

Extraction en Phase Solide (SPE)

Extraction en Phase Solide (SPE)

Principe

Extraction en Phase Solide (SPE)

Principe

C'est un processus chromatographique

- Le support solide jouant le rôle de phase stationnaire**
- Le solvant de l'échantillon puis l'éluant jouant le rôle de phase mobile**

Extraction en Phase Solide (SPE)

Principe

L'extraction sur phase solide est fondée sur la distribution des composés d'intérêts entre une phase solide (adsorbant) et une phase liquide (échantillon)

Extraction en Phase Solide (SPE)

Pourquoi la SPE?

Extraction en Phase Solide (SPE)

Pourquoi la SPE?

- **Traiter les échantillons liquides avant l'analyse**

Extraction en Phase Solide (SPE)

Pourquoi la SPE?

-Isoler ou piéger les analytes traces recherchés, qui sont contenus dans des matrices complexes sur un support solide

Extraction en Phase Solide (SPE)

Pourquoi la SPE?

- **Concentrer les analytes contenus dans des matrices complexes**

Extraction en Phase Solide (SPE)

Pourquoi traiter ?

Extraction en Phase Solide (SPE)

Pourquoi traiter ?

Le traitement de l'échantillon liquide par la technique SPE, permet de régler le problème de la présence d'autres analytes non désirés. Ceux-ci peuvent interférer avec la méthode de séparation et de détection

Extraction en Phase Solide (SPE)

Pourquoi isoler ou piéger ?

Extraction en Phase Solide (SPE)

Pourquoi isoler ou piéger ?

Les analytes traces recherchés sont séparés de la matrice interférente

Extraction en Phase Solide (SPE)

Les Supports SPE

Extraction en Phase Solide (SPE)

Les Supports SPE

L'évolution de la technique d'extraction SPE a été rendue possible grâce au développement de supports qui permettent un gain en sélectivité par l'association de plusieurs mécanismes

Extraction en Phase Solide (SPE)

Les Supports SPE

Formats disponibles dans le commerce

**-Cartouches de différentes capacités
(volume des réservoirs: 0,5 à 10 ml et 35mg à
2g de support)**



Extraction en Phase Solide (SPE)

Les Supports SPE

Formats disponibles dans le commerce

Disques

(permettent d'avoir un débit plus important et une extraction plus rapide: diamètre 4 à 96 mm)



Extraction en Phase Solide (SPE)

Les Supports SPE

Formats disponibles dans le commerce

-Plaques à 96 puits



Extraction en Phase Solide (SPE)

Les Supports SPE

Caractéristiques

Paramètres	Cartouche	Disques
Dimensions (h et d)	1.1 x 1.1 cm	0.05 x 4.7 cm
Surface	0.95 cm ²	11.34 cm ²
Poids du packing	500 mg	500 mg
Débit à 85 kPa	30 mL/min	100 mL/min
Vélocité linéaire	0.525 cm/s	0.15 cm/s

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Selon la nature de la phase stationnaire (l'adsorbant) et la phase mobile (l'éluant) il existe plusieurs mécanismes comme:

- L'adsorption
- L'échange d'ions
- Le partage
- L'exclusion

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Adsorption

Les phases stationnaires adsorbantes sont des supports dont la surface est active par nature. Les solutés y sont retenus essentiellement par adsorption.

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Adsorption

Quelles sont ces phases adsorbantes?

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Adsorption

Quelles sont ces phases adsorbantes?

Les polymères poreux: pour les composés aromatiques

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Adsorption

Quelles sont ces phases adsorbantes?

Fluorisil (Mg_2SiO_3) : pour les composés polaires

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Adsorption

Quelles sont ces phases adsorbantes?

Charbon actif: composés organiques

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Adsorption

Quelles sont ces phases adsorbantes?

La silice: pour les composés polaires et les composés basiques

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Adsorption

Quelles sont ces phases adsorbantes?

L'alumine: pour les composés polaires et les composés acides

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Adsorption

Quelles sont ces phases adsorbantes?

Par exemple la **silice** et **l'alumine** sont des phases **polaires** non greffées, elles ont été utilisées pour l'extraction de composés polaires dissous dans des solvants apolaires ou peu polaires.

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Partage

Quelles sont ces phases adsorbantes?

Le mécanisme de rétention (le partage) des analytes est dû à l'interaction des forces de Van der Waals ou forces dipolaires

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Partage

Quelles sont ces phases ?

Les phases greffées polaires ou apolaires

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Partage

Quelles sont ces phases ?

Silice greffée



Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Partage

Silice greffée

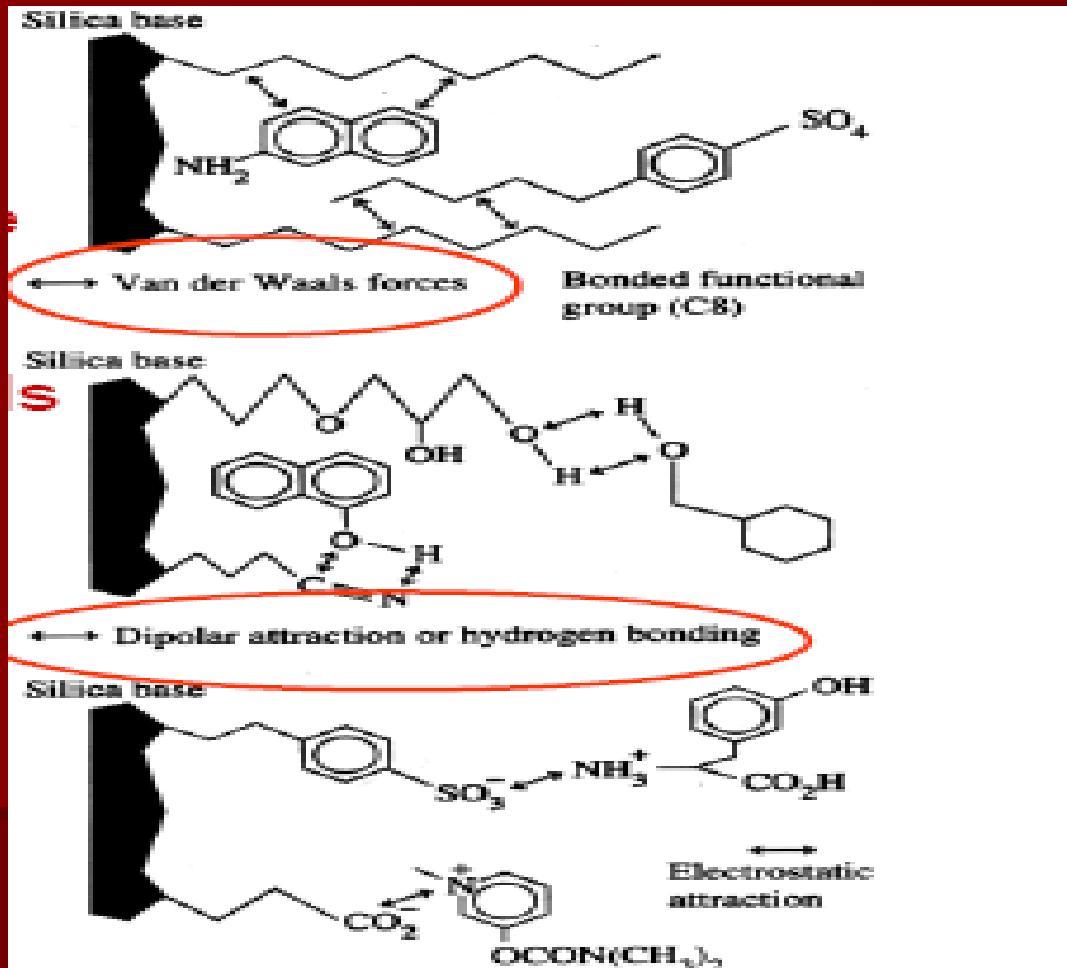


FIGURE 16.9 Solid-phase extractants utilizing nonpolar, polar, and electrostatic interactions. (Adapted from N. Simpson, *Am. Lab.*, August, 1992, p. 37. Reproduced with permission of the author and the American Laboratory.)

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Échange d'ions

Les **interactions ioniques** ou électrostatiques ont lieu entre un **soluté chargé** (ionique) et une **phase solide portant des charges opposées** à celles du soluté (échanges cationiques entre les charges positives et échanges anioniques entre les charges négatives). Ces interactions dépendent fortement du pH

Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Échanges d'ions

Les Phases

Les polymères organiques:

- Copolymère de polystyrène /divinyl benzène
- Polyméthane
- Cellulose

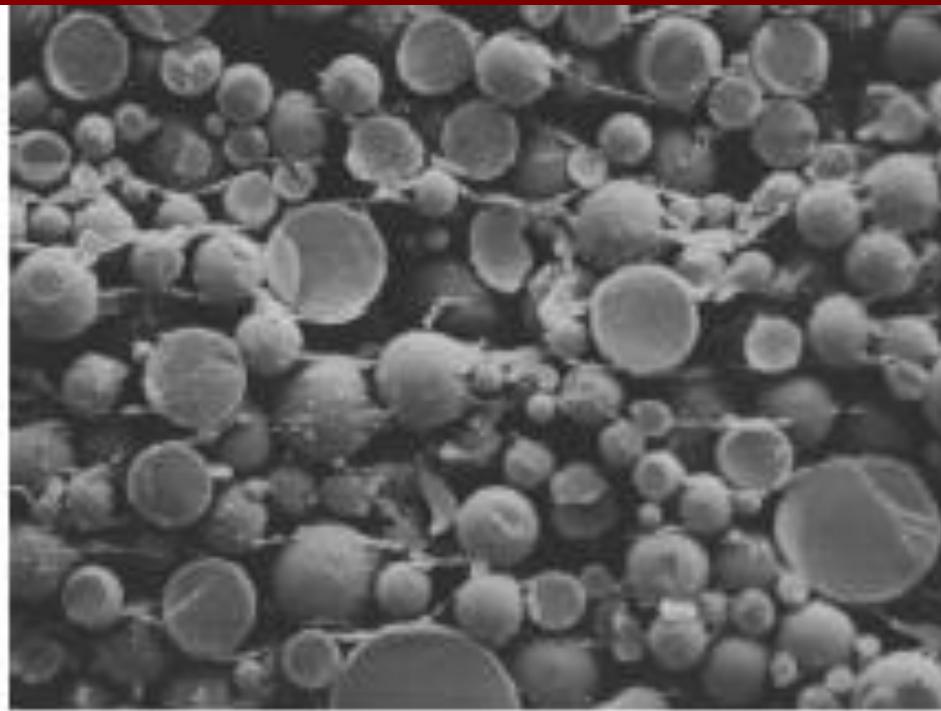
Extraction en Phase Solide (SPE)

Mécanismes mis en jeu?

Échanges d'ions

Les Phases

Polymères Organiques



Extraction en Phase Solide (SPE)

Exemples de colonnes SPE

Extraction en Phase Solide (SPE)

Exemples de colonnes

	Bond Elut	Analyte Functional Groups	Matrix	Typical Elution Solvents	Typical applications
Non-polar Extraction	C18 - Octadecyl C8 - Octyl C2 - Ethyl CH - Cyclohexyl PH - Phenyl CN - Cyanopropyl CN - End-capped Cyanopropyl	Hydrophobic Groups : Aromatic rings Alkyl chains	Aqueous : Water Buffers Biological Fluids	Methanol Acetonitrile Ethyl Acetate Chloroform Acidic Methanol Hexane	Drugs of Abuse Peptides Pesticides Therapeutic Drug Monitoring
Polar Extraction	CN - Cyanopropyl 20 H - Diol Si - Silica NH ₂ - Aminopropyl PSA - Primary/Secondary Amine	Hydrophilic Groups : Hydroxyls Amines Heteroatoms (S,O,N)	Non-Polar : Hexane Oils Chloroform Lipids	Methanol Isopropanol Acetone	Vitamin D Metabolites Lipid Separations Oil Additives Carbohydrates Phenols
Cation Exchange Extraction	SCX - Benzenesulfonic Acid (Strong) PRG - Propylsulfonic Acid (Strong) CBA - (Carboxylic Acid) (Weak)	Cations : Amines Pyrimidines	Aqueous : Water Acidic Buffers Biological Fluids	Acidic Buffer High Ionic Strength Buffer	Catecholamines Herbicides Pharmaceuticals
Anion Exchange Extraction	SAX - Quaternary Amine (Strong) PSA - Primary/Secondary Amine NH ₂ - aminopropyl (Weak)	Anions : Carboxylic Acids Sulfonic Acids Phosphates	Aqueous : Water Alkaline Buffers Biological Fluids	Acidic Buffer High Ionic Strength Buffer	Organic Acids Vitamines Fatty Acids Phosphates
Covalent Extraction	PBA - Phenylboronic Acid	Vicinal Diols	Aqueous Alkaline Buffers Biological Fluids	Acidic Buffer Acidic Methanol	Nucleotides Nucleosides Carbohydrates Catecholamines

Extraction en Phase Solide (SPE)

Phases	Phase Inverse
Octadecyl (C18)	$-(\text{CH}_3)_{17}\text{CH}_3$
Octyl (C8)	$-(\text{CH}_2)_7\text{CH}_3$
Ethyl (C2)	$-(\text{CH}_2\text{CH}_3)$
Cyclohexyl	$-\text{CH}_2\text{CH}_3\text{-cyclohexyl}$
Phenyl	$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Phenyl}$
Copolymère	Styrène-divinylbenzène
	Normal Phase
Cyano (CN)	$-(\text{CH}_2)_3\text{CN}$
Amino(NH_2)	$-(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$
Diol	$-(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$
Silica gel	$-\text{SiOH}$
Florisil	Mg_2SiO_3
Alumina	Al_2O_3
	Echangeurs d'ions
Amino(NH_2)	$-(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$
Amine quaternaire	$-(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$
Acide carboxylique	$-(\text{CH}_2)_3\text{COOH}$
Acide sulfonique aromatique	$-(\text{CH}_2)_3\text{-Phenyl-SO}_3\text{H}$
	Exclusion
Large pore hydrophobe (butyl)	$-(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$
Echangeurs d'ions large pore	$-\text{COOH}$

Extraction en Phase Solide (SPE)

**Les paramètres qui guident le
développement d'une procédure SPE**

Extraction en Phase Solide (SPE)

Les paramètres qui guident le développement d'une procédure SPE

-La méthode séparative utilisée et la sensibilité de la détection

** Volume nécessaire pour la préconcentration*

** pour une détection très sélective,
l'élimination des interférents n'est pas
forcément nécessaire*

Extraction en Phase Solide (SPE)

Les paramètres qui guident le développement d'une procédure SPE

- Le nombre de composés à rechercher simultanément et leurs propriétés physico-chimiques (polarité, solubilité....)**

Extraction en Phase Solide (SPE)

Les paramètres qui guident le développement d'une procédure SPE

-La nature de l'échantillon et la quantité disponible

**Phase aqueuse (biologique et environnement)*

supports hydrophobes

**Phase organique (extractants retenus polaires)*

supports silices vierges ou greffées, alumines

Extraction en Phase Solide (SPE)

**L'intérêt de connaître les paramètres qui guident
le développement d'une procédure SPE**

Extraction en Phase Solide (SPE)

L'intérêt de connaître les paramètres qui guident le développement d'une procédure SPE

La connaissance de ces trois paramètres permet:

***de choisir la nature chimique de l'adsorbant(PS)**

Extraction en Phase Solide (SPE)

L'intérêt de connaître les paramètres qui guident le développement d'une procédure SPE

La connaissance de ces trois paramètres permet:

***de connaître la quantité de support conduisant à une forte affinité avec les analytes (volume de fin de fixation)**

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

1^{ère} étape: Conditionnement de l'adsorbant contenu dans la cartouche d'extraction

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Pourquoi le conditionnement et comment?

Pourquoi?

Mouiller le support en solvatant les groupements fonctionnels présents à sa surface

Comment?

Un support hydrophobe est tout d'abord mouillé par un solvant organique, puis par un solvant de polarité similaire à celle du solvant constituant l'échantillon

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

2^{ème} étape: On procède à la percolation de l'échantillon sur le support

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Que se passe t-il au cours de la percolation?

Les interférents n'ayant aucune affinité avec la phase solide ne sont pas retenus par la phase stationnaire. Par contre les molécules cibles et les molécules présentant une forte affinité avec l'adsorbant sont fixées sur le support.

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

3^{ème} étape: Un lavage supplémentaire

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Pourquoi ce lavage et comment?

Pourquoi?

Éliminer les composés interférents faiblement retenus sur le support.

Comment?

Choisir un solvant de faible force éluante de façon à éluer les interférents tout en gardant fixés les composés d'intérêts.

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

4^{ème} étape: On procède à l'élution des composés ciblés en faisant percoler un solvant bien choisi

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Rôle du solvant d'élution ou de percolation

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Rôle du solvant d'élution ou de percolation

-Permet d'éluer les molécules cibles

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Rôle du solvant d'élution ou de percolation

-Permet de rompre les interactions mises en jeu entre les analytes d'intérêts et le support solide .

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

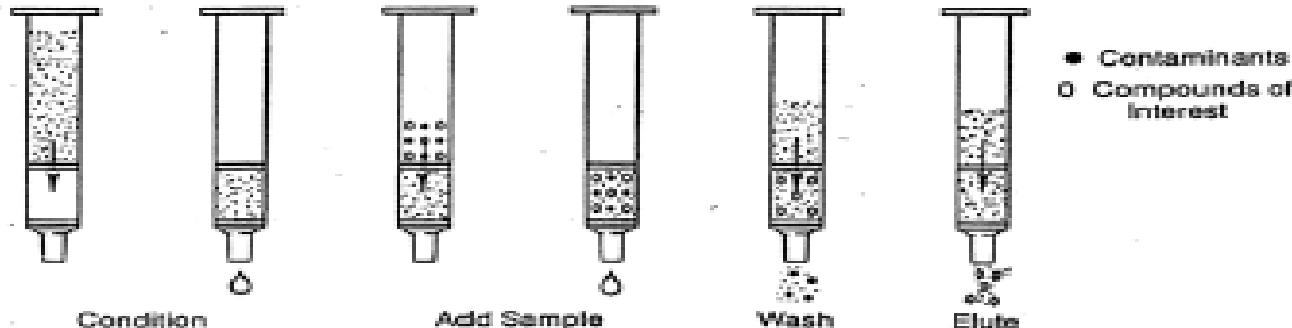
Rôle du solvant d'élution ou de percolation

-D'éviter l'élution des composés interférents fortement retenus sur le support

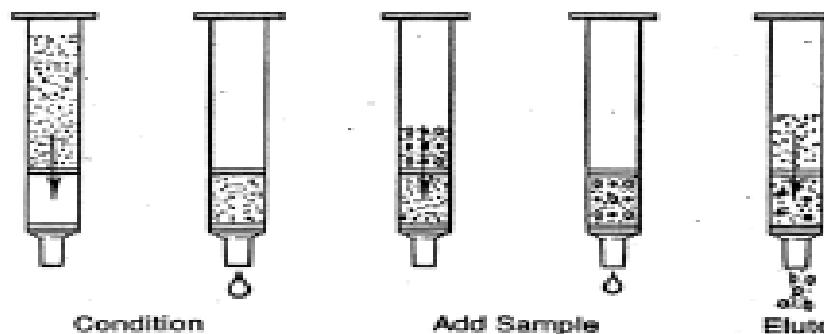
Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Retain Compounds of Interest and Let Impurities Pass through Tube



Retain Impurities and Let Compounds of Interest Pass through Tube



- on essaie d'utiliser un petit volume d'éluant par rapport au volume original de l'échantillon

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Dispositifs SPE

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Dispositifs SPE



- **Un réservoir:** Permet l'introduction de l'échantillon
- **Un support solide:** Permet la rétention des solutés
- **Un embout:** Permet l'adaptation de la cartouche à un autre dispositif



Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

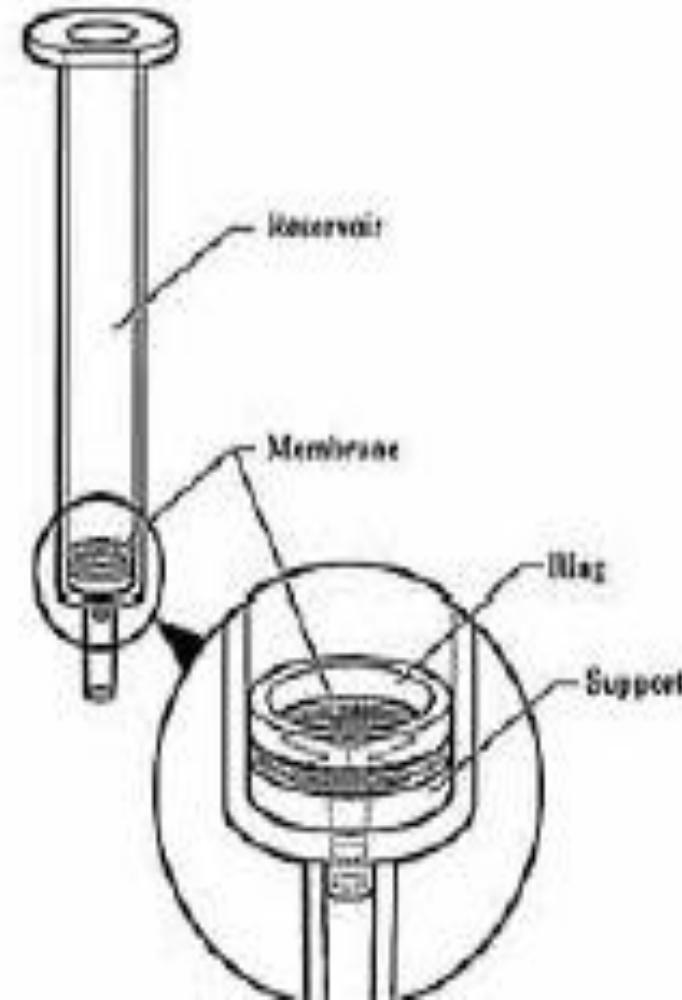
Dispositifs SPE

- Les cartouches SPE sont en polypropylène.
- Les frittés sont en polyéthylène
- Les adsorbants les plus répandus sont à base de silice greffée 45 micromètres
- La nature des greffons détermine le mode d'interaction mis en jeu:
 - + un greffon C18 (apolaire), donne des interactions de type van der Waals
 - + une silice activée (polaire), donne des interactions par pont hydrogène

Extraction en Phase Solide (SPE)

La Procédure d'Extraction

Dispositifs SPE



Extraction en Phase Solide (SPE)

Avantages de la SPE/LLE

Extraction en Phase Solide (SPE)

Avantages de la SPE/LLE

- Extraction plus complète de l'analyte

Extraction en Phase Solide (SPE)

Avantages de la SPE/LLE

-Consommation réduite en solvant organique

Extraction en Phase Solide (SPE)

Avantages de la SPE/LLE

-Collection plus facile de la fraction de l'analyte totale

Extraction en Phase Solide (SPE)

Avantages de la SPE/LLE

- Élimination des particules indésirables

Extraction en Phase Solide (SPE)

Avantages de la SPE/LLE

- Procédures manuelles plus faciles

Extraction en Phase Solide (SPE)

Avantages de la SPE/LLE

- Rapidité

Extraction en Phase Solide (SPE)

Avantages de la SPE/LLE

-Sélectivité: large choix de PS et de solvants

Extraction en Phase Solide (SPE)

Avantages de la SPE/LLE

-Enrichissement de traces: améliore les limites de détection

Extraction en Phase Solide (SPE)

Avantages de la SPE/LLE

- Couplage à d'autres méthodes

Extraction en Phase Solide (SPE)

Inconvénients de la SPE/LLE

Extraction en Phase Solide (SPE)

Inconvénients de la SPE/LLE

-Reproductibilité: Variabilité des cartouches

Extraction en Phase Solide (SPE)

Inconvénients de la SPE/LLE

-Adsorption irréversible de certains analytes

Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

	Bond Elut	Analyte Functional Groups	Matrix	Typical Elution Solvents	Typical Applications
Non-polar Extraction	C8 - Octyl	<i>Hydrophobic Groups :</i> Aromatic rings Alkyl chains	<i>Aqueous :</i> Water Buffers Biological Fluids	Methanol	Drugs of Abuse
	C2 - Ethyl			Acetonitrile	Peptides
	CH-Cyclohexyl			Ethyl Acetate	Pesticides
	PH-Phenyl			Chloroform	Therapeutic Drug Monitoring
	CN - Cyanopropyl			Acidic Methanol	
	CN - End-capped			Hexane	
	Cyanopropyl				
Polar Extraction	CN-Cyanopropyl	<i>Hydrophilic Groups :</i> Hydroxyls Amines Heteroatoms (S,O,N)	<i>Non-Polar</i> Hexane Oils Chloroform Lipids	Methanol	Vitamin D Metabolites
	20 H - Diol			Isopropanol	Lipid Separations
	Si-Silica			Acetone	Oil Additives
	NH ₂ - Aminopropyl				Carbohydrates
	PSA - Primary/Secondary Amine				Phenols
Cation Exchange Extraction	SCX - Benzenesulfonic Acid (Strong)	<i>Cations :</i> Amines	<i>Aqueous Water</i> Acidic Buffers	Acidic Buffer	Catecholamines
	PRS- Propylsulfonic Acid (Strong)			High Ionic Strength Buffer	Herbicides
	CBA - (Carboxylic Acid (Weak))				Pharmaceuticals

Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Phases	Applications
C-18	une des phases les plus hydrophobes en phase inverse , Isolement d'espèces hydrophobes en solution, drogues dans le sérum, plasma et urine, Enlèvement de sels dans les peptides, acides organiques dans le vin, pesticides dans l'eau par enrichissement de traces.
Copolymère styrene-divinylbenzène	Enrichissement de traces de pesticides polaires dans l'eau et isolement de métabolites de médicaments à caractère polaire.
C-8	Phase inverse hydrophobe , isolement de composés hydrophobes à partir se solutions aqueuses, médicaments présents dans le sérum, le plasma et l'urine, peptides sériques et plasmatiques.
Silice	Phase normale polaire neutre , isolement de composés de polarité faible à modérée à partir de solutions aqueuses, classification de lipides, séparation de pigments des plantes, pesticides extraits du sol et de résidus alimentaires.

Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Florisil	Phase normale basique légèrement polaire , isolement de composés à polarité modérée à partir de solutions aqueuses, pesticides alimentaires, biphenyl polychlorés dans les huiles, pesticides extraits du sol et résidus alimentaires
Alumine A	Phase normale polaire acide , isolement de composés hydrophiles à partir de solutions aqueuses, échangeurs d'ions de basse capacité, sucre et caféine dans des boissons, additifs alimentaires.
Échangeur de cations	Phase échangeur de cations , isolement d'analytes cationiques en solution aqueuse et non aqueuse, fractionnement de protéines faiblement basiques et d'enzymes.
Échangeur d'anions	Phase échangeur d'anions , isolement d'analytes anioniques en solution aqueuse et non aqueuse, extraction de protéines acides et faiblement acides et d'enzymes, enlèvement de pigments acides de vins, de jus de fruit et d'extraits alimentaires, enlèvement d'acide organique présent dans l'eau.

Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Mode mixte	Phase inverse (C ₈) et phase échangeuse de cations, isolement de médicaments basiques et d'amphotères à partir du sérum, du plasma et de l'urine.
Aminopropyl, NH ₂	Phase normale, phase inverse et faible échangeur de cations, médicaments et métabolites à partir des fluides biologiques, fractionnement de pétrole et d'huile, phénols et pigments végétaux.
Cyanopropyl,CN	Phase normale et phase inverse, analytes dans des solvants aqueux et organiques.
Diol, OH	Phase normale et inverse, analytes en solution aqueuse et organique, médicaments et métabolites dans des fluides biologiques.

Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Extraction des métaux

Cartouche à base de méthacrylate/amino diacétate

Conditionnement: 5ml d'acide nitrique 2N
5ml d'eau
5ml d'acétate d'ammonium 0,1M à pH=5,3

Ajout échantillon: 6ml d'échantillon
rincer avec l'acétate d'ammonium 0,5M à pH=5,3

Rinçage: 5ml d'eau
Acétate d'ammonium 0,5M(Eau de Mer)

Élution: Acide nitrique 2N, 2ml + 1ml
compléter à 10ml en volume

Analyser

Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Extraction de la caféïne

Cartouche

Silice greffée C18

Conditionnement: Méthanol
H2O

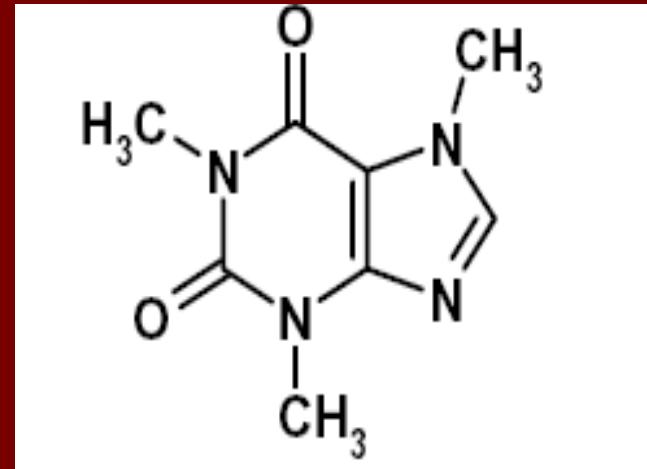
Ajout échantillon: 7ml d'échantillon

Élution:

Solution ammoniacale
Solution d'acide acétique

Analyser

Par HPLC
colonne C18
phase mobile aqueuse
détecteur à barrette d'iode (DAD)



Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Extraction des produits dopants et des psychotropes

Cartouche

Silice greffée C18 + échangeur de cations

Conditionnement: 400 microlitres de méthanol
ajustement à pH=4 avec 400 microlitres de H3PO4

Ajout échantillon: 1ml d'urine traitée réglé à pH=4
(au préalable 2ml d'urine + 20microl de produit incubé
sous Bglucuronidase à 56°C durant 1H)

Lavage

400microlitres d'acide acétique
0,1ml dans 200 microlitres de méthanol

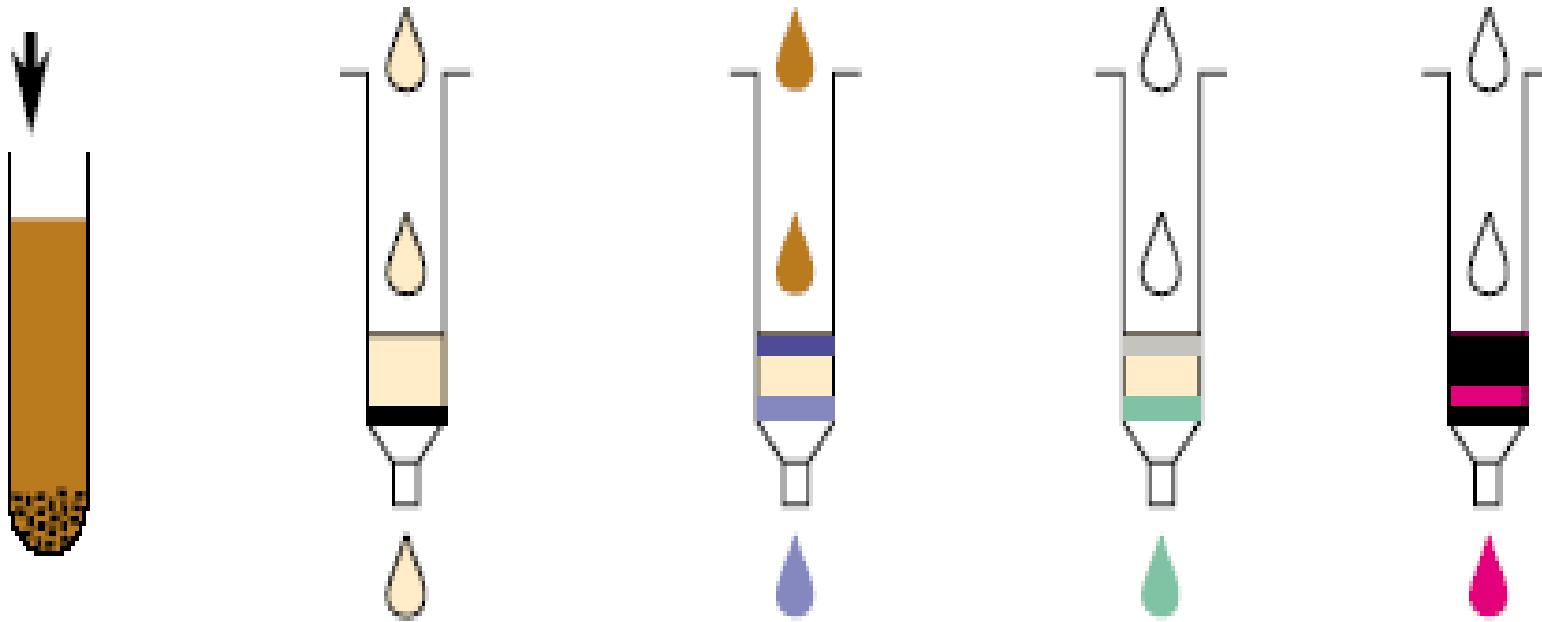
Élution:
Analyser

2x400 microlitres du mélange NH3+CH3OH(1/9)
*Par HPLC
colonne C18
phase mobile aqueuse
détecteur à barrette d'iode (DAD)
*Par GC/MS il faut une dérivatisation de l'extrait par
100 microlitres d'alcool et d'anhydride acétique

Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Extraction des produits dopants et des psychotropes



2 ml d'urine +20 µl de produit incubé sous β -glucuronidase à 56 °C pendant 60 min

Conditionnement avec 400 µl de méthanol. Ajustement du pH à 4 avec 400 µl d'acide phosphorique

Application de l'échantillon d'1 ml d'urine réglée à pH 4

Elution des produits d'interférence sous 400 µl d'acide acétique 0,1 M dans 200 µl de méthanol

Elution des analytes sous 2 X 400 µl d'un mélange NH3/méthanol en proportion 1/9

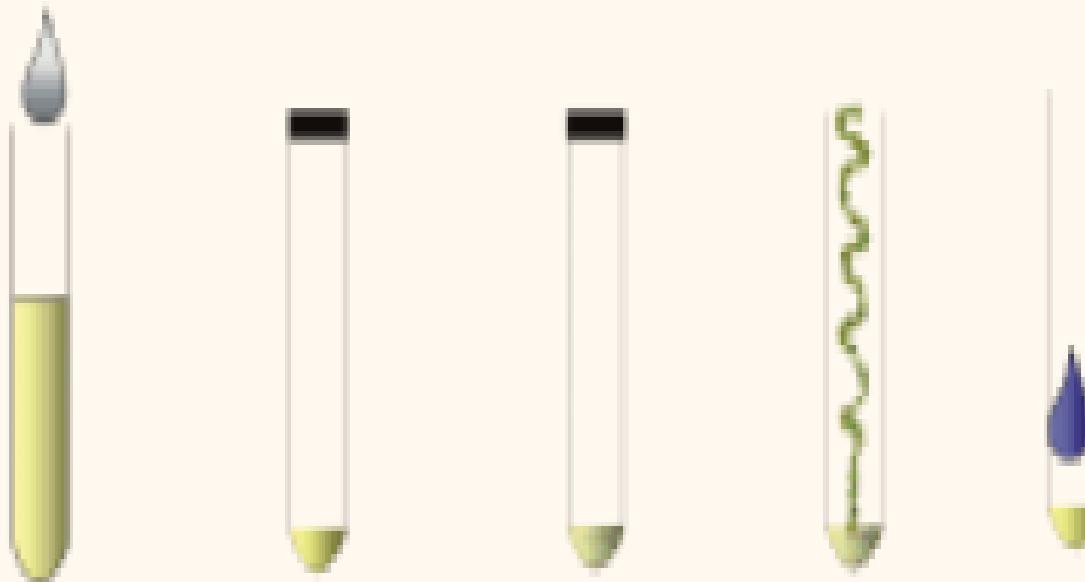
Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Extraction des produits dopants et des psychotropes

Dérivatification pour GC/MS

Note : Pour l'injection, utiliser un insert silanisé et de la laine de verre silanisée.



Éluat + 100 µL d'alcool et d'anhydride PFP, ou bien de PSA, ou encore d'anhydride acétique.

Le flacon de verre doit être fermé hermétiquement.

Développer 5 min dans un four à micro-ondes de 500 watts.

Évaporer sous azote à 40°C.

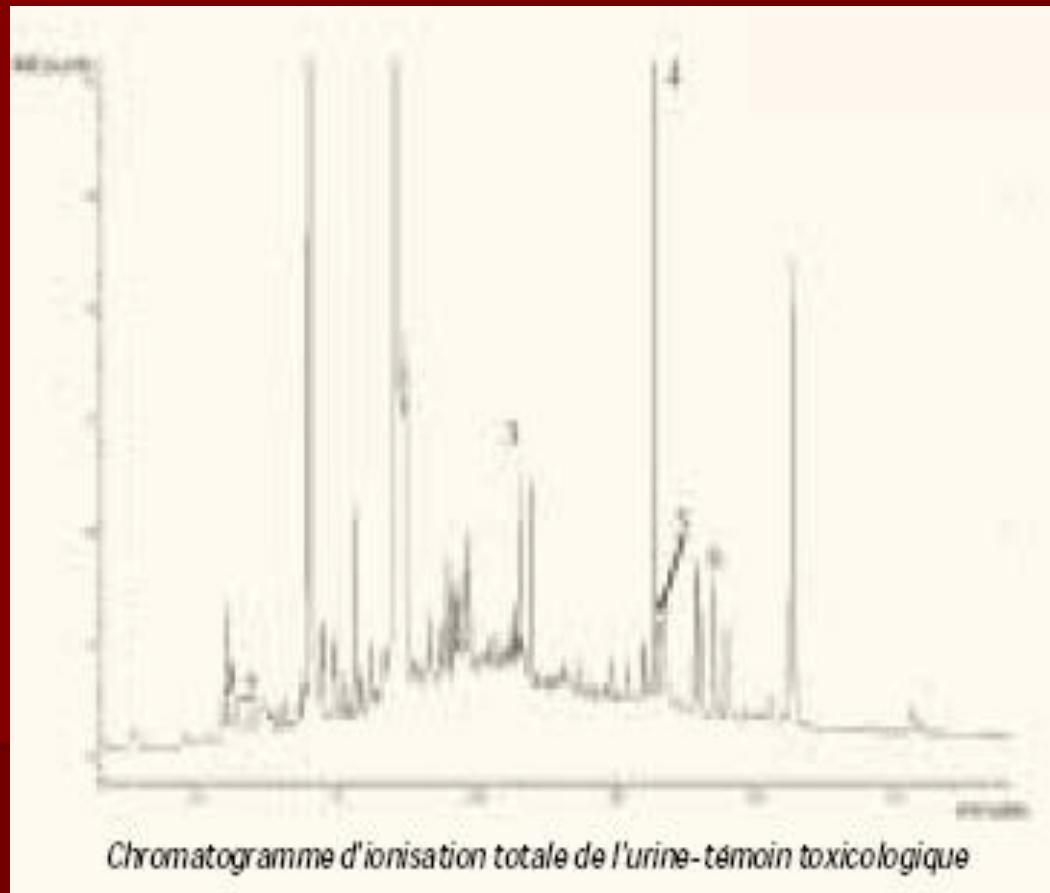
Reprendre l'échantillon dans 50 µL d'acétate d'éthyle.

Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Extraction des produits dopants et des psychotropes

Amphétamine 1	625ng/ml
Méthamphétamine 2	625ng/ml
Méthadone 3	375ng/ml
Codéine 4	2500ng/ml
Nordazépam 5	375ng/ml
6 MAM 6	13ng/ml



Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Extraction des acides gras

Cartouche

Silice greffée C18

Conditionnement: 10ml Méthanol

Ajout échantillon: introduire l'échantillon estérifié

Lavage

2x5ml de solution aqueuse acidifiée à pH=2,5 avec HCOOH(c)
2x5ml d'eau
laisser sécher la cartouche

Élution:

5ml Méthanol/Chloroforme (1/1)
éliminer le solvant au rotavapor

Estérification: 250mg à 500mg d'échantillon dans un tube
ajouter 5ml de solution aqueuse à pH=2,5 avec l'AA(c)

Extraction en Phase Solide (SPE)

Applications

Extraction des pesticides dans l'eau

- **SPE method**

Cartridge: HyperSep™ Hypercarb, 500 mg / 6 mL

Column Conditioning: 10 mL MeOH, 10mL H₂O, vacuum - 3 mm Hg

Sample Application: 500 mL, vacuum - ~10 mm Hg

Elution: 6 mL (MeOH/THF, 1:1) + 0.1% TFA (stand for a 1min, vacuum - 3 mm Hg)

6 mL (MeOH/THF, 1:1) + 0.1% TFA (vacuum - 3 mm Hg)

Sample dried under nitrogen

Sample re-dissolved in 1 mL of H₂O.

TABLE 1. Structures and Log P values for the analytes studied

Pollutant	Abbreviation	Structure	Log P ^a
Ammonia	ANE		-12
Ammonium	ADE		-0.7
Cyanuric acid	Cya		-0.2
Atrazine-d₂ethyl-d₂isopropyl	DEIA		0
Atrazine-d₂ethyl	DEA		1.3
Atrazine-d₂isopropyl	DI		1.6