

Schnelle Hilfe bei Druckeranstieg

DR. GÜNTER REINHOLD, PSS

Problemstellung

Das häufigste Problem, das bei Flüssigchromatographie-Geräten auftritt, ist ein ansteigender Systemdruck. Der Druckeranstieg kann plötzlich nach der Probeninjektion auftreten oder aber schleichend erfolgen.

Frage

Was kann die Ursache für einen zu hohen Druck sein und wie kann man selbst Abhilfe schaffen?

Antwort

Ein Anstieg des Systemdrucks kann mehrere Ursachen haben. Im ersten Schritt sollte geprüft werden, ob die Chromatographie-Anlage auch ohne Säulen einen zu hohen Druck aufweist. Ist dies der Fall, muss systematisch geprüft werden, an welcher Stelle im System der hohe Druck auftritt. Dazu nimmt man vom Ende her immer mehr Komponenten aus dem System heraus, bis die Komponente identifiziert ist, die den hohen Druck aufbaut. Eventuell müssen dann eingebaute Filter, Kapillaren oder Teile des Injektionssystems ausgetauscht werden.

Ist die Anlage in Ordnung, wird jede einzelne Säule in der Reihenfolge des Einbaus (also Vorsäule, erste Säule usw.) geprüft und mit den im Zertifikat angegebenen Drücken verglichen. So kann die Säule identifiziert werden, die für den zu hohen Druck verantwortlich ist.

Insofern das Säulenmaterial nicht stark quillt, ist der Säulendruck in der GPC proportional zur Viskosität des Eluenten. Jeder Druckeranstieg, der auf eine Säule zurückzuführen ist, bedeutet, dass sich auf der Fritte am Säulenein- oder am Säulenausgang Ablagerungen gebildet haben oder dass Probenmaterial mechanisch oder absorbtiv am Gelbett festgehalten wird. Die Ablagerungen können z.B. aus Probenmaterial, Abrieb der Kolbendichtungen oder Eluenten-Verunreinigungen resultieren.

Ablagerungen von Probenpartikeln auf dem Säulenmaterial lassen sich möglicherweise mit unterschiedlichen Lösungsmitteln entfernen. Dabei kommen sowohl wässrige Lösungsmittel (veränderte Ionenstärke, veränderter pH-Wert oder unpolare Lösungsmittel) als auch organische Lösungsmittel (z.B. THF oder unpolare Lösungsmittel mit anderer Polarität als Toluol oder kurzzeitig auch Chloroform) in Frage.

Ist der Druck nach Injektion einer Probe stark angestiegen, kann (je nachdem welche funktionellen Gruppen in der Probe vorhanden sind) auch mit THF-Gemischen mit 0,1 bis 0,5 Prozent Trifluoressigsäure oder 0,1 bis 0,5 Prozent niedermolekularem Amin gewaschen werden. Wichtig ist, dass alle Wasch-

schritte ohne Detektoren (also mit freiem Säulende) durchgeführt werden, damit diese nicht verstopfen.

Liegt die Ursache des Druckeranstiegs in Ablagerungen auf einer Fritte, wird die Säule entgegen der Flussrichtung in die Anlage eingebaut und mit einem Fluss von 0,1 ml/min für etwa zehn Minuten gespült (später kann der Fluss auch erhöht werden). Dabei wird die Säule senkrecht nach unten angebracht, damit festgehaltene Teilchen ablaufen können. Bringt dies keinen Effekt, ist die Verunreinigung entweder sehr fest im Frittenmaterial verankert oder die Fritte am Säulenausgang enthält Ablagerungen.

Solche Ablagerungen am Säulende können entstehen, wenn die Probe Mikrogele enthält oder kleine unlösliche Anteile existieren. Bei der Injektion werden diese Anteile durch den hohen Druck am Säulenanfang komprimiert und passieren die Eingangsfritte. Da es entlang der GPC-Säule einen Druckabfall gibt, der besonders am Säulende ausgeprägt ist, expandieren diese Anteile wieder und führen zu einer Verstopfung im Säulenbett oder auf der Ausgangsfritte. In diesem Fall hilft bei GPC-Säulen ein Frittenwechsel. Dazu benötigt man einen Säulenkopf, einen so genannten Fittingadapter, eine Fritte und Reparaturgel. Wird der Säuleneingang geöffnet, sollte man auch beobachten, ob es Verfärbungen oder Verkrustungen auf dem Gelbett gibt. Ist dies der Fall, kann man vorsichtig etwa ein Millimeter Gelmaterial entfernen und mit dem Reparaturgel einen kleinen Dom auf dem Säulenbett präparieren. Die Fritte wird dann ersetzt, die Säule verschlossen und so an die Pumpe angeschlossen, dass der reparierte Teil am Ende liegt. Mit 0,1 ml/min werden eventuell eingebrachte Luftblasen heraus gespült. Danach wird die Säule in Flussrichtung eingebaut und getestet.

Fazit

Ein hoher Druck kann seine Ursache im System selbst oder in den Säulen haben. Sind die Säulen der Grund, können Ablagerungen auf dem Gelbett oder eine verstopfte Fritte die Ursache sein. Ablagerungen auf dem Gelbett lassen sich eventuell durch Spülen der Säulen (ohne Detektor) entfernen. Bei Ablagerungen auf der Fritte kann diese ausgetauscht werden.

+49 (0) 61 31 / 9 62 39 - 90

In der nächsten Ausgabe geht es um alternative Kalibrierverfahren für die GPC.

laborpraxis.de

InfoClick
277067