

Entwicklung innovativer Trennphasen für rein wässrige flüssigkeitschromatografische Anwendungen auf Basis von Percellulose (InnoChrom)

Die Entwicklung innovativer Trennphasen für flüssigkeitschromatografische Anwendungen (HPLC), die mit rein wässrigen Laufmitteln genutzt werden können, ist für viele analytische Fragestellungen von großem Interesse. Solche Materialien erlauben zum einen, nahezu vollständig auf toxische und teure organische Lösungsmittel zu verzichten, die für klassische HPLC-Verfahren unverzichtbar sind. Zum anderen können neue Anwendungsfelder im Bereich der Bioanalytik erschlossen werden, da therapeutische Wirkstoffe wie z. B. monoklonale Antikörper und Proteine unter Einfluss von organischen Lösungsmitteln denaturieren und somit ihre Wirkung verlieren. Basierend auf den Ergebnissen eines abgeschlossenen IGF-Vorhabens (18033 BG), das die Entwicklung neuer stationärer Phasen auf Basis von Percellulose zum Ziel hatte, sollten die im Rahmen des Vorläuferprojektes offengelegten Probleme adressiert und beseitigt werden, die einer Markteinführung der neuen Materialien im Wege stehen.

Im abgeschlossenen IGF-Vorläuferprojekt 18033 BG wurden temperaturschaltbare, pH-schaltbare und unmodifizierte Percellulose-Phasen für flüssigkeitschromatografische Anwendungen synthetisiert und charakterisiert. Zudem wurde demonstriert, dass kleine Moleküle ohne den Zusatz toxischer und teurer organischer Lösungsmittel unter Anwendung von Temperaturen $< 60\text{ °C}$ eluiert werden konnten. Als Hauptprobleme nach Abschluss des Projektes wurde die geringe chromatografische Effizienz der Trennphasen, vor allem zurückzuführen auf die breite Partikelgrößenverteilung und das Fehlen einer robusten Packprozedur zur reproduzierbaren Herstellung der Trennsäulen, identifiziert.

Aufbauend auf den Ergebnissen des Vorläuferprojektes wurde zunächst ein Slurry-basiertes Verfahren zur reproduzierbaren und robusten Packung der Trennmaterialien entwickelt. Aufgrund der geringen Ausbeute einer einzelnen Synthese, war es zielführend, miniaturisierte Trennsäulen mit einem Innendurchmesser bis maximal $500\text{ }\mu\text{m}$ zu packen. Dies eröffnete die Möglichkeit, aufwändigere Reinigungs- und Klassierungsschritte zur Aufreinigung der Percellulose durchzuführen und damit die Effizienz zu verbessern und die Partikelgrößenverteilung zu optimieren. Darüber hinaus wurden innerhalb dieses Forschungsvorhabens eine speziell für die Bioanalytik geeignete Modifikation der Percellulose mit einer geeigneten Diol-Gruppe entwickelt sowie ein deutlich poröseres Material erzeugt.

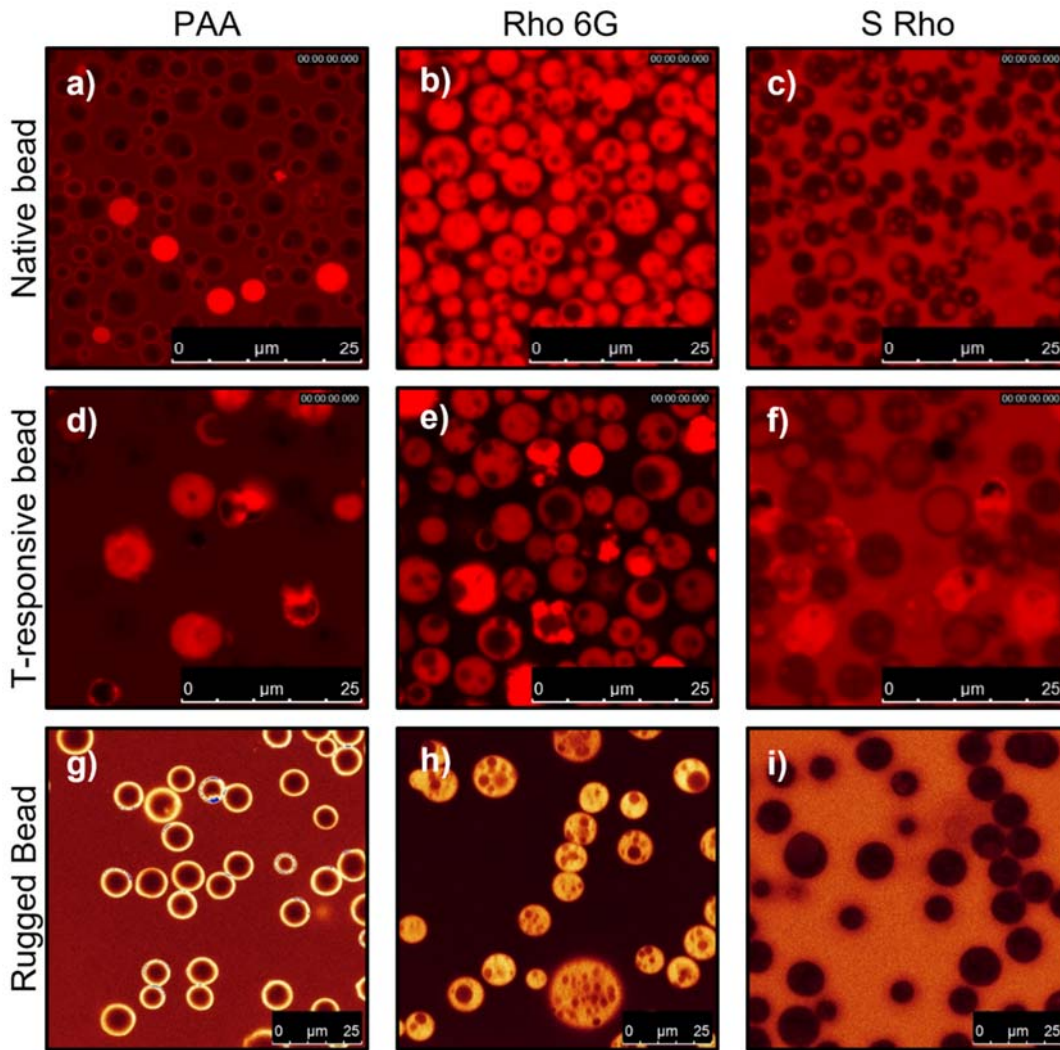


Abb. 1: Ergebnisse der durch konfokale Laser-Scanning-Mikroskopie ermittelten Ladungszustände der Oberflächen und der Porosität für die beiden unmodifizierten und die Temperatur-responsiven Zellulosepartikel. Die Dotierung mit Polyallylamin (PAA) gibt Aufschluss über die Porosität und Porengröße der Zellulosepartikel in a), d) und g). Der positiv geladene Farbstoff Rhodamin (Rho 6G) in b), e) und h) gibt durch seine Bindung Auskunft über das Vorhandensein einer negativen Oberflächenladung. Sulforhodamin (S Rho) ist negativ geladen und wurde zum Nachweis einer positiven Oberflächenladung in c), f) und i) verwendet. Bedingungen des Experiments: Belichtungszeit der Farbstoffe 1 h, neutraler pH-Wert, Raumtemperatur.

Förderhinweis:

Das IGF-Projekt 20073 BG der Forschungsvereinigung Umwelttechnik wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz