

⑲ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 197 50 832 A1**

⑤① Int. Cl.⁶:
G 01 N 27/26
G 01 N 27/447
B 01 D 57/02

⑳ Aktenzeichen: 197 50 832.4
㉑ Anmeldetag: 17. 11. 97
㉒ Offenlegungstag: 20. 5. 99

⑦① Anmelder:
Forschungszentrum Rossendorf eV, 01474
Schönfeld-Weißig, DE

⑦② Erfinder:
Jankowsky, Rüdiger, 01099 Dresden, DE; Friebe,
Matthias, 01307 Dresden, DE

⑤⑥ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
zu ziehende Druckschriften:

DE	43 15 928 C1
DE	42 44 825 C2
DE	42 18 721 A1
US	54 29 728 A
US	53 02 264 A
US	52 40 578 A
EP	06 08 120 A2

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤④ Verfahren zur Auftrennung von Substanzgemischen

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Auftrennung von Substanzgemischen unter Verwendung der Kapillarelektrophorese.

Mit der Erfindung soll die Kapillarelektrophorese dahingehend modifiziert werden, dass der die Auftrennung von Substanzgemischen beeinträchtigende Einfluss der Parameter gesenkt und der Prozess der Auftrennung insbesondere bei niedrigem pH-Wert beschleunigt wird.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, dass während des analytischen Trennlaufs bei der Kapillarelektrophorese das Einlassgefäß mit einem extern erzeugten Luftüberdruck beaufschlagt wird. Abhängig von der Größe der Kapillare und den elektrischen Bedingungen wird der Luftüberdruck zwischen 5 und 80 mbar gewählt.

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Auftrennung von Substanzgemischen unter Verwendung der Kapillarelektrophorese.

Mittels der Kapillarzonelektrophorese werden Substanzgemische entsprechend ihrer elektrophoretischen Mobilitäten aufgetrennt.

Der zur Bewegung des analytischen Gemisches notwendige elektroosmotische Fluß hängt von einer Vielzahl von Parametern ab (H. Engelhard u. a., Kapillarelektrophorese – Methoden und Möglichkeiten, Friedrich Vieweg & Sohn, Braunschweig/Wiesbaden, 1994). Die Vielzahl der Parameter, insbesondere pH-Wert des Elektrolyten, Pufferzusammensetzung, Kapillaroberfläche und Konditionierungszustand der Kapillare beeinträchtigen in unterschiedlichem Umfang die Genauigkeit bei der Ermittlung der Zusammensetzung der Stoffgemische, so dass reproduzierbare Ergebnisse nur bei gleichen Bedingungen erreicht werden können. Außerdem ist der Prozess der Kapillarzonelektrophorese insbesondere bei niedrigen pH-Werten und einigen polaren wassermischbaren organischen Zusätzen zeitaufwendig.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, die Kapillarelektrophorese dahingehend zu modifizieren, dass der die Auftrennung von Substanzgemischen beeinträchtigende Einfluss der Parameter gesenkt und der Prozess der Auftrennung insbesondere bei niedrigerem pH-Wert beschleunigt wird.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, dass während des analytischen Trennlaufs bei der Kapillarelektrophorese das Einlassgefäß mit einem extern erzeugten Luftüberdruck beaufschlagt wird. Abhängig von der Größe der Kapillare und den elektrischen Bedingungen wird der Luftüberdruck zwischen 5 und 80 mbar gewählt.

Durch die Anwendung der Erfindung ergeben sich nachfolgende Vorteile:

Der Kapillarfluß erfolgt fast völlig unabhängig von der eingesetzten Pufferkonzentration, die Puffergemische sind bezüglich wässriger oder organischer Zusammensetzung beliebig einsetzbar, dabei können auch extreme pH-Wertebereiche zwischen 0,5 und 13 verwendet werden. Die Kapillaroberflächen können sowohl beschichtet als auch unbeschichtet sein, eine Kapillarkonditionierung außer der Elektrolytbefüllung ist nicht erforderlich. Es können auch kurze Kapillaren eingesetzt werden. Sehr wesentlich sind die stark reduzierten Analysezeiten im Bereich von 0,5 bis 5 Minuten.

Nachstehend wird die Erfindung an einem Beispiel näher erläutert. Die beiliegende Zeichnung zeigt das Ergebnis des Einsatzes der Erfindung an einem Elektropherogramm, bei dem die Absorptionseinheiten in Nanometern über der Laufzeit in Minuten aufgetragen sind und die Trennung in die drei Substanzen A, B und C dargestellt ist.

Es werden „Fused Silica“-Kapillaren mit einem Innendurchmesser von 50 µm und einer Effektivlänge von 12 cm sowie ein Photodiodenarraydetektor mit einer Wellenlänge von 214 nm verwendet. Der Elektrolyt besteht aus Citrat/HCl 60 mM mit einem pH-Wert von 1,4. Das Analytgemisch enthält die Komponenten A, B und C, hier Tetraphenylarsoniumchlorid, Pyridin und Aceton.

Die Befüllung der Kapillare mit dem Elektrolyten erfolgt bei 950 mbar über zwei Minuten, anschließend wird das Analytgemisch und der Elektrolyt jeweils mit 50 mbar über drei Sekunden injiziert. Dann wird eine elektrische Spannung derart angelegt, dass sich ein Höchststrom von 50 µA einstellt. Die Spannung beträgt in diesem Fall 30 kV. Als letztes wird der Druck, hier in Höhe von 50 mbar angelegt.

Das Ergebnis dieses Verfahrens ist in der Zeichnung deutlich zu sehen. Es entstehen in der Zeit zwischen der zweiten

und dritten Minute scharfe, den drei Komponenten A, B und C eindeutig zuordenbare Peaks unterschiedlicher Höhe. Die Identität der Peaks wurde mittels des verwendeten Photodiodenarraydetektors und der damit aufgenommenen UV-Spektren ermittelt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Auftrennung von Substanzgemischen unter Anwendung der Kapillarelektrophorese, **dadurch gekennzeichnet**, dass während der Zeit des analytischen Trennlaufs der Kapillarelektrophorese das Einlassgefäß mit einem externen Luftüberdruck beaufschlagt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der externe Luftüberdruck bei einem Kapillarinne Durchmesser von 50 µm zwischen 20 und 80 mbar beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der externe Luftüberdruck bei einem Kapillarinne Durchmesser von 75 µm 5 bis 20 mbar beträgt.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

