

# GPC Tipps & Tricks, Folge 67

## Andere Labors – unterschiedliche Ergebnisse?

DR. DANIELA HELD, PSS

### PROBLEMSTELLUNG

GPC/SEC wird gerade in der Eingangs- und Ausgangskontrolle von Edukten und Produkten eingesetzt. Dabei kommt es öfter vor, dass unterschiedliche Laboratorien unterschiedliche numerische Ergebnisse und Abbildungen erhalten.

### FRAGE

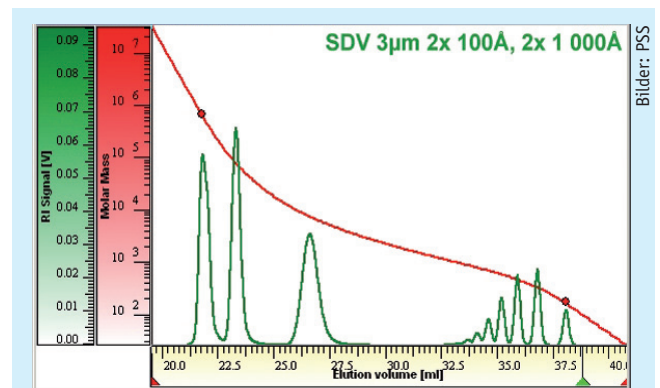
Was kann die Ursache für diese Unterschiede sein, welche Ergebnisse können überhaupt verglichen werden und wie sorgt der Anwender für bestmögliche Vergleichbarkeit?

### ANTWORT

Die primäre Information, die eine GPC/SEC-Messung liefert, ist die gemessene Signalintensität zu einem bestimmten Elutionsvolumen. In diesem Fall spricht man von den Rohdaten oder Elugramm. Aus den basislinienkorrigierten Rohdaten erhält man mit der Zusatzinformation „Molmasse am Elutionsvolumen“ die Molmassenverteilung sowie die Molmassenmittelwerte.

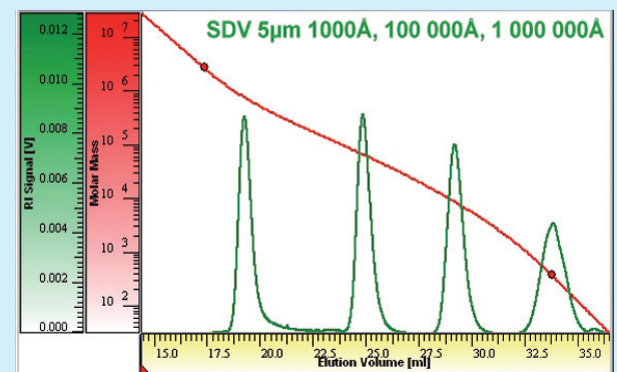
Für die Rohdaten gilt: Diese gemessenen Daten hängen sowohl von der Probe selbst als auch vom verwendeten System ab. Einfluss auf die optische Erscheinung der Rohdaten haben hauptsächlich die eingesetzten Trennsäulen. Abbildung 1 zeigt die RI-Signale nach der Trennung einer Probe bestehend aus vier Polystyrolstandards (PS) mit Molmassen von  $M_p=374$  bis  $2540000$  Da auf zwei verschiedenen Säulenkombinationen, nebst den zugehörigen Kalibrationskurven. Dabei unterscheiden sich die beiden Säulenkombinationen bezüglich des optimalen Molmassenbereichs. Die Kombination  $2 \times 100$  und  $2 \times 1000$  ist ausgelegt für eine gute Trennung im Oligomerbereich. Hier erkennt man in Abbildung 1a die gute Auftrennung des oligomeren PS in die einzelnen Polymerisationsgrade P2 bis P7. Dafür sind die beiden hochmolekularen PS nicht mehr eindeutig basisliniengetrengt. Völlig anders sehen die Rohdaten für dieselbe Probe aus, wenn man einem Säulensatz optimiert für einen mittleren Molmassenbereich (s. Abb. 1b) verwendet. Hier sieht man für die Oligomermischung keine Auftrennung in die einzelnen Polymerisationsgrade, dafür ist die Trennung der höhermolekularen Proben deutlich besser. Nach Kalibration des Systems inklusive der Säulen erhält man dann die Molmassenverteilung und die Molmassenmittelwerte. Wird die Kalibration (und die Auswertung) korrekt durchgeführt, dann sollte man für die untersuchten Proben (unabhängig vom Säulensatz) im Rahmen der typischen GPC/SEC-Fehler vergleichbare Ergebnisse erhalten.

Damit ist klar, dass bei Vergleichen mit anderen Laboratorien stets die Molmassenmittelwerte und -verteilungen verglichen werden sollten. Um die Vergleichbarkeit möglichst hoch zu halten, empfiehlt es sich mit den gleichen Trennsäulen und Kalibrierstandards zu arbeiten, wenn möglich auch mit den gleichen Geräten und der Auswertesoftware. Um geringstmögliche Abweichungen zu erhalten, kann man auch eine bestimmte Säulencharge reservieren. Arbeitet man mit Lichtstredetektoren ist



Bilder: PSS

1a Auftrennung des oligomeren PS in die einzelnen Polymerisationsgrade P2 bis P7.



1b Messung mit einem Säulensatz optimiert für einen mittleren Molmassenbereich

eine detaillierte SOP wichtig, die genau die Lichtstremethode und die Vorgehensweise zur Konzentrationsbestimmung beschreibt. Zudem ist es wichtig, dass dieselben probenspezifischen Auswerteparameter z.B.  $dn/dc$  verwendet werden.

### FAZIT

- Rohdaten/Chromatogramme eignen sich nur bedingt zum Vergleich von Daten verschiedener Laboratorien. Hier sollten die Molmassenverteilung und -mittelwerte herangezogen werden.
- Abweichungen sind dann am geringsten wenn dieselben Trennsäulen und Kalibrationsstandards verwendet werden.
- Die Reservierung einer Säulencharge gibt zusätzliche Sicherheit für kritische Applikationen.
- Bei Lichtstredetektion sollte dieselbe Konzentrationsbestimmungsmethode und dieselben probenspezifischen Parameter verwendet werden.

Alle bisher erschienenen Tipps & Tricks finden Sie online unter [www.laborpraxis.de/tippsandtricks](http://www.laborpraxis.de/tippsandtricks). In der nächsten Ausgabe geht es um wahre Molmassen für Oligomere mit GPC/SEC-MS-Kopplung.