

FRIEDHELM GORES, PSS

Wochenende und Ferien – was passiert mit der GPC-Anlage?

Problemstellung

Oft stellt sich der Anwender die Frage, ob es sinnvoll ist, eine GPC-Anlage über das Wochenende abzuschalten, insbesondere wenn in der kommenden Woche wieder Proben zur Messung anstehen. Wieviel Zeit verliert man auf der einen Seite durch eine Wiederinbetriebnahme und Neu-Equilibration der Trennsäulen und welche Kosten kann man auf der anderen Seite durch ein komplettes Abschalten einsparen?

Frage

Wann ist es sinnvoll, die GPC-Anlage komplett auszuschalten und was muß man bei der Wiederinbetriebnahme beachten? Gibt es Möglichkeiten den Zeitaufwand der Wiederinbetriebnahme zu minimieren?

Antwort

Pauschal kann die Frage nicht beantwortet werden, da je nach Problemstellung die GPC mit verschiedenen Elutionsmitteln und auch mit unterschiedlichen Detektoren betrieben wird. Auch Sicherheitsaspekte wie Leckagen oder Druckaufbau spielen eine wichtige Rolle, wenn Geräte über das Wochenende unbeaufsichtigt arbeiten. In der Praxis hat sich gezeigt, dass es in den meisten Fällen besser ist, eine GPC-Anlage über das Wochenende in Betrieb zu belassen. Selbst die Flussrate der Pumpe wird nur in Ausnahmefällen reduziert, die mobile Phase wird dabei im Kreis gefahren. Nur die Gerätekomponenten, die nach Einschalten sofort betriebsbereit sind (z.B. Autosampler, UV-Detektoren, ELSD) werden ausgeschaltet. Säulenthmostate, Brechungsindex-Detektoren, Viskositäts- und Lichtstreuendetektoren bleiben betriebsbereit. Bei diesen Geräten sollten jedoch die Sicherheitsfeatures aktiviert sein.

Ausnahmen sind die Hochtemperatur-GPC, die üblicherweise in Trichlorbenzol bei 145 °C betrieben wird, und die GPC mit Lösungsmitteln mit hoher Salzfracht (z.B. DMAc mit LiBr). Ein Eluent-Recycling ist nicht empfohlen. Hier wird zur Lösemittel-einsparung die Flussrate von nominell 1,0 auf 0,1 ml/min reduziert.

Erst wenn abzusehen ist, dass das GPC-Instrument doch über einen längeren Zeitraum (ab einer Woche) nicht im Betrieb sein wird, rechnet sich ein komplettes Abschalten. Dabei ist zu beachten, dass sowohl die GPC-Säulen als auch alle Eluentenwege mit einem inerten Lösungsmittel benetzt sind (salzfrei, keine korrosiven Lösungsmittel). Die GPC-Säulen werden ausgebaut, fest mit den zugehörigen Stopfen verschlossen und kühl aufbewahrt.



1 Das komplette Herunterfahren einer GPC-Anlage lohnt sich in der Regel erst ab einem Zeitraum von mehr als einer Woche.

Wiederinbetriebnahme: Selbst wenn die GPC-Anlage mit reduziertem Fluss (z.B. 0,1 ml/min) betrieben wurde, muß nach erfolgtem „Hochfahren“ die Zeit zum Equilibrieren der Trennsäulen eingehalten werden, bevor mit den Messungen begonnen werden kann. Erst wenn ein konstanter Quellungsstatus der Säulen erreicht ist, sind reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen. Zur Überprüfung kann ein interner Standard dienen, dessen Peakposition bei konstanter Flussrate von Injekt zu Injekt gleich sein sollte. Wenn jedoch eine Verschiebung des internen Standards beobachtet wird, ist dies in der Regel auf einen noch nicht erreichten thermodynamisch stabilen Gelzustand zurückzuführen. Dagegen führen instrumentell bedingte Flussschwanken, die natürlich auch einen Einfluss auf die Peakposition des internen Standards haben, zu einer zufälligen Abweichung.

Fazit

- Ein komplettes Abschalten einer GPC-Anlage über das Wochenende ist nicht sinnvoll.
- Eluent im Kreis zu fahren ist möglich (Ausnahme: HT-GPC und Lösungsmittel mit hoher Salzfracht).
- Reduzierung der Flussrate/Säulentemperatur ist bei Eluenten, die zur Zersetzung neigen, zu empfehlen.
- Das Equilibrieren der GPC-Säulen unter konkreten Messbedingungen ist von hoher Wichtigkeit.

+49 (0) 61 31 / 962 39-31

InfoClick

228559

Die nächste Ausgabe beschäftigt sich mit Reproduzierbarkeit, Genauigkeit und Wiederholbarkeit.