



Zweidimensionale Chromatographie: Trennleistung, Effizienz, Automatisierung

*Dr. Konrad Grob
Kantonales Labor Zürich, Postfach, CH-8030 Zürich*

Mehrdimensionale Trenntechniken werden schon lange eingesetzt, denn praktisch jede Vortrennung (Extraktion, SPE etc.) macht eine Trennung mehrdimensional. Unterschiedlich ist allerdings die Effizienz gemessen an Trennleistung, Selektivität, Material- und Zeitaufwand und Probenintegrität. Es besteht grosses Interesse, möglichst wenige, dafür hoch wirksame Trennschritte einzusetzen.

Die Kopplung von HPLC (LC) mit GC kombiniert zwei stark unterschiedliche Trennprinzipien, wobei die LC häufig eine weniger effiziente Vortrennung mittels flüssig/flüssig-Verteilung, SPE oder Säulenchromatographie ersetzt. HPLC weist eine viel höhere Trennleistung auf, und die interessierende Fraktion kann mittels on-line Detektion scharf eingegrenzt werden, d.h. die Probe wird sehr viel besser gereinigt oder es gelingt, ähnliche Substanzklassen vorzutrennen. Der Nachteil der mässigen Kapazität kann dadurch wettgemacht werden, dass das gesamte Material der Fraktion in die GC übertragen wird, also nur eine relativ geringe Menge in die HPLC eingespritzt werden muss. LC-GC kann on-line oder off-line erfolgen, je mit spezifischen Vorteilen.

LC-LC Kopplungen werden wenig benützt, obwohl wegen der mässigen Trennleistung der LC eine Nachtrennung oft wünschbar wäre. Grundlegend verschiedene Trennung kann allerdings nur bei Kopplung unterschiedlicher LC-Techniken erwartet werden, z.B. NPLC mit RPLC, was oft zu Schwierigkeiten wegen Phaseninkompatibilitäten führt. Erste Versuche von umfassender (comprehensive) LC x LC basierten auf der Kopplung einer ersten, kleinen Trennsäule mit einer grossen zweiten, damit das Fraktionsvolumen für die zweite Trennsäule gering bleibt. Die mobile Phase der ersten Stufe könnte allerdings auch mittels on-line Verdampfer entfernt werden.

Die zweidimensionale GC, basierend auf der Nachtrennung einer oder mehrerer Fraktionen aus einer ersten Trennung auf einer zweiten Trennsäule anderer Selektivität, hat manche anspruchsvolle Aufgabe gelöst, z.B. die Isolierung und Trennung enantiomerer Geruchs- oder Aromakomponenten. Interessant ist aber auch die umfassende GC x GC, bei der das Eluat einer ersten Trennung in kleinen Fraktionen auf einer kurzen, engen zweiten Trennsäule ein zweites Mal aufgelöst wird. Dabei wird eine enorme Trennleistung möglich, aber auch eine systematische Anordnung der Probenkomponenten im zweidimensionalen Chromatogramm, welche Verbindungen ähnlicher Natur gruppiert und als solche erkennen lässt. Im Gegensatz zur LC-GC setzt GC x GC voraus, dass alle Verbindungen in ähnlicher Konzentration vorliegen (beschränkter dynamischer Bereich der GC).

Höhere Trennleistung und tiefere Nachweisgrenzen können durch selektivere Detektion (MS oder MS/MS) erreicht werden. Wenn diese Möglichkeiten ausgeschöpft sind, kann die chromatographische Trennung noch wesentlich verbessert werden, indem die Effizienz der ersten Trennung erhöht wird, d.h. durch zweidimensionale Chromatographie.