

## Office Chromatography – miniaturisierte Planar-Chromatographie kombiniert mit Print & Mediatechnologien

**PD Dr. G. Morlock**

*Institut für Lebensmittelchemie (170), Universität Hohenheim, 70599 Stuttgart*

Die Planar-Chromatographie umfasst in der Analytik den Bereich der chromatographischen Verfahren, die als stationäre Phase ein planares Medium verwenden. Hierzu zählt die Dünnschicht-Chromatographie (DC, thin-layer chromatography, TLC), die Hochleistungs-Dünnschicht-Chromatographie (HPTLC, high-performance TLC) und die UTLC (ultrathin-layer chromatography) (Abbildung 1). Die HPTLC ist momentan die leistungsstärkste Variante. Die DC ist aufgrund ihrer einfachen Ausführungsform die am weitesten verbreitete Methode. Die UTLC steht mit der Miniaturisierung der Geräte und Schichten noch in den Anfängen.

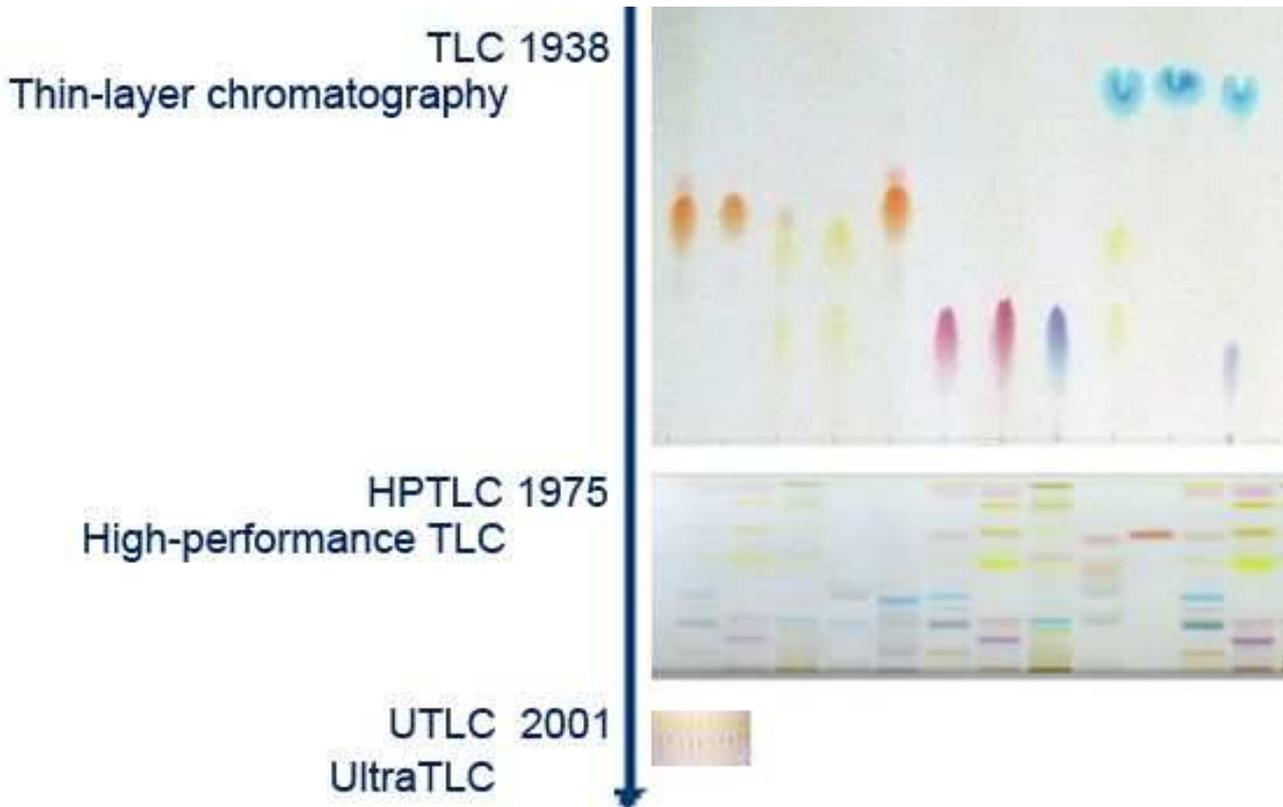


Abbildung 1: Meilensteine der Planar-Chromatographie [1]

Office Chromatography [2] ist ein neues, analytisches Konzept, das Miniaturisierung, Nanotechnologie, Print & Mediatechnologie, bildgebende Analytik und Hochdurchsatz in einem vereint. Print & Mediatechnologien sind allgegenwärtig im Einsatz. Aufdrucken kann man nicht nur auf Papier, sondern auch auf planaren stationären Phasen. Dass das prinzipiell geht, wurde zunächst für Derivatisierungszwecke gezeigt: Ein kommerziell erhältlicher Drop on demand-

Tintenstrahldrucker wurde modifiziert und 2007 erstmalig als Alternative zum Aufsprühen von mikrochemischen Reagenzien eingesetzt [3]. Die Homogenität der Reagenzaufbringung entsprach dem bisher favorisierten Tauchen.

Eine neue Herausforderung stellte das Probenaufragen im Nanoliter-Bereich auf 5 bzw. 10 µm-dünne UTLC-Schichten dar. Dies bedingte Auftragegeräte und Auswerteverfahren, die des Piko- und Nanomaßstabs mächtig waren, denn die opaleszierende *Sorbenshaut* vertrug nur einen Hauch an Lösung. Für das exakte Auftragen von Proben auf ultra-dünne Schichten sind piezoelektrisch-arbeitende Dispenser oder Bubble Jet-Tintenstrahldrucker gut geeignet (Abbildung 2). Zum Beispiel waren unter Verwendung eines Tintenstrahldruckers die Reststandardabweichungen der Kalibrierfunktionen bei bandförmiger Auftragung (3 mm) besser als  $\leq 1,3 \%$ . Die Reproduzierbarkeiten lagen zwischen 2,9 und 3,8 % (%RSD,  $n = 9$ , S/N ca. 10).

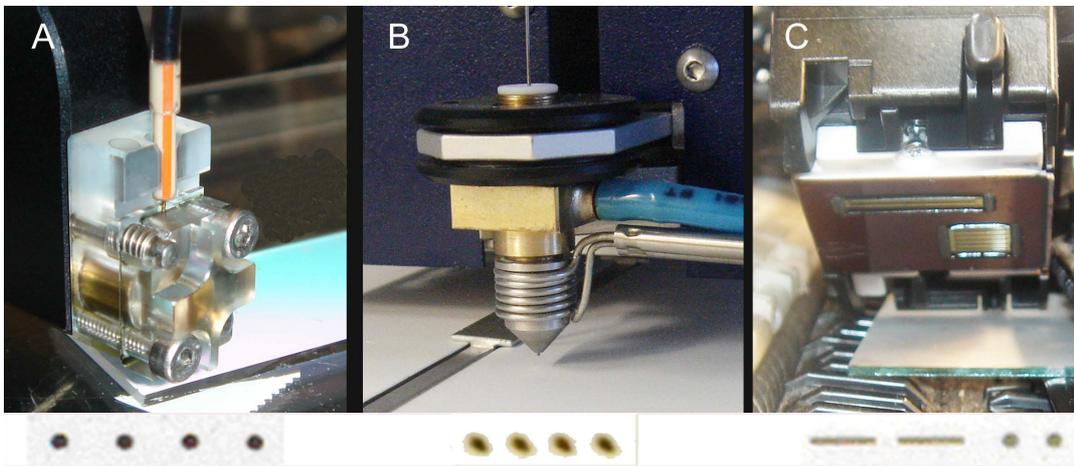


Abbildung 2: Probenaufragen auf ultra-dünne Schichten mittels A) piezoelektrisch-arbeitendem Nanodispenser PipeJet P9 (BioFluidex), B) modifizierten Aerosol-Applikator ATS 4 (CAMAG) und C) Bubble Jet-Tintenstrahldrucker Pixma iP 3000 (Canon); Probezonen 3-fach vergrößert.

Office Chromatography bietet besonders für die UTLC erstmalig eine apparative Lösung und ermöglicht analog Lab-on-a-chip die parallele Bearbeitung vieler Proben und das in einem gewohnten und kostengünstigen System. Das Kombigerät in Druckergröße basiert auf der Tintenstrahldruck- und Flachbettscan-Technik, ist aber für chromatographische Zwecke optimiert und darauf ausgerichtet (Abbildung 3). In sekundenschnelle werden Proben auf eine UTLC-Platte aufdruckt. Im Minutentakt werden Proben parallel horizontal entwickelt, wobei die Zufuhr des Fließmittels im µL-Bereich ebenfalls durch den Drucker erfolgt. Nach Abdampfen des Fließmittels durch einen Wärmestrahls-Scan des Flachbettscanners wird die Trennung mit weiteren Scans (Weißlicht, UV 254 nm, UV 366 nm etc.) dokumentiert und mit einer Bildbearbeitungssoftware ausgewertet. Ein online, one-click System für die Planar-Chromatographie ist damit möglich.

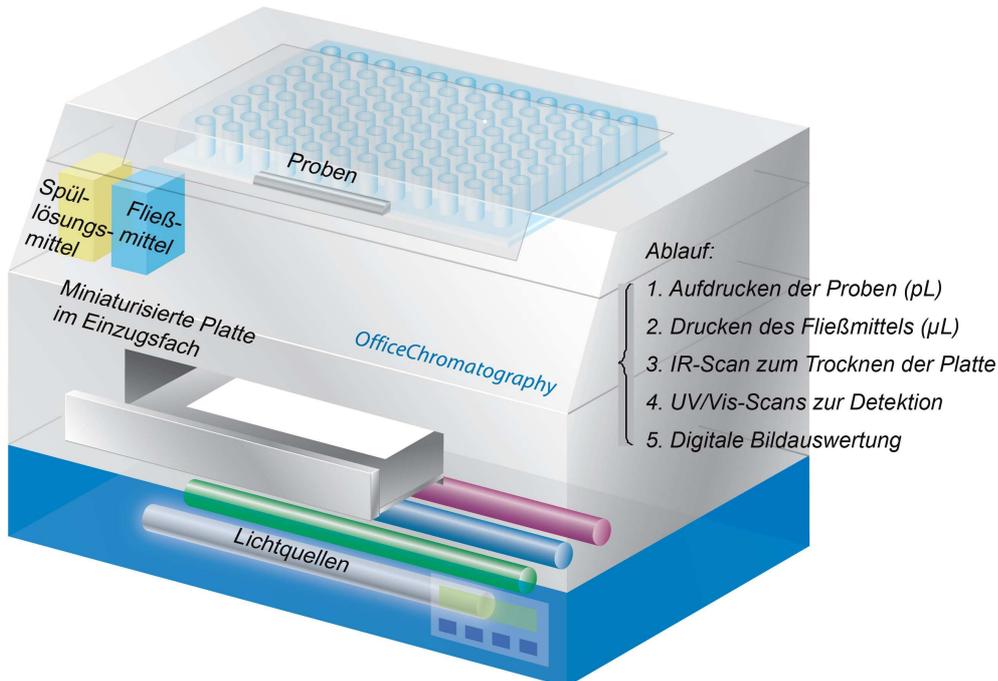


Abbildung 3: Chromatographisches online one-click System in Druckergröße

Miniatürisierte, ultra-dünne Schichten sind als integraler Bestandteil dieses Systems besonders geeignet. Da die Chromatographie auf nanostrukturierten Schichten in weniger als einer Minute zeitgleich für viele Proben erfolgt (Abbildung 4), ist ein Hochdurchsatz-Screening möglich.

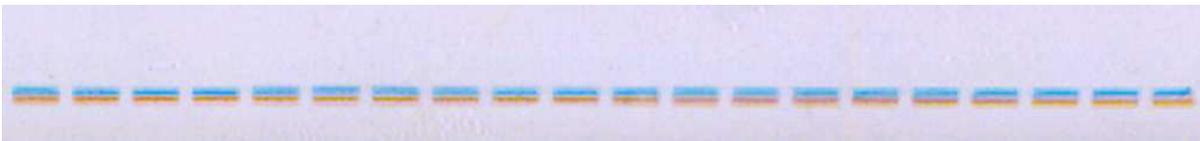


Abbildung 4: Chromatogramm (Ausschnitt: 8 cm x 1 cm, Bandlänge je 3 mm): Trennung der Lebensmittelfarbstoffe E131 (blau) und E124 (rot) auf einer nanostrukturierten UTLC-Schicht in 40 Sekunden zeitgleich und parallel für 20 Proben.

In den letzten Jahren wurden unterschiedliche Ansätze zur Herstellung von miniaturisierten Schichten verfolgt. Es wurden UTLC-Schichten auf Basis von in hohem Maße geordneten Nanostrukturen [4,5], versponnenen Nanofasern [6], Boden-beschichtetem Fließkanal [7-9] oder mit monolithischer Struktur [10,11] beschrieben. Das Plattendesign steht am Anfang und eröffnet Potential für höhere Trennleistungen und maßgeschneiderte Schichten. Alle UTLC-Trennungen wurden als schneller im Vergleich zur HPTLC beschrieben; sie zeigen durch die geringe Schichtdicke eine reduzierte Proben- und Fließmittelkapazität und erfordern Probevolumina im pL- bis unteren nL-Bereich sowie einen Lösungsmittelverbrauch im µL-Bereich (Abbildung 5).



Abbildung 5: Opaleszente nanostrukturierte Trennschicht (Schichtdicke 5 µm)

Zur Dokumentation der reduzierten Plattengröße und der ultra-dünnen Schicht sind Flachbettscanner oder Dokumentationssysteme mit Digitalkameras - beide mit Durchlichtoption - geeignet. Die digitale Quantifizierung erfolgt sehr schnell mit einer Bildauswertesoftware durch Transformation des farbigen Plattenfotos in ein Graubild, aus dem nach Anlegen eines Bahnrasters die entsprechenden Analogkurven berechnet werden. Die Auflösung zwischen zwei Zonen kann post-chromatographisch über elektronische Filter erhöht werden (Abbildung 6).

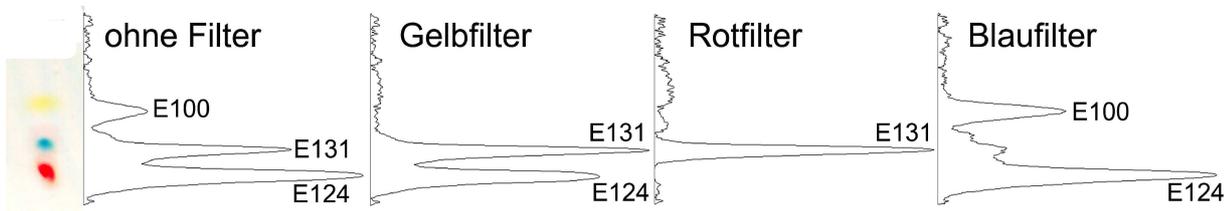


Abbildung 6: Digitale Auswertung der Lebensmittelfarbstoff-Trennung von E124 (rot), E131 (blau) und E100 (gelb) auf einer nanostrukturierten UTLC-Schicht mit und ohne Einsatz von unterschiedlichen elektronischen Filtern.

Die grundsätzliche Eignung dieser Print & Media-Technologien in Verbindung mit der Planar-Chromatographie wurde belegt [2]. Attraktiv ist der breite Einsatzbereich eines solchen Automaten, der in jeder dritten Apotheke und in jedem Chemiesaal in Schulen stehen könnte. Beim Screening von Proben im Bereich der Lebensmittelüberwachung (Mykotoxine, Farbstoffe, Konservierungsstoffe etc.), bei Arzneimittelprüfungen (Content Uniformity Test, Gehaltsbestimmung etc.), bei der Authentizitätsprüfung von Arzneimitteln auf pflanzlicher Basis oder der Wirkstoffe in Nahrungsergänzungsmitteln, zur Reinigungsvalidierung, Eingangs-/Ausgangskontrolle, In-Prozesskontrolle, Naturstoffsuche oder zur verbesserten Trennung in der organischen Synthese.

Eine Gelegenheit, Fortschritte in der HPTLC und Office Chromatography zu erfahren, ergibt sich beim International Symposium on High-Performance Thin-Layer Chromatography in Basel vom 6. – 8. Juli 2011 ([www.hptlc.com](http://www.hptlc.com)).

## Literatur

- [1] J. Sherma, G. Morlock, J. Planar Chromatogr. 21 (2008) 471.
- [2] G. Morlock, C. Oellig, M.J. Brett, L.W. Bezuidenhout, W. Schwack, Anal. Chem. 82 (2010) 2940.
- [3] G. Morlock, C. Stiefel, W. Schwack, J. Liq. Chromatogr. Relat. Technol. 30 (2007) 2171.
- [4] L.W. Bezuidenhout, M.J. Brett, J. Chromatogr. A 1183 (2008) 179.
- [5] Jim, S.R., Taschuk, M.T., Morlock, G.E., Bezuidenhout, L.W., Schwack, W., Brett M.J., Anal. Chem. 82 (2010) 5349.
- [6] J.E. Clark, S.V. Olesik, Anal. Chem. 81 (2009) 4121.
- [7] V. Fekete, D. Clicq, W. De Malsche, H. Gardeniers, G. Desmet, J. Chromatogr. A 1149 (2007) 2.
- [8] D. Clicq, R.W. Tjerkstra, J.G.E. Gardeniers, A. van den Berg, G.V. Baron, G. Desmet, J. Chromatogr. A 1032 (2004) 185.
- [9] D. Clicq, N. Vervoort, G.V. Baron, G. Desmet, LC-GC Eur. 17 (2004) 278.
- [10] H.E. Hauck, M. Schulz, J. Chromatogr. Sci. 40 (2002) 550.
- [11] H.E. Hauck, O. Bund, W. Fischer, M. Schulz, J. Planar Chromatogr. 14 (2001) 234.