

Welche Detektorreihenfolge ist sinnvoll?

DR. DANIELA HELD

Problemstellung

Der Informationsgehalt von GPC/SEC-Messungen kann durch Kombination von Detektoren beträchtlich erhöht werden.

Frage

Welche physikalischen Randbedingungen gibt es für die Detektorkombination? In welcher Reihenfolge werden die GPC/SEC-Detektoren am besten angeschlossen, um optimale Ergebnisse zu erzielen?

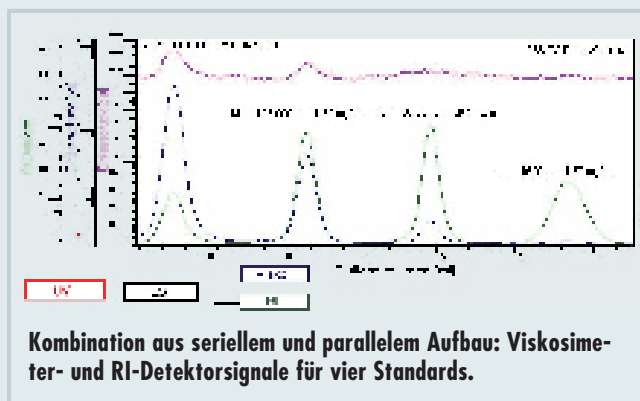
Antwort

Detektoren können entweder seriell oder mit Hilfe eines oder mehrerer T-Stücke parallel kombiniert werden. Um Bandenverbreiterung durch die Detektoren zu vermeiden, ist normalerweise eine parallele Detektoranordnung vorzuziehen. Diese hat allerdings den Nachteil, dass durch das Teilen des Flüssigkeitsstroms die zu detektierende Masse geringer wird. In der Praxis hat sich bei Multidetektorsystemen eine Kombination aus parallelem und seriellm Aufbau bewährt. Sind nur wenige Detektoren, z.B. nur UV und RI, zu kombinieren, wird generell der splitfreie serielle Aufbau benutzt. Eine Korrektur des Interdetektorvolumens (Versatzkorrektur) ist bei beiden Ansätzen notwendig.

Generell muss zwischen reinen Durchflussdetektoren und Detektoren, die die mobile Phase zerstören, unterschieden werden. Verdampfungslichtstreuendetektoren (ELSDs) und FTIR/MALDI-Interfaces sind typische Detektoren, bei denen die mobile Phase zerstört wird. Diese Detektoren müssen immer an das Ende des kompletten Setups und eventuell über einen Split eingebunden werden. Bei der Kombination von reinen Durchflussdetektoren sind verschiedene Randbedingungen zu beachten:

- Wieviel Rückdruck hält die Detektorzelle aus.
- Wirkt sich Rückdruck auf das Detektorsignal aus.
- Wieviel trägt das Kapillarvolumen im Detektor und die Detektorzelle zur Bandenverbreiterung bei.

Detektoren, die viel Rückdruck aushalten und ein geringes Zellvolumen haben, sind UV-Detektoren und Diodenarraydetektoren (DAD). Diese werden daher generell als erster Detektor im Setup eingesetzt. Lichtstreuendetektoren (LALLS, MALLS, RALLS-Detektoren) haben meist sehr druckstabile Zellen, die allerdings ein deutlich größeres Volumen haben. Daher folgen sie in einem Setup mit Lichtstreuendetektoren meist nach dem UV/DAD. Zellen von Brechungsindexdetektoren (RI) sind wenig druckstabil. Daher sollten RI-Detektoren generell als letzter Detektor am Ende eines Setups angeschlossen werden. Interessant wird es, wenn zusätzlich ein Viskosimeter angeschlossen



Kombination aus seriellm und parallelem Aufbau: Viskosimeter- und RI-Detektorsignale für vier Standards.

sen werden soll. Viskosimeter haben ein druckabhängiges Signal, tragen viel zur Bandenverbreiterung bei und sollten daher ebenfalls am Ende des Setups stehen. Hier schafft man Abhilfe, indem man ein T-Stück einsetzt und somit das Viskosimeter und den RI-Detektor parallel schaltet.

Die Verringerung der Substanzmenge ist dabei weder für empfindliche RI-Detektoren noch für leistungsfähige Viskosimeter ein Problem. Abb. 1 zeigt die Mess-Signale für einen gesplitteten Aufbau, bei der sowohl Viskosimeter als auch RI-Detektor auch noch bei niedrigen (aber GPC/SEC-typischen) Konzentrationen unter 2 mg/ml und trotz Splits sehr gute Signale liefern. Die Kenntnis des Splitverhältnisses ist übrigens für den Aufbau und die Auswertung unnötig. Wichtig für die Auswertung ist hingegen bei allen Systemen bei denen Detektorsignale kombiniert werden, die genaue Kenntnis des Versatzes zwischen den einzelnen Detektoren. Dieser wird in der Regel mit monodispersen Substanzen oder mit eng- und breitverteilten polymeren Referenzmaterialien genau bestimmt.

Fazit

- Detektoren können seriell und parallel kombiniert werden.
- Die genaue Kenntnis des Splitverhältnisses bei parallelem Aufbau ist nicht notwendig.
- Der Versatz zwischen den Detektoren muss bei Multidetektion genau bekannt sein.

+49 (0) 61 31 / 9 62 39 - 41

Die nächste Ausgabe beschäftigt sich mit negativen Detektorsignalen.

laborpraxis.de

InfoClick
267683