

Kontinuierliche anulare Elektrochromatographie

René Laskowski und Hans-Jörg Bart

Lehrstuhl für Thermische Verfahrenstechnik TU Kaiserslautern, Kaiserslautern/Deutschland,

<http://www.uni-kl.de/LS-Bart/>

Elektrochromatographie im Überblick

Die Elektrochromatographie ist ein sehr effizientes Verfahren zur Trennung von Stoffen, wobei der Flüssigkeitstransport in einer stationären Phase durch Anlegen eines elektrischen Feldes hervorgerufen wird [1]. Es kann somit die Trennwirkung der Elektrophorese und der Chromatographie in nur einem Prozessschritt kombiniert werden.

Als Eluenten kommen in der Elektrochromatographie Elektrolyte gemischt mit organischen Lösungsmitteln zur Verwendung, in welchen die Silanolgruppen der stationären Phase dissoziieren. Durch das Anlegen eines elektrischen Stromes baut sich von der stationären Phase zur mobilen Phase ein Ladungspotential auf. Der sich daraufhin ausbildende elektroosmotische Fluss (Abbildung 1) besitzt ein günstiges Strömungsprofil, in welchem sich die einzelnen Fraktionen auf schmalen Banden und ohne Druckverlust fortbewegen. Dies ermöglicht in einer Anwendung mehr als 100.000 Trennstufen pro Meter und eine folglich bessere Differenzierung der einzelnen Analyten.

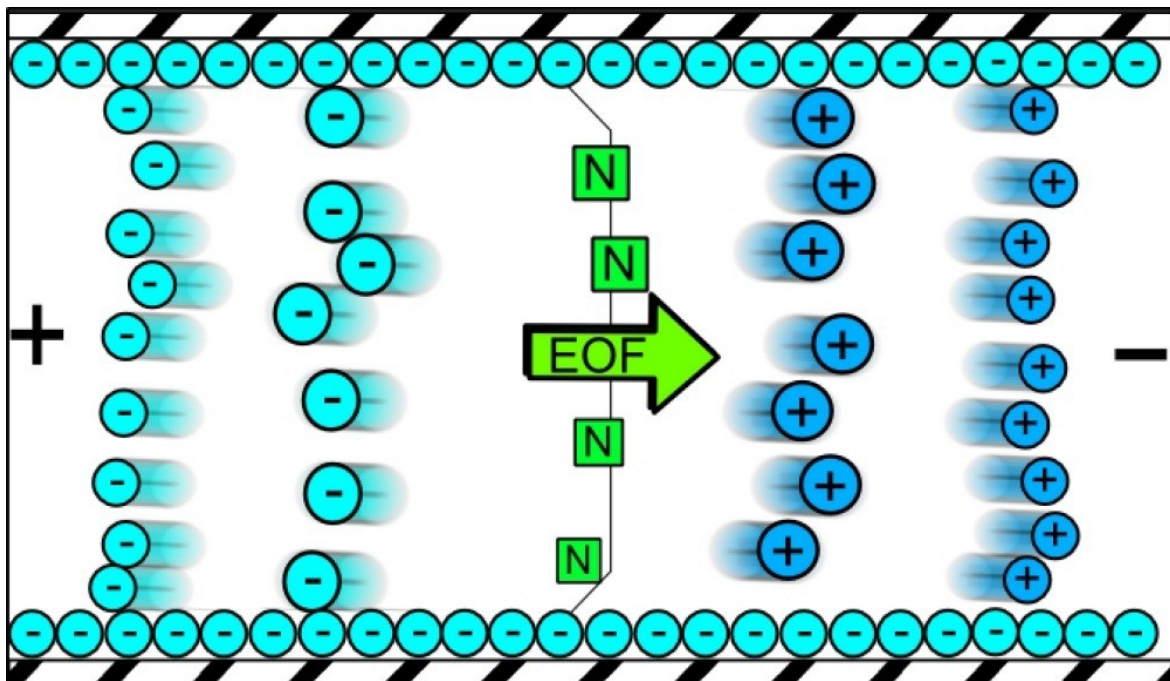


Abbildung 1: Schematische Darstellung des elektroosmotischen Flusses (EOF).

Kapillarelektrochromatographie in der Analytik

In den letzten Jahren fanden Separationsmethoden mittels Kapillaren und elektroosmotischen Effekten in der Analytik ein breites Anwendungsfeld [2]. Bei der Analysetechnik kann die Kapillarelektrochromatographie bereits als Ergänzung zur Standard HPLC verwendet werden. Hierfür wurden zahlreiche Methoden zur Übertragung von HPLC Methoden auf die Kapillarelektrochromatographie entwickelt [3].

Bei der Kapillarelektrochromatographie kommen Quarzglaskapillaren mit einem Innendurchmesser von 50 – 100 µm zum Einsatz. Diese werden mit kleinen, auf Silica basierenden sphärischen Partikeln als stationäre Phase gefüllt. Durch den entsprechenden Elektrolyt und dem Anlegen einer Spannung von 30 kV kann eine Durchflussgeschwindigkeit von bis zu 3 mm/s erreicht werden [2]. Mit dieser Anwendung wurden bereits zahlreiche Untersuchungen zur Trennung pharmazeutischer Substanzen, Naturprodukten und chiralen Komponenten durchgeführt [4]. Es zeigte sich, dass die Elektrochromatographie hierbei unterschiedliche Vorteile bietet. Der herausragendste ist jedoch, dass durch den elektroosmotischen Fluß, welcher keinen Druckverlust hervorruft, die Verwendung kleinerer Partikel und längerer Kapillaren ermöglicht wird. So kann problemlos eine erhöhte Trennleistung gegenüber einer Standard HPLC erreicht werden.

Elektrochromatographie in der präparativen Anwendung

Um die Elektrochromatographie auf ein kontinuierlich arbeitendes, präparatives System zu überführen, gibt es bereits mehrere Ansätze. Es existieren Konzepte vom planar aufgebauten Batchbetrieb [5] bis zum radial trennenden Ringspaltchromatographen [6]. An der Technischen Universität Kaiserslautern, in Zusammenarbeit mit einem Konsortium aus verschiedenen Universitäten und Industriepartnern, laufen Bemühungen, das Prinzip der anularen Ringspaltchromatographie mit axialer Trennung auf die Elektrochromatographie zu übertragen. Somit sollen hochwertige pharmazeutische Produkte in Zukunft kontinuierlich aufgetrennt werden.

Das zugrundeliegende Prinzip beinhaltet einen Ringspalt zwischen zwei konzentrisch angeordneten Zylindern. Dieser kann entsprechend des jeweiligen Trennproblems nahezu mit beliebigen stationären Phasen (Adsorbens) befüllt werden. Der Feed wird am Kopf des Spaltes aufgegeben und bewegt sich gleichmäßig auf einer Kreisbahn. Der Elektrolyt wird ebenfalls von oben zugegeben und auf den Rest des Umfanges verteilt. Bei Anlegen eines elektrischen Feldes wird der Eluent sowie das zu trennende Medium durch die stationäre Phase transportiert. Bedingt durch die Rotation des Feeds und der selektiven Trennwirkung der stationären Phase kommt es zur Ausbildung von spiralförmigen Banden als Konzentrationsprofile (Abbildung 2). Die zu trennenden Komponenten werden an den jeweiligen winkelseitigen Austritten am Boden kontinuierlich abgezogen. Der Austrittswinkel kann mathematisch durch eine Transformation der Zeitkoordinate der Kapillarelektrochromatographie in Winkelgeschwindigkeit bei der Ringspalt-

chromatographie umgerechnet werden [7]. Hiermit wird eine direkte Übertragung der Batchmethode auf den kontinuierlichen Prozess ermöglicht. Wie Abbildung 2 zeigt, sind die Elektroden axial in dem Apparat integriert und befinden sich jeweils am Ein- und Auslass des Ringspaltes. Ein nicht zu vernachlässigender Nachteil dieses Verfahrens ist jedoch die freiwerdende Wärme innerhalb des Ringspaltes, welche sogar zu einem Verdampfen des Elektrolyten führen kann. Da diese freiwerdende Wärme von der Leitfähigkeit des Elektrolytsystems und somit auch von der Geometrie abhängt, unterliegt die Apparategröße einer Limitierung. Es wird sich somit bei der finalen Anlage um einen Mini- oder Mikroapparat handeln. Die hier freiwerdende Wärme wird über einen speziell entwickelten Wärmeübertrager abgeführt. Durch die anulare Bauweise ist es möglich, mehrere Feedströme versetzt in die Einlassstruktur zu speisen, um auf diesem Weg die Produktionsmenge zu erhöhen.

Auf Grund der sehr hohen Trennleistung besitzt die anulare Elektrochromatographie bei schwierig aufzutrennenden Substanzen ein großes Potential. Es wird sich dabei jedoch vorrangig um geringere Produktmengen mit sehr hoher Wertschöpfung handeln. Die Hauptanwendungsgebiete liegen hier bei der pharmazeutischen Industrie oder dem Aufreinigen von Spezialchemikalien.

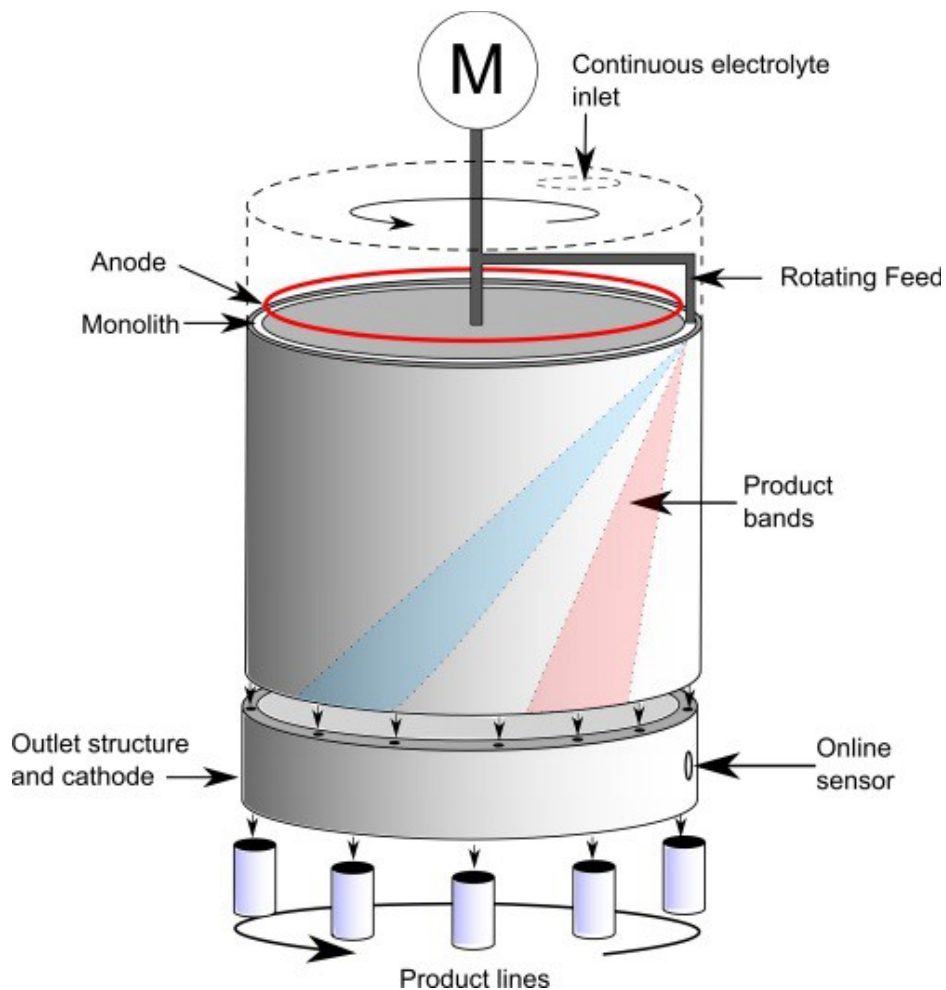


Abbildung 2: Das Prinzip der anularen Chromatographie

Literatur

- [1] S. Ealtink, G. R. Rozing, W. T. Kok, Electrophoresis 2003, 24, 3935
- [2] M. M. Dittmann, G. P. Rozig, Journal of Chromatography A, 744: 63-74, 1996
- [3] Agilent Technologies, Capillary Electrochromatography - Technology and Applications
- [4] K. D. Bartle, P. Myers, Journal of Chromatography A, 916: 3-23, 2001
- [5] M. Pukl, M. Prosek, R. E. Kaiser, Chromatographia Vol. 38, No. 1/2, January 1994
- [6] C. D. Scott, Separation Science and Technology, 21(9), pp. 905-917, 1986
- [7] A. J. Howard, G. Carta, C. H. Beyers, Ind. Eng. Chem. Res. 1988, 27, 1873

Wir danken an dieser Stelle allen unseren Projektpartnern und für die Förderung des Vorhabens der Europäischen Kommission im 7. Rahmenprogramm.

Die Autoren

Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Hans-Jörg Bart
Lehrstuhl für Thermische Verfahrenstechnik
Technische Universität Kaiserslautern
67653 Kaiserslautern, Germany
<http://www.uni-kl.de/wcms/tvt.html>

René Laskowski, M.Sc.
Lehrstuhl für Thermische Verfahrenstechnik
Technische Universität Kaiserslautern
67653 Kaiserslautern, Germany
<http://www.uni-kl.de/wcms/tvt.html>