktion ausgestattet. In der Praxis wird die 2D-GPC-Probenaufreinigung bereits mit Erfolg angewendet.
Das 2D-GPC-Upgrade sowie die Freischaltung der 2D-GPC-Funktion im Ansteuerungsprogramm erhalten Sie bei der ANTEC GmbH.

Literaturhinweis

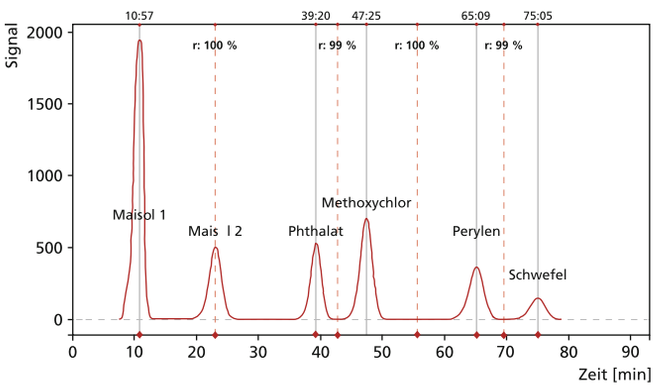
„PAKs in Fetten und Ölen - Bestimmung von leichten und schweren polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAKs) in Fetten und Ölen pflanzlicher und tierischer Herkunft mittels automatisierter 2D-GPC und anschließender GC-MS-Detektion" von Melanie Lehneke, Dipl.-Lebensmittelchemikerin, Prüfleiterin Food Services der Intertek Food Services GmbH in der Deutschen Lebensmittel-Rundschau (110. Jahrgang).

GPC Modul Optionen

für PrepLinc GPC Modul

2D-GPC

Die Leistungsfähigkeit der GPC, gemessen am ausblendbaren Matrixanteil, wird durch die 2D-GPC signifikant erhöht. Probenmengen von 4 bis 5 g Matrix können mit einer einzigen Injektion auf das System aufgegeben werden.



Der Mehrwert der 2D-GPC-Ausrüstung liegt auf der Hand. Bei einer Vierfach-Injektionsmethode ist die GPC-Anlage pro Probe für ca. 180 Minuten belegt, so dass im 24-Stunden-Betrieb maximal 8 Proben gereinigt werden können. Mit der 2D-GPC-Methode wird die Kapazität der GPC-Anlage verdoppelt, die Lösemittelmengen halbiert. Auch für andere Anwendungsfälle bietet die 2D-GPC-Schaltung in Verbindung mit der PrepLinc Plattform Lösungsmöglichkeiten, komplexe Verfahren zu automatisieren und den manuellen Aufwand zu mindern.

GPC-Säulenwechselventil

Das PrepLinc System kann mit einem Säulenwechselventil ausgestattet werden. Dies ermöglicht es innerhalb einer Probensequenz bis zu vier unterschiedliche GPC- oder andere präparative Säulen anzusteuern und zu verwenden.

Außerdem kann ein Lösemittelwechselventil angeschlossen werden, um das PrepLinc System mit unterschiedlichen Laufmitteln zu betreiben.

UV-Detektoren

Zur Festlegung der Retentionszeiten der GPC sowie zur Überprüfung der Retentionszeiten verfügt das GPC Modul über Anschlussmöglichkeiten für UV-Detektoren.

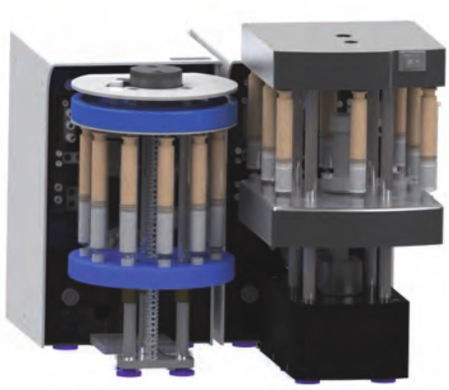
Zwei UV-Detektoren stehen zum Anschluss an das GPC Modul zur Verfügung:
UV-Detektor mit fester Wellenlänge (254 nm) sowie ein **UV-Detektor mit variabler Wellenlänge**.

Die ermittelten Retentionszeiten aus den GPC-Säulenreports können direkt in die Methoden übernommen werden.

SPE Plunger

für PrepLinc SPE Kartuschen Module

Wir bieten für handelsübliche SPE Kartuschen Kolben an, um Totvolumen in den SPE Kartuschen zu verhindern. Bei Einsatz der Kolben wird die Probe direkt auf die SPE Kartusche aufgegeben. Dies wirkt sich vorteilhaft auf die Elution, den Lösemittelverbrauch und die Wiederfindungsraten aus. Die Plunger werden in die SPE Kartuschen eingeführt und in die SPE Module eingespannt (SPE und LVi Module).



Die Plunger sind für folgende Kartuschengrößen verfügbar:

Artikel-Nr.: CS1011X-00
3 ml Kartuschen Kolben
min. Bettlänge: 10 mm
max. Bettlänge: 56 mm

Artikel-Nr.: CS1014X-00
6 ml Kartuschen Kolben (kurz)
min. Bettlänge: 18 mm
max. Bettlänge: 56 mm

Artikel-Nr.: CS1015
6 ml Kartuschen Kolben (lang)
min. Bettlänge: 0 mm
max. Bettlänge: 38 mm

Artikel-Nr.: CS1018X-00
15 ml Kartuschen Kolben (kurz)
min. Bettlänge: 33 mm
max. Bettlänge: 66 mm

Artikel-Nr.: CS1019X-00
15 ml Kartuschen Kolben (lang)
min. Bettlänge: 5 mm
max. Bettlänge: 38 mm

Chromatographie-Säulen

Gelpermeationschromatographie (GPC)

Klassische Niederdruck-GPC Säule

befüllt mit BioBeads® S-X3 Select
Klassische Niederdruck-Gelchromatographiesäule nach DFG S19-Methode.
Trennkapazität: 1 g Extrakt in 5 ml Elutionsmittel
Trennkapazität bei Verwendung der 2D-GPC: bis zu 5 g Extrakt in 5 ml Elutionsmittel.

Anwendungen:
DFG S19 - Methode DFG S19
L-00.00-34: "Modulare Multimethode zur Bestimmung von Pflanzenschutzmittelrückständen in Lebensmitteln" (Erweiterte Neufassung der DFG-Methode S 19)
USEPA SW-846 Method 3640A u.a.

Express Niederdruck-GPC Säule

befüllt mit BioBeads® S-X3 Select
Express Niederdruck-Gelchromatographiesäule nach DFG S19-Methode.
Trennkapazität: 0,55 g Extrakt in 5 ml Elutionsmittel

Anwendungen:
DFG S19 - Methode DFG S19
L-00.00-34: "Modulare Multimethode zur Bestimmung von Pflanzenschutzmittelrückständen in Lebensmitteln" (Erweiterte Neufassung der DFG-Methode S 19)
USEPA SW-846 Method 3640A.
Multimethode zur Bestimmung von GC- und LC- gängigen Pestiziden (nach Fanny Hildmann, Dresden) u.a.

Envirosep ABC™ Hochleistungstrennsäule

Trennkapazität: 0,5 g Extrakt in 5 ml Elutionsmittel

Besonderheit:
Envirosep ABC™ Hochleistungstrennsäule erlaubt Wechsel des Elutionsmittels ohne Auswechslung des Gelbettes.

Zubehör

GPC-Säulenvorfilter
Artikel-Nr. FR300K - Vorfiltergehäuse
Artikel-Nr. FR332 - Frit, Rostfrei
Artikel-Nr. FT652 - Fitting Adapter

Einwegfilter zur GPC-Probenfiltration
Einwegfilter 0,45 µm; Durchmesser 30 mm
Artikel-Nr. 900-300 - Packung zu 100 Stück

Literatur & Anwendungsblätter

Application Notes

Die Probenvorbereitung mit PrepLinc erfolgt u.a. für folgende Analyten:

Aflatoxine, aromatische Dinitroverbindungen, BFRs, Carbamat-Insektizide, Chlorkohlenwasserstoffe, Dioxine, Fungizide, Herbizide, Mykotoxine, PAHs, PBDEs, PCBs, PCDDs, PCDFs, Pestizide, Phenoxyalkancarbonsäuren, Phenylharnstoffherbizide, Phosphorsäureester, POPs, Pyrethroide, Triazine.

Mit PrepLinc werden Methoden, die sich auf GPC oder SPE beziehen, u.a. nach folgenden Richtlinien und Vorschriften automatisiert:

§ 64 LFGB L 00.00-34 (vormals § 35 LMGB), VDLUFA Methodenbuch, Band 7, Umweltanalytik - Methode 3.7.1, AQS - Länderarbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA), AOAC, ASTM, Centers for Disease Control (CDC), CLP, EN 12393, EN 1528, EPA 1613 Dioxin Cleanup, EPA 3535 Solid Phase Extraction (SPE), EPA 500 & 600 Series Water Methods, EPA 8290, EPA Column Cleanup Methods 3610B - Alumina, EPA 3611B - Alumina for Petroleum Waste, EPA 3620C - Florisil, EPA 3630C - Silica, USDA, USEPA, USFDA, USGS, SPE für großvolumige Umwelt-, Wasser-, Lebensmittel-, Pharma- und forensische Proben.

Folgende Literatur- und Anwendungsdatenblätter unserer Anwenderinnen und Anwender zeigen die vielseitigen Einsatzmöglichkeiten der vollautomatisierten Probenaufarbeitung

- Bestimmung von leichten und schweren polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAKs) in Fetten und Ölen pflanzlicher und tierischer Herkunft mittels automatisierter 2D-GPC und anschließender GC-MS-Detektion
- Automatisierte Probenvorbereitung für die Bestimmung von Pestizidrückständen in hocheffizienten Laboratorien mit GPC-GC-MS/MS und -LC-MS/MS
- Maximierte Probenaufgabe mit zweidimensionaler Gelpermeationschromatographie (2D-GPC)
- Automatisierung der Bausteine GPC, C1 und C2 der Methode L 00.00-34
- Maximizing Lipid Load With 2-Dimensional GPC Cleanup
- QuEChERS, SPE and GPC: A Comparison of Sample Preparation Techniques for Analysis of Pesticides in Problematic Matrices
- Automated GPC with Inline SPE to Improve Sample Cleanup Without Adding Time or Solvent
- Additional Cleanup for DIN EN 12393 Minimising Matrix Effects and Improving Result Quality in GC-MS
- A Combined SPE Method for Analysis of Chloroacetic Acids in Drinking Water
- Cleanup-Methode für Nahrungsergänzungsmittel
- Modifizierte Cleanup-Methode für Dioxine und persistente organische Schadstoffe (POPs)
- Automatisierung der Wasserextraktion mit dem SPE-Wasserextraktionssystem Lvi
- Traditionelles Dioxin-Cleanup mit dem PrepLinc System
- Wiederauffindungsraten unterschiedlicher Pflanzenschutzmittel mit GPC und AccuVap
- Erfahrungen zur Automatisierung des GPC-Reinigungsverfahrens bei der Untersuchung von tierischen Lebensmitteln auf Chlorkohlenwasserstoffe
- Der Einsatz der automatischen Gelchromatographie zur Reinigung von Pestizidextrakten
- Organochlor-Pflanzenbehandlungsmittel in Tabak und Tabakerzeugnissen
- Bestimmung der Fungizide Bitertanol, Fuberidazol, Imazalil, Rabenzazole, Triadimefon und Triadimenol in Pflanzen und Boden
- Methode zur Aufarbeitung von Lebensmitteln und Futtermitteln pflanzlicher und tierischer Herkunft für die Multirückstandsbestimmung lipoid- und wasserlöslicher Pflanzenbehandlungsmittel
- Zur Analytik von Chlorkohlenwasserstoffen in Zwiebeln nach Reinigung mit der Gelpermeationschromatographie
- Schnelle Untersuchung von Milch auf chlorierte Kohlenwasserstoffe mittels automatischer Gelchromatographie
- Automatisierte Gelchromatographie als Reinigungsverfahren zum Nachweis von ECD-erfaßbaren Wirkstoffen, chlorierten Kohlenwasserstoffen, Pentachlorphenol sowie von Diphenyl und o-Phenylphenol in pflanzlichen Materialien
- Untersuchungen zum Einsatz der Gelpermeationschromatograpie in der Rückstandsanalytik
- Nachweis von Aflatoxin B1 in Futtermitteln für Milchtiere
- Bestimmung der Rückstände von aromatischen Dinitroverbindungen mittels gelchromatischer Reinigung
- Die Gelpermeationschromatographie, eine universelle Reinigungsmethode in der Analytik von Pflanzenschutzmitteln
- Untersuchungen zur Messung und Bewertung von Rückständen des Ektoparasitenbekämpfungsmittels Phoxim in Milch
- Methode zur Aufarbeitung von Lebensmitteln und Futtermitteln pflanzlicher und tierischer Herkunft für die Multirückstandsbestimmung lipoid- und wasserlöslicher Pflanzenbehandlungsmittel
- Untersuchungen zur Gelchromatograpie (GPC) als Reinigungsverfahren in der Rückstandsanalytik von Tierarzneimitteln
- Eine schnelle Methode zur Bestimmung des Ebergeruchsteroids Androstenon
- Analysenverfahren zur Bestimmung von polychlorierten Dibenzodioxinen und Dibenzofuranen in Muttermilch
- Untersuchungen zum Vorkommen von Moschus-Xylol in Fischen
- GPC-Cleanup von fetthaltigen Matrizes in der Rückstandsanalytik unter Verwendung von OPTIMA-Säulen
- Entwicklung einer Methode zur Bestimmung von Nitromoschusverbindungen im Hausstaub
- Pesticide residues in chicken eggs: A sample preparation methogology for analysis by GC-MS/MS and LC-MS/MS

Firmengeschichte

ANTEC GmbH

Automatisierte Probenvorbereitung mit Gelpermeationschromatographie durch ABC Laboratories / J2 Scientific.

Anfang der **1970er** begann das Umweltlabor ABC Laboratories, Columbia Missouri, unter der Leitung von Dr. David L. Stalling das ursprünglich für den Eigenbedarf entwickelte GPC System auch für andere Anwender zur Verfügung zu stellen.
Das Chemische Landesuntersuchungsamt Münster und die Bayerische Hauptversuchsanstalt für Landwirtschaft Freising-Weihenstephan waren die ersten Anwender des damals GPC-Autoprep genannten Systems in Deutschland. Rasch entwickelte sich die GPC zu einem in vielen Laboratorien eingesetzten Standard für die Probenvorbereitung in der Rückstandsanalytik.

1988 wurde GPC mit der AutoVap, einer automatischen Einengungsvorrichtung, erweitert und damit die Probenvorbereitung weiter vereinfacht.

1991 übernahm die ANTEC GmbH das Geschäftsfeld Probenvorbereitung von Foss Electric, die die von ABC hergestellten Geräte bis dahin in Deutschland betreut hatte.
Die Weiterentwicklung und Herstellung der Systeme wurde von ABC Laboratories in ein Spezialunternehmen ausgegliedert und durch J2 Scientific LLC, ebenfalls in Columbia, Missouri, übernommen.

2001 erhielt das GPC-MPS System, ermöglicht durch den Einsatz moderner, computergesteuerter Programme in Verbindung mit hochpräzisen Spritzenmodulen, neue Möglichkeiten der individuellen Anwendung.

2006 folgte die Neuentwicklung der AccuVap in Verbindung mit dem MPS-System.

2010 wurde das PrepLinc-System eingeführt, das neben GPC und automatischer Probenkonzentration nun auch in der Lage war, komplexe SPE-Aufreinigungen automatisiert durchzuführen.

Mit der 2D-GPC, entwickelt **ab 2013**, wurde es möglich, große Matrixmengen in einer Aufreinigung zu verarbeiten und damit die Effizienz des gesamten GPC-Systems weiter zu steigern.

2020 ANTEC stellt die Weiterentwicklung der Probenvorbereitungsplattform vor.

Zentrale

ANTEC GmbH
Analysen- und Prozesstechnik

Hauptsitz ANTEC GmbH
kontakt@antec.de
Telefon: + 49 (0) 8856 9910

Service

ANTEC GmbH
Analysen- und Prozesstechnik

Zentrales Servicebüro
service@antec.de
Telefon: + 49 (0) 89 7206 9268

www.antec.de