

# Neue Möglichkeiten der Kapillarelektrophorese durch Verwendung eines Dioden-Array-Detektors (DAD)

B. Kuczewski, R. Buda, S. Bürger, J. V. Kratz, N. Trautmann

Institut für Kernchemie, Universität Mainz, D-55099 Mainz

Die Detektionsmöglichkeiten der vorhandenen Kapillarelektrophoresesysteme<sup>[1,2]</sup> wurden um einen Dioden-Array-Detektor erweitert. Dieser ist unabhängig von den bereits verwendeten Detektoren (Laserinduzierte Fluoreszenz, Kopplung an die ICP-MS) einsetzbar und bietet die Möglichkeit, gleichzeitig den gesamten Wellenlängenbereich vom Ultraviolett (190 nm) bis ins Nahe Infrarot (1024 nm) mit einer Deuterium- und einer Halogenlampe anzuregen. Mit einer Anordnung von 1024 Photodioden wird ein 3-dimensionales Elektropherogramm mit 0,9 nm Auflösung und 1 bzw. 10 Hz Wiederholungsrate gemessen. Dies ermöglicht den gezielten Nachweis von verschiedenen Verbindungen. Abbildung 1 zeigt die Trennung von Huminsäure in 1 M Essigsäure bei -30 kV und 75 mbar Druck. Das erste Signal bei 8 min entspricht dabei der Huminsäure, der Einbruch bei 10 min im Wellenlängenbereich von 200 - 230 nm dem Wasser aus der Probenzone, der gleichzeitige Anstieg von 240 - 280 nm dem der Probe zugesetzten Aceton, das nur durch den elektroosmotischer Fluß (EOF) in der Kapillare transportiert wird. Durch diesen EOF-Marker läßt sich eine geringe Eigenbewegung der Huminsäure im Elektrolyten, und damit ihre negative Ladung in der Essigsäure belegen.

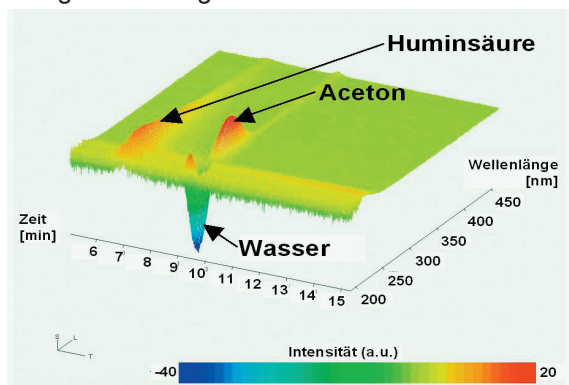


Abb. 1: Elektropherogramm einer Huminsäurelösung (Aldrich HA) mit der CE-DAD-Kopplung  
-30 kV, 75 mbar, 1 M Essigsäure als Elektrolyt

Der Nachweis kann dabei sowohl direkt in der CE-Kapillare quer zur Fließrichtung mit einem Lichtweg von 75 µm als auch in einer speziellen z-Zelle mit einem Lichtweg von 1 cm bei allerdings schlechterer chromatographischer Auflösung erfolgen. Den Aufbau der einfachen Meßanordnung zeigt Abbildung 2.

Dabei wird die Messung etwa 5 – 10 cm vor dem Ende der Kapillare durchgeführt, während eine Detektion mit der ICP-MS am Ende der Kapillare erfolgt. Der gemeinsame Einsatz bei-

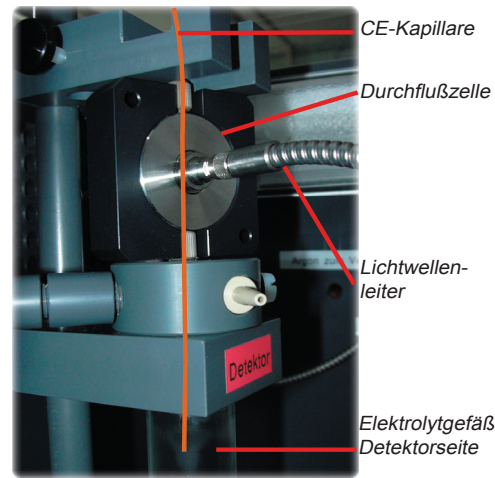


Abb. 2: Durchflußzelle des neuen Dioden-Array-Detektors für die Kapillarelektrophorese

der Detektionsmethoden ist dabei möglich und beabsichtigt. Damit können Metallionen mit der ICP-MS und Huminstoffe mit dem DAD in einem Lauf nachgewiesen werden. Ob 1 M Essigsäure geeignet ist, oder ein anderes Elektrolytsystem noch entwickelt werden muß, bleibt noch zu klären. Besonders interessant ist das Verfahren bei anionischen Trennungen, wie sie Abbildung 3 zeigt. In dieser Grundwasserprobe konnten verschiedene anionische Pu-haltige Spezies nachgewiesen werden<sup>[3,4]</sup>. Ob es sich dabei um Humat-Komplexe des Plutoniums oder anorganische Spezies handelt, kann nun untersucht werden.

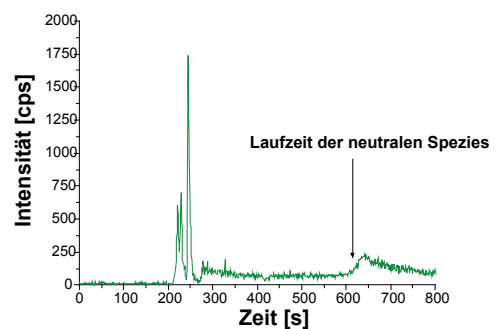


Abb. 3: Elektropherogramm (CE-ICP-MS) einer Grundwasserprobe aus Gorleben  
60 min nach der Zugabe von Pu bei pH 7  
-30 kV, 100 mbar, 1 M Essigsäure als Elektrolyt

## Literatur:

- [1] B. Kuczewski et al.; *Analytical Chemistry*, 2003, 75, 6769-6774.
- [2] B. Kuczewski et al.; *Institut für Kernchemie, Universität, Mainz, Jahresbericht 2003, C6.*
- [3] C. M. Marquardt et al.; *Radiocimica Acta*, 2004, 92, 617-623.
- [4] B. Kuczewski; *Dissertation, Universität Mainz, 2004.*