

GPC/SEC mit Dreifachdetektion

Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 7

Systemvoraussetzungen für die GPC/SEC mit Dreifachdetektion

Problemstellung

Es wurde ein Dreifachdetektor mit Lichtstreuung, Viskositätsdetektion, Brechungsindexdetektion (RI) und UV-Detektion für die GPC/SEC angeschafft. Betrieben wird der Detektor mit einer bereits vorhandenen Pumpe älterer Bauart sowie einem vorhandenen Autosampler. Auch die verwendeten Trennsäulen sind schon einige Jahre in Gebrauch gewesen. Das Lichtstreusignal des Detektors ist stark verrauscht und das Viskosimetersignal sehr unruhig (instabile Basislinie). Auf dem Signal des Brechungsindexdetektors sind Spikes zu sehen. Nur der UV-Detektor zeigt ein rauscharmes und basislinienstabiles Signal mit guter Qualität. Was muss getan werden damit alle Detektoren eine gute Signalqualität anzeigen?

Frage

Welche Voraussetzungen müssen erfüllt sein damit man einen Dreifachdetektor mit Lichtstreuung, Viskositätsdetektion, Brechungsindexdetektion und UV-Detektion an einer GPC/SEC-Anlage betreiben kann?

Lösung

Der UV-Detektor ist der am häufigsten verwendete Detektor in der HPLC-Analytik. Er wird aber weniger häufig in der GPC/SEC eingesetzt da viele Polymere und Biopolymere keine chromophoren Gruppen tragen und daher UV-inaktiv sind. In der GPC/SEC ist der RI-Detektor am weitesten verbreitet. Schon der RI-Detektor setzt aber mehr Ansprüche an die Sauberkeit und Stabilität eines GPC/SEC-Systems als die für den UV-Detektor der Fall ist. Der RI-Detektor ist sehr empfindlich gegenüber kleinen Veränderungen der Laufmittelzusammensetzung und kleinen Temperaturänderungen. Auch kleine Luftbläschen in der RI-Zelle wirken störend; sie sind im RI-Chromatogramm als Spikes zu erkennen. Der UV-Detektor ist nahezu vollkommen unempfindlich gegen alle aufgeführten Effekte. Noch mehr Ansprüche an das GPC/SEC-System stellen die Absolutdetektoren, also der Lichtstredetektor und der Viskositätsdetektor. Der Lichtstredetektor reagiert sehr empfindlich auf

System-Verschmutzungen (z. B. hoher Partikelaustrag aus den Trennsäulen, Partikel im Laufmittel); diese führen zu einem verstärkten Rauschen im Lichtstreu-chromatogramm und ggf. auch zu Spikes. Der Viskositätsdetektor hingegen ist unempfindlich gegen Partikel da diese sehr kompakt sind und daher nahezu keine nennenswerte Viskosität aufweisen. Der Viskositätsdetektor reagiert vor allem auf Luft im System sehr empfindlich. Zu viel Luft z. B. in der Verzögerungskolonne des Viskositätsdetektors führt zu einem instabilen Verhalten des Differenzdrucks (DP) bzw. des Viskositätssignals.

Möchte man ein GPC/SEC-System mit Dreifachdetektion betreiben so muss man folgende Dinge beachten:

- die Pumpe sollte pulsationsarm sein; dies ist bei nahezu allen modernen Doppelkolbenpumpen der Fall
- es sollte unbedingt ein Online-Vakuum-Entgaser im System vorhanden sein der permanent den größten Teil der Luft im Laufmittel entfernt
- die Trennsäulen müssen für die Lichtstreuung geeignet sein (geringer Partikelaustrag)
- das Laufmittel sollte sauber sein (HPLC-Grade): ggf. sollte man das Laufmittel über 0,45 µ oder 0,2 µ Filter filtrieren (z. B. wenn mit wässrigen Laufmitteln gearbeitet wird)

Alle Anforderung hinsichtlich der Gerätespezifikationen werden von einem modernen GPC/SEC-System mit Dreifachdetektion wie es von Viscotek angeboten wird problemlos erfüllt (siehe Abbildung). Auch die von Viscotek angebotenen ViscoGel-Trennsäulen erfüllen die geforderten Spezifikationen hinsichtlich des Partikelaustrags. Vorsicht ist hingegen geboten wenn ältere Komponenten anderer Hersteller in das System integriert werden oder wenn Trennsäulen verwendet werden die nicht speziell für die Lichtstreuung hergestellt wurden. Schnell treten dann Probleme auf die eine sinnvolle Messung von Proben unmöglich machen und nur mit hohem Kosten- und Zeitaufwand wieder zu beseitigen sind.

GPC/SEC mit Dreifachdetektion Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 7

Schlussfolgerung

Wenn man einen hochwertigen Dreifachdetektor in der GPC/SEC betreiben möchte dann sollte man nicht an den übrigen, deutlich günstigeren Systemkomponenten sparen. Dadurch können schnell Verschmutzungsprobleme oder Probleme mit der Luft im System auftreten die sehr zeit- und kostenintensiv sein können. Nur ein Komplettsystem von einem Hersteller garantiert eine zuverlässige Funktionsweise. Die Integration von ggf. älteren, vorhandenen Komponenten anderer Hersteller kann schnell zu langwierigen Problemen führen die den zunächst vermeintlichen Kostenvorteil zunichte machen können.

Abb. 1: Komplettes GPC/SEC-System mit Dreifachdetektion für die moderne GPC/SEC-Analytik



Author: Dr. Gerhard Heinzmann, Viscotek GmbH

Für weitere Informationen können Sie jederzeit sehr gerne Kontakt zu uns aufnehmen