

## 4. LV: Kopplungstechniken [KT], NC,

### 4.1 Inhalte und Zielstellung

Die LV Kopplungstechniken (coupling or hyphenated techniques) basiert auf den Grundlagen der CA und IA<sup>1</sup>. Sie dient auch als Bindeglied und Ergänzung zu den LV BA-I und BA-II<sup>2</sup>.

*Hyphenated techniques* sind automatisierte on-line-Verfahren, die i.d.R. zwei oder mehrere unterschiedliche Analysenmethoden/-varianten (meist über ein Interface) miteinander verknüpfen. Die Herausforderung für die LV KT resultiert daraus, daß Erdölfraktionen 10<sup>6</sup> Komponenten enthalten und daß die Zahl an Proteinen einer Zelle (s. Proteomics) ca. 10<sup>5</sup> beträgt. Die Kopplung kann zwischen einer Methode der Probenvorbereitung (SPE<sup>3</sup>) und einer Trennmethode (GC<sup>4</sup>) erfolgen. Es können auch zwei (LC-LC<sup>5</sup>) und mehr Säulen durch Schalttechniken (mehrdimensional) gekoppelt werden. Auch Kombination wie TLC<sup>6</sup>-LC erhöhen die Selektivität.

Im Mittelpunkt stehen Kopplungen zwischen Chromatographie (LC, GC), Kapillarelektrophorese (CE<sup>7</sup>) mit strukturanalytischen Methoden (GC-MS<sup>8</sup>, LC-MS, CE-MS). Hier gewinnt das Hintereinanderschalten von mehreren MS-Einheiten (MS-MS bzw. Ms<sup>n</sup>) vor allem in der Klinischen Analytik (metabolic research), Doping- und Drogenanalytik zunehmende Bedeutung.

Ziel ist, Prinzipien und Informationsvielfalt der KT vertieft darzustellen. So können z.B. mit effizienten GC-Kapillaren hunderte Geruchs- und Aromastoffe getrennt werden, strukturelle Informationen werden i.d.R. erst durch Kopplung mit hochauflösender MS (GC-MS<sup>n</sup>) erzielt. Mittels IC-ICP-MS<sup>9</sup> ist es z.B. möglich, verschiedene anorganische Spezies (As<sup>III</sup>, As<sup>V</sup>) durch IC aufzutrennen, diese mit einem Plasma (ICP) effektiv ("sensitiv") zu atomisieren und im MS differenziert nachzuweisen.

### 4.2 Gliederung

- (1) SPE-GC, SPE-LC:  
Varianten und verschiedene Phasen der Festphasenextraktion.
- (2) SPME<sup>10</sup>-GC, SPME-LC:  
Interfacetechniken, Probenminimierung, Applikationen.
- (3) GC-GC, LC-LC, LC-GC, LC-TLC:  
polare/unpolare stationäre Phasen, Kat- und Anionenaustauscher.

---

<sup>1</sup> LV Chemische Analytik und Instrumentelle Analytik

<sup>2</sup> LV Bioanalytik-I und Bioanalytik-II

<sup>3</sup> Solid Phase Extraction

<sup>4</sup> Gas Chromatography

<sup>5</sup> Liquid chromatography

<sup>6</sup> Thin Layer Chromatography

<sup>7</sup> Capillary Electrophoresis

<sup>8</sup> Mass Spectrometry

<sup>9</sup> Ion chromatography -

<sup>10</sup> Solid Phase *Micro* Extraction

- (4) LC-DAD<sup>11</sup>, CE<sup>12</sup>-DAD:  
Aufbau und Funktion von Photodioden,  
on-line-Spektrenregistrierung, PAH<sup>13</sup>'s, Pharmaka, Aflatoxine.
- (5) GC-MS, MS-MS, GC-FTIR<sup>14</sup>-MS, SFC<sup>15</sup>-GC-MS:  
Kopplung von gepackten Säulen vs. Kapillaren, Drogen, Biozide,  
Aussagen der FTIR und MS, Überführung der Analyte von SFC in GC.
- (6) LC-MS, LC-ESI<sup>16</sup>-MS, LC-APCI<sup>17</sup>-MS, LC-TOF<sup>18</sup>-MS:  
"Interface" (Eluent-Reduktion), klassische Techniken vs. Sprühen,  
Analysatoren (ion trap, Quadrupol, Time Of Flight),  
Protein-, Pharmaka-, Metaboliten-, Toxinanalytik.
- (7) LC-NMR<sup>19</sup>, LC-FTIR<sup>20</sup>-MS:  
Theoretische und apparative Grundlagen, Applikationen.
- (8) 2D-Elektrophorese - MALDI<sup>21</sup>-TOF-MS  
2D: Isoelektrische Fokussierung (IEF) kombiniert mit SDS-PAGE<sup>22</sup>,  
Vorbereitung, Überführung, Identifikation der Analyte (Proteine).
- (9) µl-LC-MS-MS:  
Microbore- und Kapillarsäulen in der Flüssigchromatographie (LC),  
Mehrdimensionale LC mit RP<sup>23</sup>- und Ionenaustauscher-Säulen.
- (10) MALDI-TOF-MS-PSD<sup>24</sup>:  
Lineares TOF vs. Reflectron-TOF, Analyse von Glycoproteinen (GP),  
Glycosylierungen bzw. Mikroheterogenitäten von GP.
- (11) HPLC-MALDI-TOF-Kopplung:  
Synthetische Polymere, GPC<sup>25</sup>-Trennungen, Matrialforschung
- (12) ICP<sup>26</sup>-MS, IC-ICP-MS, LC-ICP-MS, GC-AED<sup>27</sup>, GC-ICP-MS:  
Aufbau und Funktion verschiedener Interfacetechniken,  
IC/LC: Analyse von As-Spezies im Serum, Cr<sup>III</sup> /Cr<sup>VI</sup>-Trennung,  
GC: Nachweis von Schefelspezies in Erdöldestillaten.

---

<sup>11</sup> Diode Array Detection

<sup>12</sup> Capillary Electrophoresis

<sup>13</sup> Polycyclic Aromatic Hydrocarbons

<sup>14</sup> Fourier Transform Infrared Spectroscopy

<sup>15</sup> Super Critical Fluid Chromatography

<sup>16</sup> Electrospray Ionisation

<sup>17</sup> Atmospheric Pressure Chemical Ionisation

<sup>18</sup> Time Of Flight

<sup>19</sup> Nuclear Magnetic Resonance

<sup>20</sup> Fourier-Transform-Infrared-Spectroscopy

<sup>21</sup> Matrix-Assisted Laser Desorption Ionisation - Mass Spectrometry

<sup>22</sup> Sodium Dodecyl Sulfate - PolyAcrylamid Gel Electrophoresis

<sup>23</sup> Reversed Phase

<sup>24</sup> Post Source Decay

<sup>25</sup> Gelpermeationschromatographie

<sup>26</sup> Inductively Coupled Plasma

<sup>27</sup> Atom Emission Detector