



© Peter Boecker

Hyper-Fast Gaschromatographie

Robust, sensitiv und nachhaltig – im Sekundenmaßstab

Thomas Havel¹ und Peter Boecker^{1,2}

Alle Analytiker kennen die Gaschromatographie – so gut, dass sie meist zum reinen Werkzeug geworden ist, das man nicht weiter hinterfragt. Seit nun 70 Jahren werden wie selbstverständlich Trennsäulen in Öfen eingebaut und Stoffe aufgetrennt. Nachteile wie lange Analysenzeiten und hohe Wärmeentwicklung der massiven Öfen verliert man leicht aus den Augen – vermeintlich mangels praxistauglicher Alternativen. Doch ein innovatives Konzept beweist, dass es auch anders geht.

Von der GC zur Hyper-Fast GC

Die Absicht, die gewohnte Gaschromatographie zu beschleunigen und effizienter zu machen, motiviert diverse Forscher und Unternehmen schon seit vielen Jahren. Immer wieder taucht das Thema der Fast-GC auf, entweder im Kontext der Verwendung von Wasserstoff oder, um den Analysendurchsatz deutlich zu erhöhen. Konzepte wie die Vakuum-GC (auch low pressure GC genannt) versuchen, schnellere Ergebnisse mit den klassischen Luftbadöfen konventioneller GCs zu erzeugen.

Weitere Ansätze versuchten sich an der Abkehr von den traditionellen Luftbadöfen, beispielsweise in Form der widerstandsbeheizten Säulenbündel (LTM-GC) oder auch

mit der direkten Kontaktbeheizung flachgewickelter Trennsäulen. Aus der Nutzersperspektive ist dabei nachteilig, auf spezielle Trennsäulen der Hersteller angewiesen zu sein und sich somit in der freien Auswahl der geeigneten Trennsäule deutlich einschränken zu lassen. Außerdem verzichtet der Nutzer bei diesen Konzepten zwangsweise auf viele bewährte Maßnahmen, wie zum Beispiel das Kürzen von Trennsäulen nach der Analyse stark verschmutzter

Proben. Auch gibt es eine Reihe von physikalischen Argumenten, nach denen diese Konzepte nicht auf dem optimalen chromatographischen Niveau betrieben werden können.

Aber Pragmatismus und Vorbehalte verhinderten eine Übernahme solcher Konzepte in der Breite. Tatsächlich gibt es einige durchaus valide Argumente gegen diese Art der schnellen Gaschromatographie, darunter die geringere Kapazität der dünneren Trenn-

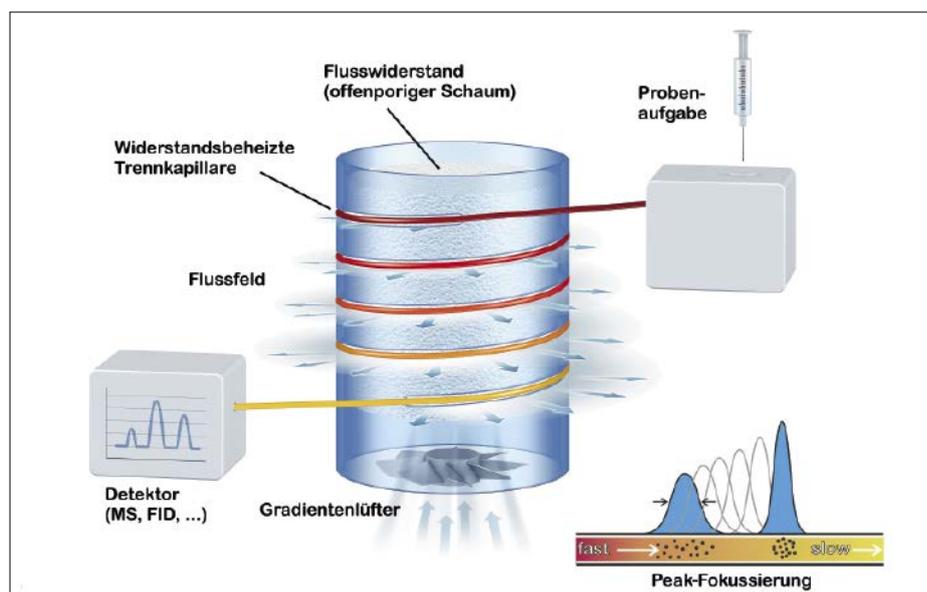


Abb. 1: Konzept der Flussfeld-Temperaturgradienten-Gaschromatographie.



Etwas idealisiert betrachtet, bewegt sich jede Substanz in etwa mit einer spezifischen und konstanten Temperatur über die Trennkapillare.

kapillaren, die vermeintlich schwierigere Probenaufgabe oder die vermutet hohen notwendigen Splitverhältnisse - um nur die wichtigsten Einwände zu nennen.

Der räumliche Gradient

Seit 2013 wurde an der Universität Bonn ein Gaschromatographiesystem entwickelt, dass - zusätzlich zur zeitlichen Temperaturprogrammierung einen räumlichen Temperaturverlauf entlang der Trennsäule enthält. Der Temperaturverlauf vom Wärmeren zum Kälteren längs der Säule führt zu einigen sehr vorteilhaften Effekten. Es kommt zu einer Fokussierung der chromatographischen Bänder, da die Front eines Substanzbandes immer eine etwas geringere Temperatur hat, daher langsamer läuft, das Ende des Bandes dagegen wärmer ist und etwas schneller läuft. So schiebt sich das Band beim Transport zusammen. Die Verbreiterung durch Diffusion wird damit überkompensiert. Der zweite Vorteil des Verfahrens ist es, dass der Transport bei viel niedrigeren Temperaturen

erfolgt. Etwas idealisiert betrachtet, bewegt sich jede Substanz in etwa mit einer spezifischen und konstanten Temperatur über die Trennkapillare. Eine darüber hinaus ansteigende Temperatur, wie es beim klassischen Verfahren unvermeidbar ist, sehen die Analyten nicht. So bewegen sich viele Analyten parallel über die Trennkapillare - jeder folgt im zeitlichen und räumlichen Temperaturprogramm seiner ganz spezifischen Lauftemperatur. Diese Temperaturgradienten-Gaschromatographie ist daher für sehr schnelle Trennungen und auch für die Trennung sehr hochsiedender Stoffe besonders geeignet.

Die praktische Umsetzung dieser Theorie erfolgt durch das Verfahren des simultanen Heizens und Kühlens der Trennsäule in einem Strömungsfeld. Die Trennsäule wird dafür zunächst in eine Kapillare eingeschoben, welche elektrisch beheizt werden kann. Die aufgeheizte Kapillare wird daraufhin mit unterschiedlich starken Luftströmungen angeströmt. Auf diese Art wird der zunächst lokal gleichbleibend beheizten Trennsäule abhängig von ihrer Säulenposition Wärmeenergie entzogen, und ein konti-

nuierlicher Gradient entsteht. Dieses Prinzip konnte mit einer einfachen Anordnung, wie in Abbildung 1 dargestellt, technisch realisiert werden. In ein Rohr mit einem helixförmigen Kanal wird von unten Luft eingeblasen. Durch einen Strömungswiderstand im Rohr ergibt sich eine von unten nach oben kontinuierlich geringer werdende Abströmung der Luft durch den Helixkanal. Diese Luft umströmt die im Kanal fixierte Heizkapillare, die dadurch unten mehr gekühlt wird, als oben. Im Ergebnis ergibt sich der gewünschte räumliche Temperaturverlauf. Das erzeugte Flussfeld und der resultierende Temperaturgradient sind namensgebend für diese Technologie der Flussfeld-Temperaturgradienten-Gaschromatographie (oder kurz, FF-TG-GC bzw. Hyper-Fast GC).

Das Potential der Hyper-Fast GC

Das Konzept der Hyper-Fast GC führte schon früh zu weitreichender Anerkennung der Analytikszene, beginnend bei Pat Sandra, welcher die erste Publikation mit dem Thema FF-TG-GC bereits 2015 als Paper of the Year auszeichnete [1]. 2018 wurde dem mittlerweile als „HyperChrom GC“ vermarktetes Gerät der erste Platz des Innovation Award des Magazins The Analytical Scientist verliehen und die Entwicklung der Hyper-Fast GC als größte gaschromatogra-

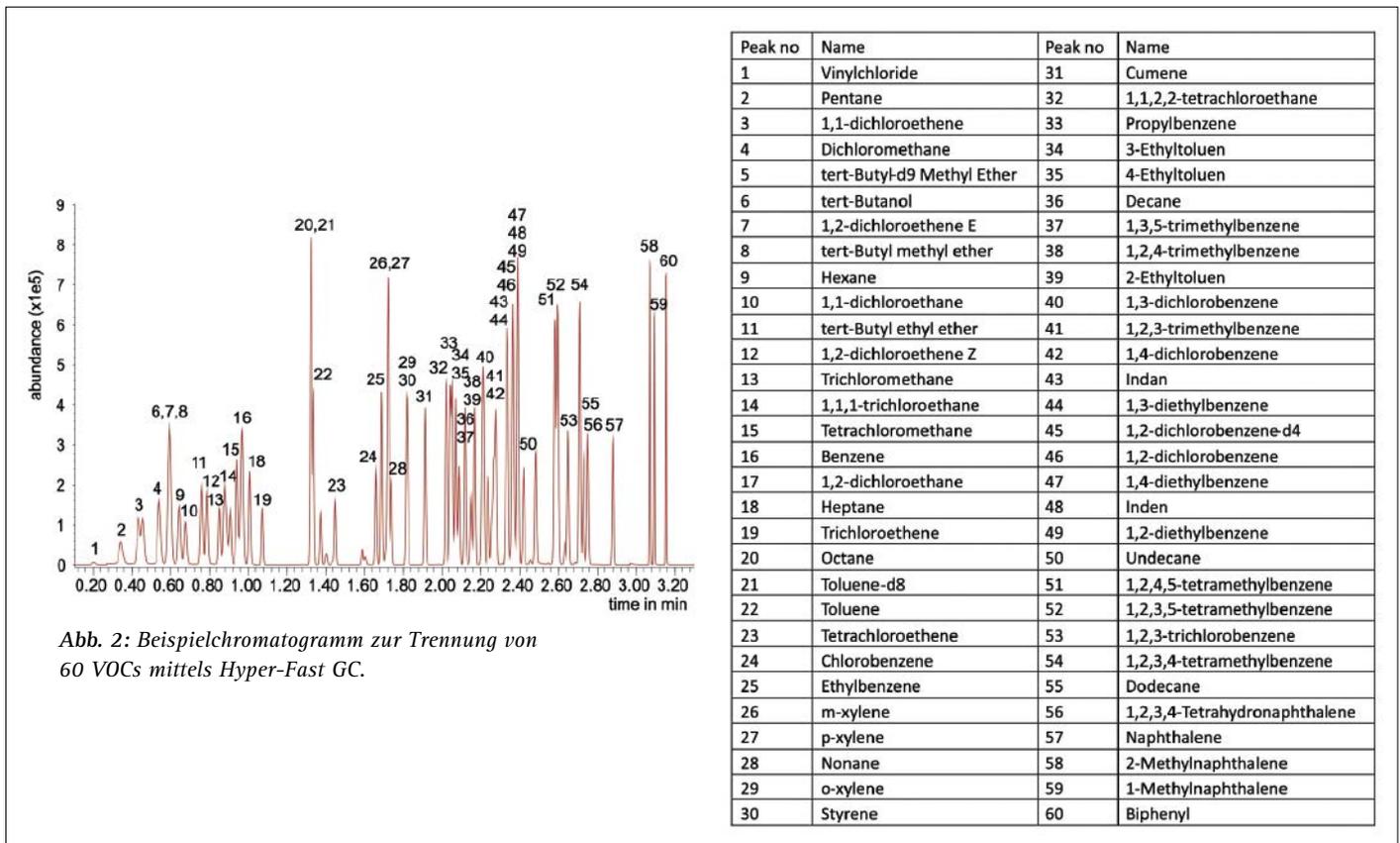


Abb. 2: Beispielchromatogramm zur Trennung von 60 VOCs mittels Hyper-Fast GC.

phische Innovation des letzten Vierteljahrhunderts beschrieben, die Gaschromatographie allgemein viel schneller, empfindlicher und selektiver macht [2]. Auch die Wissenschaftler der Shell Global Solutions International sprachen im Rahmen des 17th International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Separation Technology über die Vorteile der Hyper-Fast GC [3].

Tatsächlich ist es möglich, mit dieser Hyper-Fast GC den Großteil der klassischen GC-Anwendungen abzubilden – und dabei deutlich weniger Analysenzeit in Anspruch zu nehmen. Je nach Anwendung sind Analysen mit einer Zykluszeit von unter 60 Sekunden durchführbar – passend für Anwendungen, die in hoher Anzahl gemessen werden oder eine schnelle Reaktion erfordern. Die Auflösung der Hyper-Fast GC kommt dabei, der verringerten Säulenlänge geschuldet, nicht ganz an die der „großen Schwester“, der klassischen Gaschromatographie, heran. Die Auflösung der Hyper-Fast GC entspricht etwa derjenigen, die in der klassischen GC mit einer 20 Meter langen Trennsäule (Innendurchmesser 0,25 mm) erreicht werden kann. Für die meisten Anwendungen ist das mehr als ausreichend. Als eindrucksvolles Beispiel zeigt Abbildung 2 die Trennung von 60 verschiedenen VOCs von Vinylchlorid bis Biphenyl in gut 3 Minuten mit Hilfe eines klassischen Single Quad Massenspektrometers.

Ein Konzept ist gereift

Bereits im Prototypenstatus konnte die FT-IR-GC zeigen, dass sie nicht nur eine vergleichbare Trennleistung wie die klassische GC erreicht, sondern auch die Elutionstemperatur schwerflüchtiger Analyten um bis zu

55°C senken kann [4]. Seitdem sind 8 Jahre vergangen, in denen die enthaltene Technik stetig weiterentwickelt worden ist, um den Anforderungen von Industrie und Forschung gerecht zu werden. So hat beispielsweise das Herzstück des Systems, der Helix-turm, eine Wasserkühlung enthalten, die durch schnelles Abtransportieren von entstehender Wärme gleichbleibende Umgebungsbedingungen in der Nähe der Säule sicherstellt und ein schnelles Abkühlen der Säule von 400°C auf 30°C in 10 Sekunden ermöglicht. Gemeinsam mit der Luftströmung des thermischen Gradienten wird so eine sehr kurze Zykluszeit und eine hohe Reproduzierbarkeit erreicht – trotz der Tatsache, dass das System offen und transparent gehalten ist, unter anderem um Service und Wartung zu erleichtern. Das System bietet eine breite Kompatibilität. Der Anwender hat die freie Wahl der Verbrauchsmaterialien vom Liner bis zur Säule und kann außerdem verschiedenste Peripherie verwenden. Dazu zählen der eigens für das Instrument entwickelte FID der Firma Ackision oder Massenspektrometer und Probenaufgabesysteme verschiedenster namhafter Hersteller. Der robuste Aufbau des Geräts und die freie Wahl von Verbrauchsmitteln, insbesondere die Nutzung wesentlich kürzerer Säulenstücke im Vergleich zur konventionellen GC, machen das System zu einer ernstzunehmenden Alternative. Besonders auffällig ist zudem der geringe Stromverbrauch, der gegenüber den klassischen Luftbadofen-GCs etwa 90 % niedriger liegt. In Anbetracht aller Fakten, ist es durchaus denkbar, dass

die Hyper-Fast GC der konventionellen GC in diversen Applikationen den Rang ablauen könnte.

Fazit

Das ursprünglich an der Universität Bonn initiierte und als HyperChrom GC verfügbare Hyper-Fast GC-System wurde in den letzten Jahren zu einem nützlichen Werkzeug für moderne Labore weiterentwickelt. Mit sehr kurzen Messzeiten und einer Chromatographiequalität, die jener herkömmlicher GC-Analysen entspricht, ist diese Technik für eine Vielzahl von Anwendungen trotz ihrer noch verhältnismäßig kurzen Entwicklungs- und Optimierungshistorie bereits jetzt schon bestens geeignet.

Zugehörigkeit(en)

¹HyperChrom Deutschland, Bonn, Deutschland

²Institut für Ernährungs- und Lebensmittelwissenschaften, Universität Bonn, Deutschland

● KONTAKT |

PD Dr. Peter Boeker

HyperChrom Deutschland GmbH
Bonn, Deutschland

Institut für Ernährungs- und Lebensmittelwissenschaften

Universität Bonn, Deutschland
peter.boeker@hyperchrom.com



Weitere Beiträge zum Thema:
<https://bit.ly/WAS-Gaschromatographie>

[1]

Literatur:
<https://bit.ly/GIT-Boeker>