

Ziele

Der Trend der modernen Analytik, **leistungsfähiger** und **miniaturisiert** zu analysieren, geht selbst an der Planar-Chromatographie nicht vorbei. Druckverfahren sind im täglichen Einsatz. Aufdrucken kann man aber nicht nur auf Papier, sondern auch auf planare stationäre Phasen. Dass das prinzipiell geht, wurde bereits für Derivatisierungszwecke gezeigt [1]. Es stellt sich aber eine neue Herausforderung, will man auf **nanostrukturierte** Schichten auftragen, also Lösungen als feine Punkte oder Striche im unteren Nanoliterbereich wohl dosieren. Zwar können stationäre Phasen mittels **glancing-angle deposition (GLAD)-Technik** in ihrer Nanostruktur und Schichtdicke variabel gestaltet werden [2], aber solch eine opaleszierende „Sorbenshaut“ verträgt nur einen Hauch an Lösung. Modifizierte Drucktechniken, tailor-made ultra-dünne Schichtmorphologien und Zoom-Auswertesysteme werden nachfolgend diskutiert.

Ergebnisse und Diskussion

Für das präzise Auftragen von Substanzlösungen auf ultra-dünne Schichten (Abb. 1) wurden geeignete Auftragetechniken eruiert. Der piezoelektrisch arbeitende Dispenser PipeJet™ P9 [3] war trotz einiger Einschränkungen hinsichtlich des Anwendungsspektrums sowie der Auftragszonengeometrie (nur punktförmig) sehr gut geeignet. Die Reststandardabweichungen der Kalibrierfunktionen waren $\leq 1,3\%$, die Reproduzierbarkeiten $\leq 3,4\%$. Der deutlich günstigere, thermisch ausstoßende, eigens modifizierte Bubble Jet-Tintenstrahldrucker Canon Pixma IP 3000 lieferte vergleichbare Ergebnisse (Reststandardabweichung der Kalibrierfunktionen $\leq 1,4\%$, Reproduzierbarkeiten $\leq 3,7\%$).

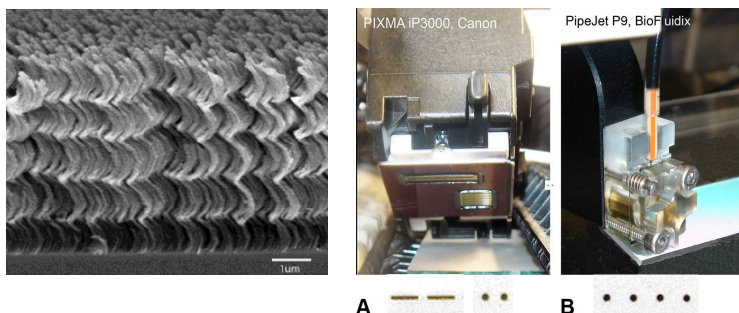


Abb. 1: Links Nanostrukturierte Sorbenschicht (Aufbringwinkel 84°, Schichtdicke 5 µm, isotrope Struktur [2]). Rechts Schärfe der Auftragezonen bei unterschiedlichen Auftragetechniken im Nanoliterbereich: A) Tintenstrahldrucker Canon Pixma iP 3000 und B) Dispenser PipeJet P9 [3]

Das Leistungspotential nanostrukturierter ultra-dünner Schichten (NS-UTLC-Platten) wurde mit UTLC-Platten verglichen. Die Reststandardabweichungen der Kalibrierfunktionen ($\leq 1,7\%$) und Reproduzierbarkeiten ($\leq 2,3\%$) lagen in einem ähnlichen Bereich wie die der UTLC-Platten. Dies überrascht nicht, da die Homogenität der Schicht durch die Nanostrukturierung per se vorgegeben ist. Die Selektivität der Trennungen war bei den UTLC-Platten im Mittel um den Faktor 1,4 besser, jedoch ist der Spielraum für die GLAD-Technologie unerschöpflich und das „Plattendesign“ erst am Anfang.

Der Vorteil der NS-UTLC-Platten besteht in einer sehr schnellen Trennung in Kombination mit einem hohen Probendurchsatz und geringem Lösungsmittelverbrauch. Dies wurde anhand der Trennung zweier Farbstoffe in 45 s bei einem Durchsatz von 48 Proben gezeigt (Abb. 2). Die NS-UTLC-Platten haben nur ein Format von 10 cm x 2 cm und können von beiden Seiten entwickelt werden.



Abb. 2: Chromatogramm-Ausschnitt (8 cm x 1 cm, Bandlänge 3 mm): Trennung von E131 (blau) und E124 (rot) auf einer nanostrukturierten Schicht in 40 s zeitgleich und parallel für 20 Läufe

Zur digitalen Dokumentation dieser miniaturisierten ultra-dünnen Platten sind digitale Dokumentationssysteme (z.B. CAMAG TLC Visualizer) oder Flachbettscanner (z.B. HP Scanjet G2410) am besten geeignet. Die digitale Quantifizierung erfolgt durch wenige Mausklicks mit einer geeigneten Auswertesoftware (z.B. CAMAG VideoScan). Hier können über elektronische Filter gezielt Zonen getrennt dargestellt werden (Abb. 3). Somit kann im Nachhinein die Auflösung elektronisch verbessert werden. Das S/N-Verhältnis über die Höhe beträgt in diesem Beispiel 28 (E131, 27 ng/Band) bzw. 39 (E124, 37 ng/Band).

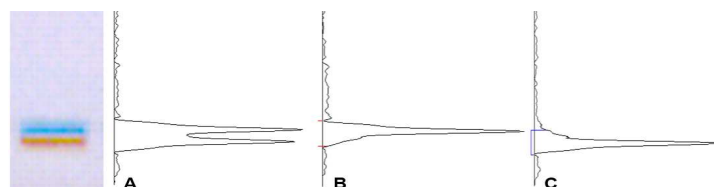


Abb. 3: Digitale Bildauswertung in Sekundenschnelle: A) ohne Filter, B) mit Rotfilter und C) mit Blaufilter => Verbesserung der Auflösung post-chromatographisch

Zusammenfassung

Der Einsatz ultra-dünner Schichten in Kombination mit Technologien aus dem Büroalltag sind eine Spielwiese mit ungeahntem Potential. Zur schnellen Analytik bei hohem Probendurchsatz ist dies eine visionäre Zukunftstechnologie, die sichtbare, nativ fluoreszierende und UV-aktive Analyten (sichtbar durch Phosphoreszenzminderung des Indikators bei 254 nm) im Fokus hat. Die spektrale Auflösung und Option der Spektrenaufnahme bleiben ungebrochen den optomechanischen TLC-Scannern vorbehalten.

Dank an CAMAG, Berlin, für die instrumentelle Unterstützung und an Merck, Darmstadt, und Professor Brett, University of Alberta, Edmonton, Canada, für Plattenmaterial.

Literatur

1. Morlock G., Stiefel C. und Schwack W.: J Liq Chromatogr Relat Technol 30 (2007) 2171-2184
2. Bezuidenhout L.W. und Brett M.J.: J Chromatogr A 1183 (2008) 179-185
3. BioFluidix GmbH, PipeJet Nanodispensers P4.5/P9, www.biofluidix.com