

Woher kommt der Peak?

Problemstellung Der Standarddetektor in der GPC/SEC ist der Brechungsindexdetektor (RI). Dieser zeigt oft im niedermolekularen Bereich viele Peaks, unter anderem auch negative Peaks. Der Anwender muss bei der Auswertung nun beurteilen, welche Peaks aus der Probe resultieren und was System- oder Geisterpeaks sind.

Frage Wie erkennt und wie minimiert man Systempeaks?

Antwort Systempeaks können sehr leicht durch Injizieren des reinen Laufmittels (Blind-Probe, am besten entnommen aus der Lösemittelvorratsflasche) identifiziert werden. Wichtig für die Blind-Probe ist, dass diese genauso behandelt wird wie die eigentlichen Proben. Werden die Proben filtriert, dann sollte auch die Blind-Probe filtriert werden. Auf diese Weise identifiziert man auch Peaks, die aus der Probenvorbereitung resultieren.

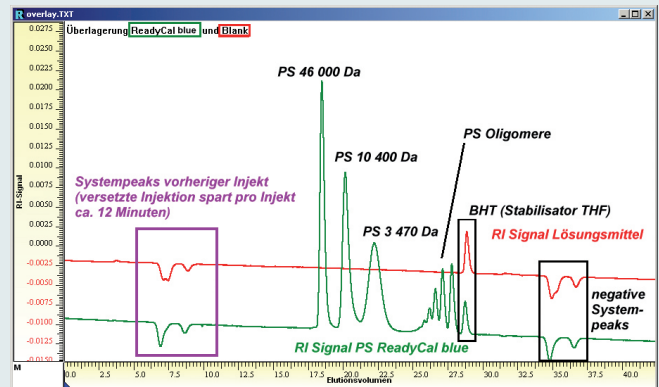
Die Abbildung zeigt die Überlagerung der RI-Signale einer Blind-Probe und einer Proben-Mischung aus vier verschiedenen Polystyrolstandards mit unterschiedlicher Molmasse. In der Überlagerung zeigen sich deutlich die beiden (typischen) negativen Systempeaks des RI-Detektors, sowie ein weiteres Signal, das als BHT (3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxytoluol) identifiziert werden kann. BHT ist ein häufig verwendetes Antioxidans und wird unter anderem auch als Stabilisator in THF verwendet. Ein Hinweis darauf, dass es sich tatsächlich um BHT handelt, erhält man dadurch, dass Laufmittel entnommen wird und diesem etwas BHT zugesetzt wird. Findet man beim Injizieren dieser Probe keinen weiteren Peak und nimmt die Peakfläche des ersten Peaks zu, dann sind das Hinweise auf eine richtige Interpretation der Chromatogramme.

Ähnlich kann man vorgehen, wenn vermutet wird, dass Restlösemittel, Restmonomer oder Restinitiator aus dem Polymerisationsprozess niedermolekulare Signale erzeugen. Injiziert man diese als verdünnte Probe (Konzentration beachten), so können Rückschlüsse auf die vorkommenden Peaks gezogen werden. Wird der RI-Detektor durch Bestimmung der Response-Faktoren kalibriert, ist auch eine Konzentrationsbestimmung möglich.

Systempeaks können minimiert werden, indem der Anwender einige Punkte beachtet:

- Wesentlich ist die Lösungsmittelqualität. Systempeaks können auch mit der Zeit auftauchen bzw. intensiver werden. Dann

DR. DANIELA HELD, PSS



1 Überlagerung der Blind-Probe (rot) mit einer Proben-Mischung unterschiedlicher Polystyrolstandards PSS ReadyCal blue. (Messbedingungen: Detektion: Security RI-Detektor, Laufmittel: THF, Säulenkombination: PSS SDV 3 µm 50 Å, 100 Å, 1000 Å plus Vorsäule)

ist es wichtig, das Laufmittel zu ersetzen. Zusätzliche Entgungung kann ebenfalls helfen.

- Für die Probenvorbereitung sollte immer das Lösungsmittel aus der Vorratsflasche verwendet werden. So stellt man sicher, dass Laufmittel und Lösemittel der Proben dieselbe Qualität haben.

- Zum Spülen der Nadel/Schleife des Injektors (durch den Autosampler, aber auch bei manueller Injektion) sollte ebenfalls das Lösungsmittel aus der Vorratsflasche verwendet werden.

- Fritten und/oder Dichtungen sollten regelmäßig, z.B. bei der Wartung der Geräte, gewechselt werden.

Fazit

- Ein oder mehrere (negative) Systempeaks sind für RI-Detektion normal.

- Eine Blind-Probe hilft, Systempeaks zu identifizieren.

- Zur Probenvorbereitung sollte das Lösungsmittel aus der Vorratsflasche verwendet werden.

- Das Laufmittel sollte von sehr guter Qualität sein und regelmäßig ausgetauscht werden.

Alle bisher erschienenen Tipps & Tricks finden Sie online unter www.laborpraxis.de/tippsandtricks.

+49 (0) 61 31 / 9 62 39 - 0

Thema der nächsten Ausgabe: Wie verbessert man die Basislinienstabilität?