



Bio-farmaceutische bepaling van geneesmiddelen

Deel IIc

H. Lingeman
Afdeling Analytische Chemie en
Toegepaste Spectroscopie
Vrije Universiteit, De Boelelaan 1083,
1081 HV Amsterdam

2. Vaste-Fase Extractie (SPE)

Zoals in Deel IIb al is aangegeven is monsterbehandeling één van de belangrijkste stappen tijdens een analytische procedure. Ofschoon monsterbehandeling, ook tegenwoordig, nog steeds de meest tijdrovende stap is in vele analytische procedures, zijn er gedurende de afgelopen 20 jaar belangrijke veranderingen en ontwikkelingen geweest. Tot voor kort werden in veel laboratoria nog voornamelijk vloeistof-vloeistof extracties (LLE) gebruikt om monsters te concentreren en op te zuiveren. Doordat de recoveries regelmatig laag zijn, er emulsievorming kan optreden, de monsterdoorvoer beperkt is en automatisering eigenlijk alleen goed mogelijk is met robotsystemen, zijn sinds het begin van de tachtiger jaren, vaste-fase extracties (Solid-Phase Extraction - SPE) steeds populairder geworden. Dit met name omdat SPE in belangrijke mate tegemoet kan komen aan de praktische bezwaren van LLE. Bovendien kunnen met SPE vaak schonere extracten worden verkregen.

SPE is een techniek waarmee monsters geconcentreerd en opgezuiverd kunnen worden en waarbij het tevens mogelijk is om het monster van een waterfase naar een water-vrijefase over te brengen of omgekeerd. De selectiviteit wordt verkregen door verschillende vaste fasen (sorbentia) te gebruiken waardoor hetzelfde scala aan retentiemechanismen toegepast kan worden als bij vloeistofchromatografie (LC).

Voor ca. 1940 werd SPE uitgevoerd met behulp van polymere fasen

(copolymeren van styreen en divinylbenzeen) die handmatig in pasteurse pipetten of (later) in wegwerpkolommetjes (cartridges) werden gepakt. Maar doordat deze materialen niet 'star' genoeg waren, ze konden zwellen en krimpen, is SPE pas echt van de grond gekomen toen gebonden silicagel (silica) materialen konden worden toegepast. Halverwege de tachtiger jaren komen dan de eerste half geautomatiseerde systemen op de markt die het mogelijk maken om grotere aantallen monsters sneller te kunnen verwerken. Tegenwoordig zijn er volledig geautomatiseerde systemen waarmee alle stappen van de SPE procedure, alsmede de methode ontwikkeling, uitgevoerd kunnen worden. De laatste ontwikkeling op dit gebied is het gebruik van microtiterplaat systemen waarbij routinematig micro-extracties kunnen worden uitgevoerd.

2.1 Inleiding

Omdat LLE procedures tijdrovend en bewerkelijk zijn (schudden, fase scheiding, verdampen), gevoelig zijn voor fouten en problemen (b.v. emulsievorming, verdamping van grote hoeveelheden organische vloeistoffen), relatief veel kosten met zich mee brengen (aanschaf en verwerken van organische vloeistoffen), vaak monsterverliezen (lage recoveries) geven door niet volledige extracties of artefactvorming, en niet altijd zuivere en droge extracten geven worden SPE procedures steeds populairder.

De belangrijkste voordelen van SPE boven standaard LLE procedures zijn dat: SPE procedures relatief snel zijn, relatief hoge recoveries verkregen worden, de betrouwbaarheid en robuustheid goed is, relatief schone monsters worden verkregen, nauwelijks verontreinigingen worden geïntroduceerd, zowel kleine als grote

monsters kunnen worden verwerkt, relatief kleine hoeveelheden organisch oplosmiddel nodig zijn, de cartridges slechts eenmalig gebruikt hoeven te worden, vluchtige en niet vluchtige, polaire en niet polaire verbindingen bepaald kunnen worden, geen emulsies worden gevormd en de selectiviteit groot is door de vele sorbentia die gebruikt kunnen worden.

Tegenwoordig wordt meestal gebruik gemaakt van een vast sorbens dat in een klein kolommetje (cartridge) is gepakt. De vloeistofstroom door de poriën van dit pakingsbed zorgt voor het noodzakelijke oppervlak waardoor een effectieve opzuivering en concentrering van de analiet(en) plaats vindt. Het resultaat van deze aanpak is dat SPE procedures meestal een grotere monsterdoorvoer hebben dan LLE procedures, daarnaast is het ook eenvoudiger om SPE procedures te automatiseren.

Op het eerst gezicht lijkt SPE veel op LC, maar toch zijn er belangrijke verschillen. De overeenkomsten tussen SPE en LC zijn: de vaste fasen, retentiemechanismen, zelfde theoretisch verleden, en complexiteit. De belangrijkste verschillen zijn echter: de vaste fasen, doel van bepaling en de kosten.

Wordt vervolgd.