



Zug-, Druck-, Biege- und Hystereseversuchen unter Raumtemperatur, aber auch bei Einsatz einer Temperiereinrichtung, ermittelt werden. Der multiXtens ist besonders für Prüfmaschinen geeignet, die variabel und multifunktional für unterschiedlichste Prüfungen eingesetzt werden. Er deckt durch die hohe Präzision, den großen Verfahrensweg und durch den dritten Messschlit-

ten, der dem Anschluss eines Breitenänderungsaufnehmers und/oder Feindehnungsaufnehmers dient, ein großes Probenspektrum ab. Der multiXtens erfüllt die geforderten Genauigkeiten der Klasse 0,5-EN ISO

9513. Erwähnenswert ist vor allem die automatisierte Prüfanlage, die den Anwender nicht nur von Routineprüfungen entlastet, sondern auch die Prüfkosten senkt. Gesteuert und überwacht wird die gesamte

Prüfung von der universellen Prüfsoftware testXpert. Durch die hohe Positioniergenauigkeit der Probenzuführung werden subjektive Einflüsse durch den Bediener ausgeschlossen und die Reproduzierbarkeit der Prüfbedingungen gewährleistet.

K 2004: Halle 11, Stand B25

Fax: +49 (0 73 05) 10 - 2 00

InfoClick 135529

GPC Tipps & Tricks

Liebe Leser, diese Ausgabe beschäftigt sich mit der Signalintensität einer Probe. Die nächsten Folgen befassen sich mit Adsorptionsphänomenen in der GPC.
Autor: Dr. Thorsten Hofe, PSS

Warum ist mein Detektorsignal so klein?

Problemstellung

Der Peak bzw. die Signalintensität des Konzentrationsdetektors ist zu klein. Die Konzentration ist richtig gewählt.

Frage

Ist das Detektorsignal zu klein (zu kleiner Extinktionskoeffizient bei UV-Detektion bzw. zu kleines Brechungsinkrement bei RI-Detektion) oder ist die Wiederfindungsrate zu klein (d.h. Wechselwirkung der Probe mit der Säulenmatrix)?

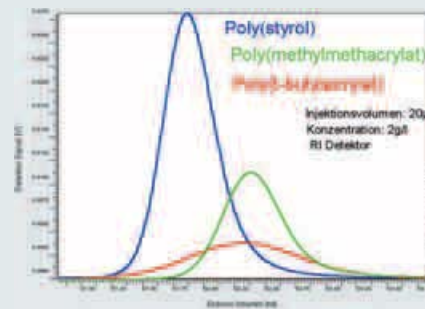
Antwort

Detektorintensität: Die Größe des Detektorsignals der Konzentrationsdetektoren (UV und RI) ist u.a. eine Funktion des Responsefaktors bezogen auf die untersuchte Probe.

Viele Polymere lassen sich nicht mit einem UV-Detektor detektieren, weil diese keine signifikante UV-Absorptionsbanden im UV-Wellenlängenbereich haben (Poly(olefine), Poly(isobutylene), Poly(diene)). Bei unbekanntem Polymeren sollte zuerst eine UV-Spektrum aufgenommen werden, um das Absorptionsmaximum zu bestimmen. Es muß jedoch sichergestellt werden dass das Lösungsmittel nicht die gleichen Absorptionsbanden wie das Polymer aufweist. Meist wird in wässrigen Systemen bei kleineren Wellenlängen ein größeres Signal erreicht. Beispiel: Für wässrige Eluenten wird dies durch Verwendung eines Phosphat-Buffers anstelle einer Natriumnitrat- oder Natriumsulfat-Lösung erreicht. Wird ein Brechungsindexdetektor (RI) eingesetzt, so ist das Detektorsignal vom spez. Brechungsindexinkrement dn/dc des Polymeren im betrachteten Eluenten abhängig. Haben zwei Polymere verschiedene dn/dc -Werte so unterscheidet sich auch die Detektor-Intensität. In THF ist das Detektorsignal eines RI-Detektors für Poly(styrol) zweimal größer als für Poly(methylmethacrylat) und sogar fast vier mal größer als für Poly(t-butylacrylat) (siehe Abbildung). Ist das Polymer in einem Lösungsmittel isorefaktiv (Poly(dimethylsiloxan) in THF) d.h. Brechungsindex von Polymer und Lösungsmittel sind fast identisch, wird kein Messsignal detektiert.

Durch geschickte Wahl des Lösungsmittels (RI und UV) oder der Wellenlänge (UV) kann die Signalintensität des zu untersuchenden Polymers verbessert werden.

Abb. Peakflächen unterschiedlicher Polymere als Funktion des Responsefaktors dn/dc . Alle Polymere wurden mit 2g/l eingewogen und mit 20 µl injiziert. Die Peakflächen unterscheiden sich im Verhältnis Poly(styrol)/Poly(methylmethacrylat)/Poly(t-butylacrylat): 1/0,48/0,28.



Wiederfindungsrate: Die Wiederfindungsrate wird am besten dadurch bestimmt, dass man anstelle einer Säule eine z.B. 1 Meter lange Kapillare verwendet. Vergleicht man die Peakfläche generiert mit einer Kapillare mit der einer Säule/Säulenkombination (Probenkonzentration, Injektionsvolumen, Flußrate und Eluent müssen gleich sein!), dann müssen diese identisch sein. Kleine Abweichungen sind zulässig, da die Kapillare keine oder nur eine schwache Trennung der Probe ermöglicht und mögliche Probenverunreinigungen oder Salzpeaks mitgemessen werden. Sind die Peakflächen nahezu gleich, ist die Wiederfindungsrate in Ordnung und es liegt keine irreversible Absorption der Gelmatrix vor.

Fazit

Ist das Detektorsignal bei richtiger Probenkonzentration zu klein, sollte die Wiederfindungsrate bestimmt werden.

Es muß sichergestellt werden, dass der Responsefaktor des Detektors für das betrachtete Polymer groß genug ist.

Eventuell muß nicht der Detektor sondern nur das Lösungsmittel gewechselt werden.

Fax: ++49 (0 61 31) 9 62 39 - 1

InfoClick

136393