

Capillary Electrochromatography, CEC

ELEKTROCHROMATOGRAFIE (EC, CEC)

SeparáčnÍ kapilára je naplněna stacionární fází.

Mobilní fáze je hnána pomocí elektroosmózy.

EOF je generován větší měrou na povrchu stacionární fáze než na vnitřním povrchu kapiláry.

Separace nabitých analytů je způsobena jejich rozdílnou distribucí mezi sorbentem a eluentem.

Separace nabitých analytů je navíc ještě podporována jejich rozdíly v elektroforetických mobilitách.

$$k_i = \frac{(c_i)_s}{(c_i)_m} \cdot \frac{V_s}{V_m} = K_{D,i} \cdot \frac{V_s}{V_m} = \frac{(n_i)_s}{(n_i)_m} = \frac{(t_i)_s}{(t_i)_m}$$

$$t_{\text{mig},i} = \frac{l_d \cdot (1 + k_i)}{(m_{\text{eof}} + m_{\text{eff},i}) \cdot E}$$

VÝHODY A NEVÝHODY CEC

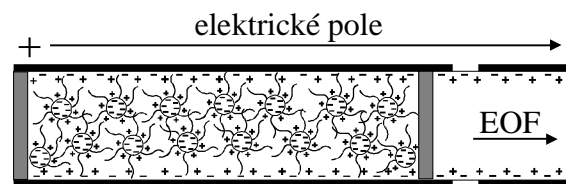
Výhody

1. rovný rychlostní profil EOF: $1-3 \cdot 10^5$ pater / 1 m (tj. 3 až 4 krát větší účinnost než v HPLC)
2. žádné velké tlaky
3. možnost velmi malých částic
4. neutrální, lipofilní a ve vodě nerozpustné analyty
5. malá spotřeba vzorku a mobilní fáze
6. isokratická a gradientová eluce
7. možnost použití MS detekce
8. jednotný přístroj pro CZE, CEC a CLC

Nevýhody

1. příprava naplněných kapilár, frity
2. křehkost naplněných kapilár
3. bubliny (rozdíly v EOF, Jouleovo teplo)
4. elektrokinetické dávkování (interní standard)
5. menší citlivost

SEPARAČNÍ KOLONA pro CEC

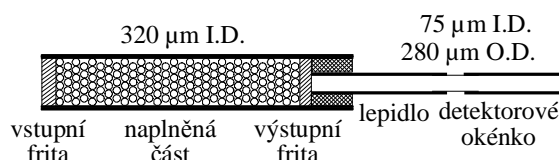


frita

detektorové
okénko

I.D. : 50 μm , 75 μm a 100 μm

LEPENÁ SEPARAČNÍ KOLONA pro CEC



STACIONÁRNÍ FÁZE v CEC

částice náplně 3 μm a 5 μm

ODS, C18 navázány na silikagelu (reversní)
 β -CD navázán na silikagelu (chirální)
SCX kationtový iontoměnič ($-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3\text{H}$)

APLIKACE CEC

léčiva : - nečistoty
- chirální separace
- hlavní komponenta
- zásaditá farmaka (na SCX)

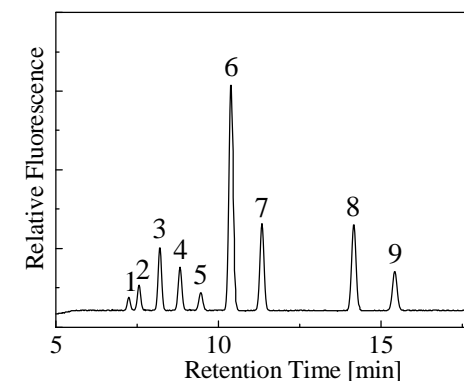
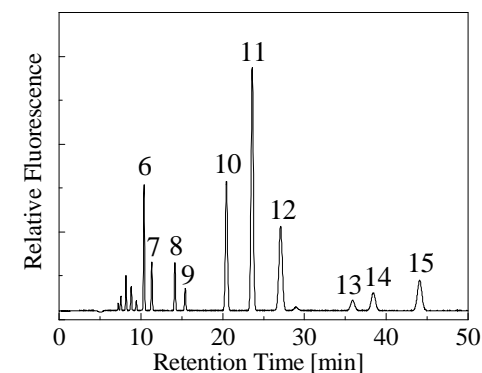
polyaromatické uhlovodíky (PAH)
benzeny a chlorbenzeny
textilní barviva

CEC-LIF : polyaromatické uhlovodíky

Anal.Chem. 67(1995)2026

75 μm ID \times 365 μm OD, 33 cm naplněná kapilára
3 μm ODS (90 %) a 1 μm silikagel (10 %)
80 % acetonitril a 4 mM tetraboritan sodný
Separace : 15 kV, Dávkování : 5 kV / 5 s

píky : 1 naftalen, 2 acenaftylen, 3 acenaften a fluoren,
4 fenantren, 5 anthracen, 6 fluoranthen, 7 pyren,
8 benz[a]anthracen, 9 chrysen, 10 benzo[b]fluoranthen, 11
benzo[k]fluoranthen, 12 benzo[a]pyren,
13 dibenz[a,h]anthracen, 14 benzo[ghi]perylene,
15 indeno[1,2,3-cd]pyren



CEC : kyselá léčiva

LC-GC Int., 11 (1998) 39

50 μm i.d. \times 210 mm naplněná kapilára

3 μm Hypersil C18 a 3 μm Hypersil C18/SCX

$\text{CH}_3\text{CN} / \text{NaH}_2\text{PO}_4$ (50 mM) / H_2O 60:20:20 v/v/v

Separace : 30 kV, 8 bar, Dávkování : 5 kV / 15 s

Detekce : DAD 210 nm

píky : 1 p-hydroxybenzoová kyselina, 2 bumetanid,
3 flurbiprofen

