

Neue „Einheit“ in der GPC

Die Charakterisierung von Makromolekülen ist aufgrund ihrer u.a. strukturellen und/oder funktionellen Uneinheitlichkeiten eine Herausforderung für jeden Analytiker. Die Auswahl der geeigneten Analysenmethode ist dabei von entscheidender Bedeutung.

DANIELA HELD*

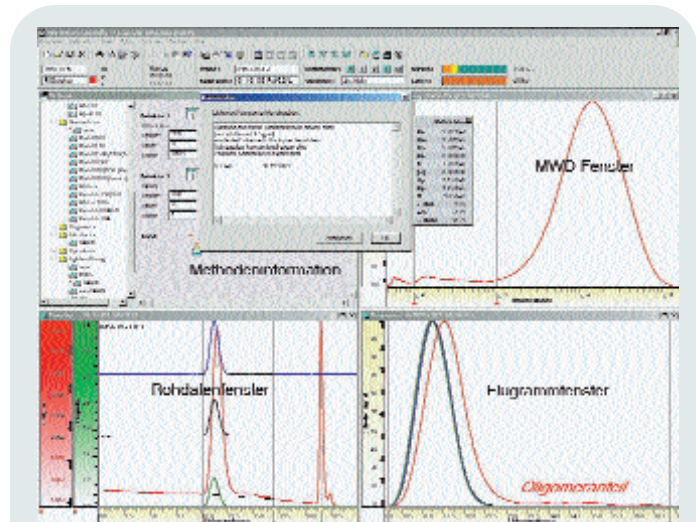
Synthetische und Bio-Polymere stellen im Unterschied zu niedermolekularen Substanzen physikalische Mischungen unterschiedlicher Moleküle dar, die keine einheitlichen Eigenschaften besitzen. Innerhalb dieser Mischungen ist der Molekulargewichtsunterschied der bekannteste, aber nicht der einzige. Es existieren in vielen Fällen noch chemische, topologische, strukturelle und/oder funktionelle Uneinheitlichkeiten [1].

Flüssigchromatographische Methoden geben dem Anwender die Möglichkeit, sich Polymereigenschaften gezielt anzuschauen, um Synthesen zu optimieren, Haupt- und Nebenbestandteile zu analysieren oder Unterschiede zwischen verschiedenen Proben zu verstehen. Bei vielen Fragestellungen reicht in der Regel eine gezielte Analyse aus. In der Qualitätskontrolle liefert beispielsweise die konventionelle GPC sicher und schnell alle wesentlichen Informationen und Ergebnisse [2]. Sind die zu untersuchenden Produkte jedoch komplexer aufgebaut, sind nur wenige Informationen bekannt oder die Fragestellung unklar, dann kann eine Kombination der verschiedenen Verfahren sinnvoll sein [3]. Um Verzweigungen zu charakterisieren, die oft die Ursache für unterschiedliche Verarbeitbarkeit sind, bieten sich GPC-Kopplungsmethoden wie Online-Viskosimetrie oder Online-Lichtstreuung an. Tabelle 1 gibt einen kurzen Überblick über verschiedene flüssigchromatographische Verfahren und deren Anwendungsgebiete. Die Kombination von Ergebnissen aus den zur Verfügung stehenden Analysenmethoden war bisher zum Teil recht aufwändig, da für viele Verfahren Spezialdetektoren benötigt werden, die nicht von einem übergreifenden Datensystem unterstützt wurden. Mit PSS

WinGPC Unity steht jetzt ein Datensystem zur Verfügung, das als MCDS (Macromolecular Chromatography Data System) alle flüssigchromatographischen Methoden zur Polymercharakterisierung vereint.

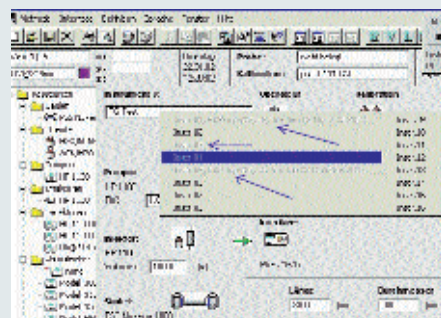
Anwendung und Vorteile

Bei der Organisation von Arbeitsabläufen in der Analytik haben sich in vielen Bereichen integrierende Datensysteme durchgesetzt, da diese den Benutzern und Betreuern des Systems Vorteile bieten [4]. Alle Analysen zu einer Probe werden in einem solchen System an einer Stelle zentral verwaltet und behandelt. Eine Kombination von Ergebnissen ist daher leicht möglich ohne dass aufwändige Import/Export-Funktionen angewendet und deren Abläufe kontrolliert werden müssen. Der Lernaufwand bei der Integration von neuen Methoden ist gering, da die generelle Softwareoberfläche sowie die Arbeitsweise bereits bekannt sind und der Anwender sich auf die neue Methode konzentrieren kann. Sind Standardauswerteprozeduren vorhanden, dann ist auch eine Übertragung von Aufgaben untereinander einfach. Vorteile entstehen auch bei der Nutzung der Rechnerinfrastruktur. Die Problematik, dass verschiedene Programme nicht auf demselben PC laufen können wird umgangen. Es muss nicht mehr für jedes spezielle Auswerteverfahren und für



1 PSS WinGPC Unity Datenanalyse

Nachdem die Probe gemessen wurde entscheidet der Anwender, welche Auswertemethode (konventionell oder Kopplung mit Lichtstreuung) angewendet wird. In diesem Fall bietet sich eine konventionelle Gesamtanalyse an, während der hochmolekulare Teil zusätzlich noch mit Lichtstreuung ausgewertet werden kann.



2 Anlagenverwaltung im Methodenfenster

Komponenten, die zur Zeit von anderen Anwendern belegt sind, sind ausgegraut dargestellt.

jeden Spezialdetektor ein PC mit einer bestimmten Ausstattung beschafft werden. Besondere Bedeutung erlangt dies bei der Validierung: es muss nur ein Gesamtsystem validiert werden. Auch die Datensicherung sowie das Aufspielen von Updates wird damit effizienter. Die genaue Arbeitsweise von einem MCDS kann auf die Bedürfnisse der Anwender vor Ort angepasst werden. So sind in der Regel sowohl Einplatzlösungen, als auch Netzwerk- und Serverlösungen möglich, die sich in ihrer Funktionalität voneinander abgrenzen.

Praxisnahe Umsetzung

Das WinGPC Unity ist laut Hersteller das erste MCDS, das die Integration aller Spezialdetektoren und Methoden der Flüssigchromatographie an Polymeren ermöglicht. Ein Software-Basispaket stellt die

*Dr. D. Held, PSS Polymer Standards Service GmbH, In der Dalheimer Wiese 5, 55120 Mainz

Tabelle 1: Flüssigchromatographische Verfahren und deren Anwendungsgebiete

Methoden	gewonnene Informationen:	Trennung beruhend auf:	besonders geeignet für:
GPC (Gelpermeationschromatographie)	Molekulargewichtsverteilung, evtl. Zusammensetzungsinformation (Dualdetektion)	Hydrodynamischem Volumen in Lösung	Qualitätskontrolle, Probenvergleich, Copolymeranalyse (Dualdetektion)
GPC gekoppelt mit Online-Lichtstreu- und/oder Viskositätsdetektion	Molekulargewichtsverteilung, Verzweigungs- und Strukturinformationen	Hydrodynamischem Volumen in Lösung	Qualitätskontrolle von verzweigten Produkten, Molekulargewichtsbestimmung bei Proben ohne geeignete Kalibrierstandards
GPC gekoppelt mit Online-FTIR	Molekulargewichtsverteilung (GPC), Substanzinformationen	Hydrodynamischem Volumen in Lösung	Additivanalytik, Identifikation von (Co-)Monomeren und Zusätzen
LACCC (Adsorptionschromatographie am kritischen Punkt)	funktionelle und strukturelle Verteilungsinformationen	chemischen Unterschieden (z.B. Endgruppen, Defektstrukturen)	Blockcopolymercharakterisierung (verzweigte und lineare Strukturen), Endgruppenanalyse
LAC (Adsorptionschromatographie, isokratisch oder Gradient)	chemische und funktionelle Verteilungsinformationen	Zusammensetzungs- und chemischen Unterschieden (z.B. Endgruppen)	Blockcopolymercharakterisierung (verzweigte und lineare Strukturen), Endgruppenanalyse
2D Chromatographie (z.B. LAC-GPC)	Einzel-Ergebnisse aus beiden Verfahren bei erhöhter Peakkapazität	abhängig vom gewählten System	komplexe Produkte, Struktur- und Zusammensetzungsaufklärung

allgemeine Funktionalität wie Messdatenerfassung, Kalibrieren, Auswerten, Drucken, Rechnen usw. zur Verfügung. Zum Basispaket gehört die Probandatenbank, die eine eindeutige Probenzuordnung erlaubt. Der Anwender hat die Möglichkeit nach bestimmten (Proben-)Kriterien zu suchen und so alle Messungen und Auswertungen zu einer Probe auch nach Jahren sicher und schnell zu finden. Um weitere Funktionalität zur Verfügung zu stellen kann das Basispaket durch Hinzufügen von Modulen wie Reportlayout, Mehranlagenbetrieb, online-Lichtstreuung, online-Viskosimetrie, 2D-Chromatographie usw. zu jedem Zeitpunkt aufgerüstet werden. Beim Einsatz von Spezialdetektoren wie Online-Lichtstreu- und online-Viskosimeter stehen im System dezidierte Eingabemasken zur Verfügung, welche die Verwaltung der Geräte übersichtlich gestalten. Die Ergebnisse aus diesen Methoden werden ebenfalls in die Probandatenbank eingetragen und gesichert. Ausführliche Kommentarfelder zu allen Auswertemöglichkeiten erlauben die

Weitere Informationen:
www.laborpraxis.de

121909

- FAQs zu WinGPC
- direkter Kontakt zum PSS Team

Fax: +49 (0 61 31) 9 62 39 - 11

exakte Dokumentation. Abbildung 1 zeigt den generellen Aufbau anhand einer GPC-Lichtstreuung. Links oben erkennt man das Methodenfenster, das alle Parameter zur Messung wie verwendete Komponenten, Säulen mit Seriennummer, verwendete Detektoren usw. dokumentiert. Darunter befindet sich das Messdatenfenster, das die reinen, unveränderlichen Rohdaten enthält. Für die Auswertung erzeugt die Software automatisch eine Kopie der Rohdaten (Elugrammfenster rechts unten). Hier können unterschiedliche Optionen und Verfahren angewendet werden, ohne dass die Konsistenz der Rohdaten in Frage gestellt ist. Über dem Elugrammfenster befindet sich das Ergebnisfenster mit der Molmassenverteilung. Öffnet man das Kommentarfeld, erhält man den Hinweis, dass diese Probe mit GPC-Lichtstreuung untersucht werden sollte, dass aufgrund der signifikanten niedermolekularen Anteile, die für den Lichtstreuendetektor nicht sichtbar sind, eine konventionelle Auswertung vorgezogen wurde. Das Vorhandensein von niedermolekularen Anteil-

len wirkt sich stark auf die Bestimmung des zahlenmittleren Molekulargewichts M_n aus (siehe auch DIN-Norm 55672). Eine Auswertung des hochmolekularen Anteils ist mit der Lichtstreuung natürlich trotzdem noch möglich und wurde auch durchgeführt – ohne dass eine erneute Messung nötig ist.

Umsetzung im Analytiklabor

Ist eine explizite Benutzer- und Anlagenverwaltung gewünscht, wird diese Funktionalität mit dem Unity-Server zur Verfügung gestellt. Nutzerrechte, Anlagen und selbst Spezialdetektoren werden zentral über den Server verwaltet. Abbildung 2 zeigt das Methodenfenster für den Serverbetrieb und die dem Anwender im Moment zur Verfügung stehenden Anlagen. Grau unterlegte Anlagennamen zeigen an, dass diese Anlage bereits in Benutzung ist und zur Zeit nicht zur Verfügung steht. Die Eigenschaften und Vorteile der Systeme wurden bereits diskutiert [5].

Fazit

MCDS wie die PSS WinGPC Unity bieten dem Anwender viele Vorteile. Die Verwaltung der Proben und Ergebnisse unterschiedlichster Analysemethoden in einer Datenbank vermeidet unnötige Datenim- und -exportaufgaben, erhöht die Nachvollziehbarkeit von Analysen und erleichtert die Dokumentation. Durch die gesicherte Zusammenarbeit von Modulen, welche die verschiedenen Methoden unterstützen, werden unnötige Mehrfachanalysen vermieden, da auch nach Abschluss der Messung noch definiert werden kann wie die Probe prozessiert wird. Der Schulungs- und Lernaufwand bei der Einführung neuer Methoden ist gering, da die Bedienung der Software schon bekannt ist. Damit bietet ein MCDS sowohl eine Perspektive für Analytiklabors, die bereits unterschiedliche Methoden anwenden und diese Daten kombinieren wollen, als auch für Anwender die ein System benötigen, das später eventuell erweitert werden muss.

Literatur

- [1] K.F. Arndt, G. Müller; Polymercharakterisierung; Hanser-Verlag 1996 ISBN 3-446-17588-1
- [2] P.Kilz; Qualitätssicherung von Polymeren mit GPC; GIT Fachz. Lab.(10), 39, 944 (1995)
- [3] P. Kilz, H. Pasch; Coupled LC Techniques in Molecular Characterization; in: Encyclopedia of Analytical Chemistry (R.A.Meyers, ed.), Vol 9, pp 7495-7543, Wiley, Chichester 2000
- [4] R.D. McDowall, LC-GC Europe, 12(7), 422-431 (1999)
- [5] D. Held, P. Kilz; Chromatographiedaten erfassen und verarbeiten; Laborpraxis, 26 (Heft 9), 40 (2002)