

GPC/SEC mit Dreifachdetektion Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 3

Richtiger Aufbau eines GPC/SEC-Systems mit Dreifachdetektion

Problemstellung

Es wird eine GPC/SEC-Anlage mit Dreifachdetektion betrieben. Vor dem Umzug in ein anderes Labor ist die Anlage zum besseren Transport zerlegt worden. Nun sollen die drei Detektoren (Lichtstreuung, Viskositätsdetektor und Brechungsindexdetektor) wieder kombiniert werden.

Frage

Müssen die drei Detektoren in einer bestimmten Reihenfolge aufgebaut werden oder spielt es keine Rolle welcher Detektor wo steht?

Lösung

Besteht ein GPC/SEC-System mit Dreifachdetektion aus einzelnen Detektoren so ist beim Aufbau des Systems darauf zu achten dass die Detektoren in einer bestimmten Reihenfolge aufgebaut werden. Nur dann ist eine einwandfreie Funktionsweise der Gesamtanlage gewährleistet. Nach den Trennsäulen die ggf. in einem Säulenthemostaten untergebracht sind kommt zuerst der Lichtstreuendetektor. Wird auch noch ein UV-Detektor verwendet so wird dieser vor dem Lichtstreuendetektor als erster Detektor eingebaut. Schon an diesem Punkt ist darauf zu achten dass nach dem Injektor (Autosampler oder manuelles Ventil) nur analytische Kapillaren mit kleinem Innendurchmesser (0,25 mm) verwendet werden um den Effekt der Bandenverbreiterung minimal zu halten. Nach dem Lichtstreuendetektor wird ein T-Stück eingebaut so dass der Fluss ca. je zur Hälfte in zwei Arme aufgeteilt wird. In den einen Arm wird der Viskositätsdetektor eingebaut, in den anderen Arm der Brechungsindexdetektor (RI). Im Idealfall wird der Fluss durch die Wahl von geeigneten Kapillarlängen vor den Detektoren so aufgeteilt dass 55-60% durch den Viskositätsdetektor laufen und 40-45% durch den RI. Nach den Detektoren werden die beiden Arme wiederum mit einem T-Stück wieder zusammengeführt. Danach sollte eine Kapillare in ein Abfallgefäß führen. Hier ist darauf zu achten dass nach den beiden Detektoren (Viskositätsdetektor und RI) nur noch Kapillaren mit großem Innendurchmesser (1 mm)

verwendet werden und die Kapillare im Abfallgefäß nicht tropft sondern in den Laufmittelabfall eintaucht.

Grund für den parallelen Aufbau von Viskositätsdetektor und RI ist im Wesentlichen die Tatsache dass weder der RI-Detektor noch der Viskositätsdetektor einen Rückdruck haben sollten. Bei nahezu jedem handelsüblichen RI-Detektor besteht die Gefahr dass bei zu hohem Rückdruck das dünne Trennglas zwischen statischer Referenzzelle und durchspülter Messzelle bricht. Beim Viskositätsdetektor hingegen würde ein zu hoher und ggf. instabiler Rückdruck zu Verfälschungen des Messsignals führen (der Viskositätsdetektor ist physikalisch gesehen ein sehr empfindliches Druckmesssystem). Daher müssen beide Detektoren am Ende stehen was zwangsläufig zu einem parallelen Aufbau führt. Weitere Probleme bei einem seriellen Aufbau sind z. B. die Tatsache dass wiederum bei nahezu jedem handelsüblichen RI-Detektor die Ausgangskapillare im Gerät einen großen Innendurchmesser hat. Dies würde dazu führen dass bei einem nachgeschalteten Viskositätsdetektor eine erhebliche Bandenverbreiterung zu beobachten wäre, welche die Qualität und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse beeinträchtigt.

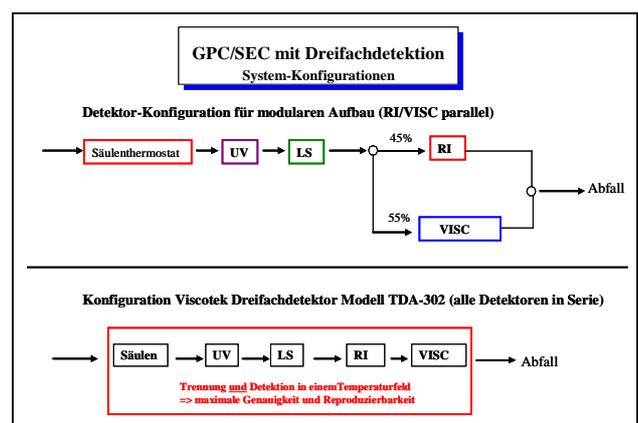


Abb. 1: Aufbau von modularen und integrierten GPC/SEC-Systemen mit Dreifachdetektion

GPC/SEC mit Dreifachdetektion

Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 3

Würde man hingegen den Viskositätsdetektor vor den RI bauen dann hätte man im RI-Detektor ebenfalls die Bandenverbreiterung des Viskositätsdetektor und – was noch viel schwerer wiegt – außerdem auch nur die halbe Konzentration der Probe da die zweite Hälfte der Probe in der Verzögerungskolonne des Viskositätsdetektors zurückgehalten wird und erst später eluiert.

Das einzige am Markt verfügbare System mit Dreifachdetektion bei dem alle Detektoren in Serie geschaltet sind ist der Viscotek Dreifachdetektor Modell TDA 302. Hier sitzt der RI-Detektor nach dem Lichtstreuendetektor und vor dem Viskositätsdetektor. Die Zelle des RI-Detektors ist ausreichend druckstabil gebaut und natürlich weist die Kapillare am RI-Ausgang einen kleinen Innendurchmesser auf, so dass alle diskutierten Probleme umgangen wurden. Da weiterhin auch noch die Trennsäulen integriert sind und der gesamte Innenraum des Detektors auf +/- 0,1°C genau temperierbar ist (bis 80°C) bietet dieser integrierte Detektor ein bislang unerreichtes Höchstmaß an Sensitivität und Reproduzierbarkeit.

Schlussfolgerung

Baut man ein GPC/SEC-System mit Dreifachdetektion unter Verwendung einzelner Detektoren auf so ist man aus physikalischen Gründen gezwungen den Viskositätsdetektor und den RI-Detektor parallel zu schalten. Da dann zwar noch immer die volle Probenkonzentration durch beide Detektoren läuft aber nur die halbe Probenmenge bei halbiertem Fluss ist die Signalqualität vor allem beim Viskositätsdetektor geringer als dies bei vollem Fluss und gesamter Probenmenge der Fall ist. Eine serielle Schaltung aller Detektoren wie dies im Viscotek Dreifachdetektor Modell TDA 302 realisiert wurde ist daher in jedem Fall zu bevorzugen.

Author: Dr. Gerhard Heinzmann, Viscotek GmbH

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