

GPC/SEC mit Dreifachdetektion

Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 10

Abschalten des GPC-Systems für einen längeren Zeitraum

Problemstellung

Als Betreiber eines GPC-Systems stehe ich immer wieder vor der Situation, dass über längere Zeiträume keine Analysen durchgeführt werden. Während ich das System über Nacht bei kleiner Flussrate laufen lasse, möchte ich das System für längere Zeiträume gerne abschalten um das System zu schonen und Lösungsmittel zu sparen.

Frage

Wann ist es sinnvoll ein GPC-System komplett abzuschalten? Wie gehe ich dabei vor? Welche speziellen Dinge muss ich für Brechungsindex-, UV-, Lichtstreu- und Viskositätsdetektor beachten?

Lösung

Grundsätzlich sind GPC-Systeme für einen dauerhaften und kontinuierlichen Betrieb ausgelegt. Je kontinuierlicher man ein GPC-System betreibt desto stabiler wird es laufen und umso schneller ist das System wieder in einem messbereiten Zustand und umso besser sind die Analyseergebnisse. Daher ist es auch sinnvoll Proben zu sammeln und ein Mal im Monat 10 Proben zu messen, als wie jeden zweiten Tag eine Probe zu analysieren.

Die Vorgehensweise in Messpausen hängt sehr stark von den verwendeten Laufmitteln ab. Hier sind im Wesentlichen folgende Fälle zu unterscheiden.

1. Organische Lösungsmittel
2. Organische Lösungsmittel mit Salzzusatz
3. Wässrige Laufmittel mit Zusätzen

Die zu Schwierigkeiten führenden Ursachen sind Luft welche in das System eindringen kann, Auskristallisation von Salz-Zusätzen oder Bakterienwachstum. Die Ausprägung der Schwierigkeiten nimmt vom reinen organischen hin zu wässrigen Laufmitteln zu und damit auch der Aufwand welcher zum Ab- und anschließendem wieder Anschalten eines GPC-Systems notwendig ist. Dadurch kann man in den einfachen Fällen ein System eher bei kürzeren Standzeiten abschalten wohingegen man dies bei wässrigen Eluenten zu vermeiden versucht.

1. Ein System welches in reinem organischem Lösungsmittel betrieben wird, wird man nach erfolgter Analyse mit einer Stand-by Flussrate von 0,1-0,3 ml pro Minute betreiben. Ist man sicher, dass die komplette Probe aus dem System heraus ist, so kann man das System sogar im Kreislauf fahren (Kapillare die normalerweise zum Abfall führt in den Lösungsmittelvorrat umleiten.). Dieser Stand-by Betrieb ist über Nacht, das Wochenende oder einige Tage sinnvoll. Benötigt man das System für mehrere Tage nicht so kann man es einfach abschalten und muss lediglich dafür sorgen, dass keine Luft über die Ansaug- oder Abfall-Kapillare in das System eindringen kann.

2. Ein System welches mit organischem Lösungsmittel mit Salzzusatz betrieben wird sollte darin nie über einen längeren zum Stehen kommen, da sonst die Gefahr besteht, dass Salzkristalle an einzelnen Stellen entstehen können, welche bei einer Reaktivierung des Systems zu Verstopfungen führen können. Daher ist es für das Abschalten notwendig, dass das System auf reines Lösungsmittel umgespült wird (mindestens 2-3 Mal das Volumen des gesamten GPC-Systems), bevor es abgeschaltet wird. Daher wird man den Stand-by Betrieb im Kreislauf bei niedriger Flussrate, sicherlich länger beibehalten bevor man ein Abschalten des Systems in Erwägung zieht. Wichtig ist, dass man bei manueller Kolbenhinterspülung der Pumpe diese regelmäßig durchführt (alle 1-2 Tage), sowohl im Mess- als auch im Stand-by Betrieb.

3. Bei wässrigen Eluenten kommt zusätzlich noch die Gefahr der Verkeimung hinzu. Daher dürfen diese System weder im Kreislauf betrieben werden noch längere Zeit zum Stehen kommen. Möchten man den Stand-by Betrieb über einen längeren Zeitraum betreiben, so wird der Zusatz von Natriumazid (0,1%) empfohlen. Umspülen auf reines Wasser ist aufgrund der Verkeimung nur für ein Abschalten für wenige Tage geeignet. Möchte man das System länger stilllegen so ist es notwendig das System auf ein Wasser/Methanol (90/10) oder Wasser/Ethanol (80/20) Gemisch umzuspülen. Dies hat einen angenehmen Nebeneffekt: Diese Gemische haben

GPC/SEC mit Dreifachdetektion

Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 10

aufgrund der keimabtötenden Wirkung und den anderen Lösungseigenschaften der Alkohole eine reinigende Funktion auf das GPC-System.

Bezüglich der Detektoren ist der UV-Detektor der unproblematischste, da dieser lediglich aus einer Glasdurchflusszelle besteht und relativ unempfindlich gegenüber Verunreinigungen ist. Die Lichtstreuzele ist ebenfalls eine relativ einfache Durchflusszelle, jedoch führen hier Partikel oder Bakterien zu deutlichen Störeffekten. Bei dem Brechungsindex-Detektor ist zu beachten, dass auch die Referenzzelle bei jedem Laufmittelwechsel gespült wird (Purge). Der Viskositätsdetektor besitzt eine Verzögerungssäule diese hat ein Volumen von ca. 8-15 ml. Daher ist darauf zu achten, dass hier bei Wechseln des Laufmittels entsprechend lange gespült wird. Zusätzlich ist das Spülen (Purge) der Kapillaren zu den Druckaufnehmern nötig, da in diesen das Laufmittel nicht fließt sondern nur steht und den Druck weiterleitet. Luft im Viskositätsmesssystem führt aufgrund der empfindlichen Druckmessung zu den größten Störungen und ist am schwierigsten (langes Spülen mit entgastem Lösungsmittel) wieder zu beseitigen.

Wird ein Wechsel des Laufmittels durchgeführt, so sollte man zunächst das Pumpen-System spülen, dann die Trennsäulen und erst im nächsten Schritt die Detektoren wieder anhängen. Durch andere Lösungseigenschaften eines neuen Laufmittels besteht ansonsten die Gefahr, dass Ablagerungen auf der Säule sich lösen. Spült man diese direkt in den Abfall, so können sie nicht zu unerwünschten Effekten im Detektorsystem führen.

Schlussfolgerung

Das Abschalten eines GPC-Systems ist sehr stark abhängig von der Anwendung. Während reine organische Laufmittel am einfachsten zu handhaben sind, ist bei salzhaltigen Laufmitteln das umspülen auf salzfreie Laufmittel nötig um Kristallisation zu vermeiden. Bei wässrigen Systemen muss zusätzlich durch Zugabe von Methanol oder Ethanol die Verkeimung vermieden werden. Je nach Aufwand wird man daher ein System kürzer oder länger im Stand-by Modus bei kleiner Flussrate betreiben.

Author: Dr. Bernd Tartsch, Viscotek GmbH

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