

Wie verbessert man die Basislinienstabilität?

DR. DANIELA HELD, PSS

Problemstellung

In der GPC/SEC müssen oft breite Peaks detektiert werden, die gerade im niedermolekularen Bereich häufig Tailing zeigen. Um auch kleine Peaks zu erfassen und reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, ist deshalb eine stabile Basislinie außerordentlich wichtig.

Frage

Welche Maßnahmen kann man treffen, um eine stabilere Basislinie zu erhalten?

Antwort

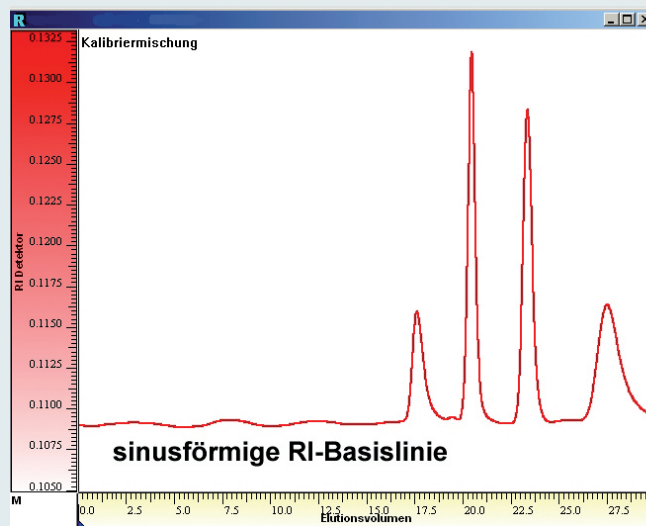
Die wichtigste Rolle für die Basislinienstabilität spielt die Lösungsmittelqualität. Generell gilt: Nur mit frischen, hochwertigeren, sauberen und gegebenenfalls entgastem Lösungsmitteln kann man auch eine stabile Basislinie erhalten.

In der Praxis beobachtet man oft zwei Fälle instabiler (RI)-Basislinien: eine stark driftende Basislinie oder eine wellenförmig verlaufende Basislinie.

Ein starker Drift im RI resultiert (bei geeigneter Lösungsmittelqualität) in den meisten Fällen aus einer nicht ausreichenden Equilibrierung des Systems. Nach einem Lösungsmittelwechsel braucht man mindestens drei Säulenvolumina, um das System ausreichend zu equilibrieren. Eventuell ist auch eine nicht ausreichend gespülte (gepurgte oder geflushte) RI-Referenzzelle die Ursache des Problems. In diesen Fällen hilft Abwarten bzw. erneutes Spülen der RI-Referenzzelle. Beobachtet man den starken Drift weiterhin und dauerhaft, sollte man klären ob der RI-Detektor auch für das verwendete Lösungsmittel geeignet ist.

Hilft das nicht bei der Behebung des Problems, dann könnten Temperaturschwankungen oder Zugluft im Labor verantwortlich sein. GPC/SEC-Anlagen sollten weder direkter Sonneneinstrahlung ausgesetzt sein, noch direkt am Fenster stehen. In manchen Fällen schafft ein Säulenofen hier Abhilfe, allerdings nur dann, wenn dieser auch eine stabile Temperierung bietet. Dasselbe gilt für Degasser: Auch hier können die Geräte Verbesserungen bringen, allerdings nur dann wenn diese zuverlässig mit den typischen GPC/SEC-Lösungsmitteln arbeiten.

Eine Ursache für den zweiten Fall – die wellenförmig (sinusförmig) verlaufende Basislinie – könnte zum einen ein Degasser sein, zum anderen Säulenöfen mit einer schlechten Temperierung. Testen kann man dies, indem man den Ofen ausschaltet bzw. den Degasser aus dem System nimmt (hier reicht manchmal das Abschalten des Gerätes zum Testen nicht aus).



1 Beispiel für eine sinusförmige RI-Basislinie. In diesem Fall war die Ursache die Laborklimaanlage, die in regelmäßigen Intervallen angesprochen ist – deutlich nachvollziehbar im RI-Signal.

Schafft dies keine Abhilfe, dann sollte man als nächstes die Pumpe untersuchen. Diese ist dann wahrscheinlich die Ursache, wenn das Phänomen bei abgeschalteter Pumpe nicht auftreten sollte. Auch eine eventuell vorhandene Klimaanlage kann eine sinusförmige schwankende Basislinie verursachen.

Fazit

- Die Lösungsmittelqualität ist für eine stabile Basislinie von außerordentlicher Bedeutung.
- Alle Geräte (Pumpen, Detektoren, Degasser, usw.) in einem GPC/SEC-System müssen kompatibel mit den typischen GPC/SEC-Lösungsmitteln sein.
- Je nach Art der Basislinienschwankung nimmt man verschiedene Komponenten aus dem System, um die Ursache zu identifizieren.

Alle bisher erschienenen Tipps & Tricks finden Sie online unter www.laborpraxis.de/tippsandtricks.

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

Thema der nächsten Ausgabe: Lösungsmittelqualität und Auswahl des geeigneten Lösungsmittels