

Liebe Leser, die 17. Ausgabe der GPC Tipps & Tricks beschäftigt sich mit der Säulenperformance in der GPC. Die nächste Ausgabe stellt die Frage, wozu man breite Standards in der GPC benötigt.
Autor: Dr. Thorsten Hofe, PSS

Überprüfen der Säulenperformance

Problemstellung

Sie haben die GPC-Säule schon längere Zeit in Betrieb und wollen sicher stellen, dass die Säule noch ihren Anforderungen entspricht.

Frage

Wie kann die Performance einer GPC-Säule im laufenden Betrieb überprüft werden? Wie kann beurteilt werden ob die Säule noch weiter einsetzbar ist?

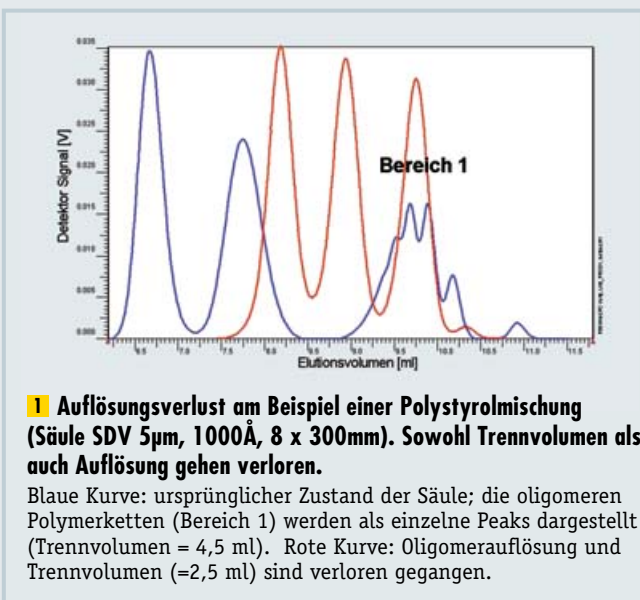
Antwort

Eine GPC-Säule ist ein technologisch hochwertiger „Gebrauchsgegenstand“ der einem natürlichen Verschleiß unterliegt. Werden GPC-Säulen entsprechend der Herstellerangaben (Lösungsmittel/Lösungsmittelwechsel, Temperatur, Druck, Probentyp, Lagerung) eingesetzt, so sind diese sehr langlebig. Bei fehlerhafter oder unsachgemäßer Anwendung bezüglich der oben genannten Parameter können die Säulen aber sehr schnell ihre Eigenschaften verlieren. Die GPC hängt aber ganz entscheidend von der über einen langen Zeitraum gleichbleibenden Performance der verwendeten Säule(n) ab.

Es ist daher sehr hilfreich, die GPC-Säulen regelmäßig auf ihre Leistungsfähigkeit zu untersuchen. Hilfreiche Kriterien zur Beurteilung der Säulenperformance sind die Bodenzahl, Asymmetrie und die spezifische Auflösung der Peaks.

Sind Bodenzahl und spezifische Auflösung vergleichbar zum Beginn der Säulenbenutzung, so kann die Säule weiter benutzt werden. Haben sich die Kenndaten um mehr als 30 Prozent verschlechtert, ist jede Säule einzeln zu testen. Wenn die Auflösung oder die Resolution auf die Hälfte des Ausgangswertes abgesunken ist, ist es empfehlenswert, die Säulen zu ersetzen.

Je kleiner die Partikelgrößenverteilung und je besser die Packungsgüte, desto höher ist die gemessene Bodenzahl N . Zur Bestimmung der Bodenzahl werden Elutionszeit und Halbwertsbreite des Peaks in Relation gesetzt (Gleichung 1). Je höher die gemessene Bodenzahl ist, desto geringer ist die Bandenverbreiterung der Peaks. Die Bodenzahl N muss bei der Beschreibung einer Säule streng von der spezifischen Auflösung R_{sp} unterschieden werden. Eine hohe Bodenzahl ist eine notwendige Voraussetzung um



1 Auflösungsverlust am Beispiel einer Polystyrolmischung (Säule SDV 5µm, 1000Å, 8 x 300mm). Sowohl Trennvolumen als auch Auflösung gehen verloren.

Blaue Kurve: ursprünglicher Zustand der Säule; die oligomeren Polymerketten (Bereich 1) werden als einzelne Peaks dargestellt (Trennvolumen = 4,5 ml). Rote Kurve: Oligomerauflösung und Trennvolumen (=2,5 ml) sind verloren gegangen.

eine gute Säulenperformance zu gewährleisten, aber kein hinreichendes Kriterium. Für die Auflösung in einem bestimmten Trennbereich steht die Porengrößenverteilung und das Porenvolumen einer Säule im Vordergrund.

Fazit

- Die Performance einer Säule muss regelmäßig überprüft werden.
- Die besten Prüfkriterien sind die Bodenzahl und die spezifische Resolution.
- Die Bodenzahl beschreibt die Packungsgüte, die spez. Resolution die Porengrößenverteilung bzw. das Porenvolumen und somit die Trennkapazität in einem bestimmten Trennbereich.
- Bei 50 Prozent Performanceverlust sollten die Säulen ausgetauscht werden.

☎ Tel. +49 (0 61 31) 9 62 39 - 31

InfoClick

175365