

TICKER

Im Blickpunkt: Laboreffizienz



Sie kennen das Problem: Immer mehr Proben bei weniger Personal. Zur effizienteren Gestaltung von Arbeitsabläufen im Analysenlabor gibt es die unterschiedlichsten Ansätze:

- die Trennung "schneller" und damit kostengünstiger machen
- durch Kombination von Methoden die Aussagekraft zu erhöhen
- die Laborinfrastruktur bezüglich Anlagen und Ausstattung so zu gestalten, dass die sinnvolle Nutzung aller Ressourcen gewährleistet ist.

Zu diesem Themenbereich stellen wir Ihnen folgende Produkte und Dienstleistungen genauer vor: Säulenkombinationen

Wann ist eine Linear-, wann eine HighSpeed- Säule

angebracht, was bedeutet Säulenmismatch? Antworten zu diesen Fragen finden Sie auf Seite 4

Mehrwinkel-Lichtstreu-Detektor SLD7000

Für Zusatzinformationen wie Trägheitsradius, die erforderlich sind um die Struktur zu bestimmen (Seite 3)

WinGPC Unity

GPC Software die Polymercharakterisierung mit allen Methoden unter einer Oberfläche vereint (Seite 1 und 2)

Zu all diesen Themen bietet PSS Kurse, Seminare und Inhouse-Schulungen an.

Mit dieser Ausgabe möchten wir die neue Rubrik „GPC Tipps & Tricks“ einführen. In Zukunft werden Sie an dieser Stelle GPC Erfahrungen sowie nützliche Hinweise finden, die den GPC-Laboralltag erleichtern (Seite 6).

WinGPC Unity

Kontrolliert wachsen – gezielt erweitern



Zur Charakterisierung der verschiedenen Verteilungen von Makromolekülen stehen passende Separationsverfahren zur Verfügung, die durch leistungsfähige Detektionsverfahren ergänzt werden. Aufgrund der Methodenvielfalt gab es bisher kein einheitliches System, das die bei den verschiedenen Analysen anfallenden Daten aller LC-Methoden in sinnvollen Zusammenhang bringt und unter einer Oberfläche vereint. Mit PSS WinGPC Unity steht nun erstmals ein makromolekulares Chromatographie-Datensystem (MCDS) zur Verfügung, das alle Bereiche der Polymer-LC integriert und die Messdaten in einer Datenbank logisch und transparent zusammenfügt. Die WinGPC Unity Softwaremodule, die herstellerunabhängig die Datenerfassung aller Detektoren ermöglichen, lassen sich jederzeit nahtlos hinzufügen, um neue Funktionalität bei bekannter Software-Bedienung nachzurüsten.

Beispiel Copolymeranalytik

Block-Copolymere lassen sich oft mit einfachen Mitteln näher untersuchen. Als Separationstechnik bie-

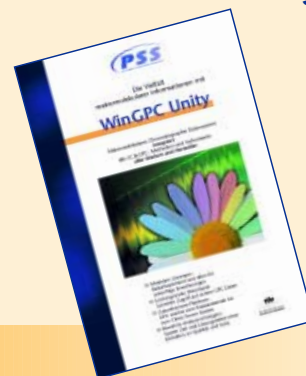
» Lesen Sie weiter auf Seite 2

Die Top-Themen:

- 1 WinGPC Unity: Kontrolliert wachsen – gezielt erweitern
- 3 Lichtstreuung – auch für Proteine
- 4 Effiziente Polymercharakterisierung durch optimierte Säulenauswahl
- 5 PSS Kompetenz-Fax
- 6 GPC-Tipps und Tricks: Das optimale chromatographische System

Aktuell:

Die neue Broschüre ist fertig!



WinGPC Unity

» Fortsetzung von Seite 1

tet sich neben GPC, die nach hydrodynamischem Volumen trennt, auch Polymer-HPLC an. Bei geeigneten Analysenbedingungen (Säulenmaterial, Temperatur und Lösungsmittelgemisch) können Copolymere nach

Ihrer Zusammensetzung getrennt werden. Verwendet man bei der Detektion anstelle eines Detektors zwei Detektoren, die unterschiedlich auf die Comonomeren

ansprechen, erhält man die Zusammensetzung durch Kombination der beiden Detektorsignale. WinGPC Unity bietet hierzu die Module "Copolymere" oder "Chemische Heterogenität", je nach verwendetem Separationsverfahren.

Beispiel Produktdeformulierung

Ist die Zusammensetzung der zu untersuchenden Produkte sehr komplex, dann sind mit WinGPC Unity Analysen möglich, bei denen Separationsverfahren kombiniert werden. Die Kombination der Verfahren erhöht gegenüber dem Einzelverfahren deutlich die Peakkapazität, so dass eine effektivere Trennung möglich ist. Abbildung 1 zeigt einen 2D Plot, sowie die Projektionen auf die beiden Einzelverfahren HPLC und GPC. Hier ist zu erkennen, dass mit 2D noch eine Auflösung der Peaks möglich ist, selbst wenn die Verfahren einzeln dazu nicht in der Lage sind. Eine

Quantifizierung und die Bestimmung der Molmassen erfolgt, indem die beiden Systeme kalibriert werden. Neben diesen Modulen bietet die WinGPC Unity noch weitere Möglichkeiten, um moderne Hochleistungs-Produkte zu untersuchen. Als Beispiele sind hier zu nennen:

- die Module Lichtstreuung und Viskosität zur Charakterisierung von verzweigten Produkten
- das Modul Endgruppenanalyse zur Bestimmung von Endgruppenfunktionalität oder zur Bestimmung der Heparinqualität, z.B. nach dem DAB.
- der HPLC-Modus in WinGPC Unity zur Identifikation und Quantifizierung von Additiven oder niedermolekularen Bestandteilen.

Weiterführende Literatur:

D. Held: Neue "Einheit" in der GPC, Laborpraxis, Mai 2004, S. 72

P. Kilz, D. Held: Chromatographiedaten erfassen und verarbeiten, Laborpraxis, September 2002, S. 41

D. Held: Softwarelösungen für GPC-Analytik, GIT Spezial Separation 1/2002, S. 20

Autor: Peter Kilz

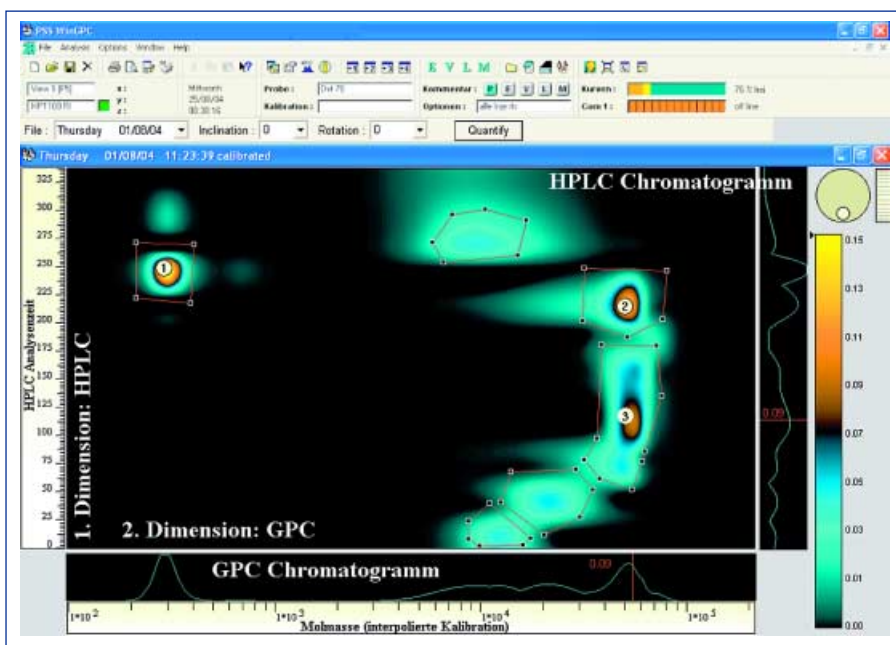


Abb. 1:

WinGPC Unity 2D Chromatographie-Modul:
nur GPC: Co-Elution Peak 2 und 3;
nur HPLC: keine Trennung Peak 1 und 2.
Mit 2D: Auflösung aller Peaks

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Daniela Held
Tel.: 06131-96239-41
E-Mail: DHeld@polymer.de



PSS-Intern

Neue Mitarbeiterin

Seit April 2004 verstärkt Martina Adler unser Softwareteam. Sie ist zuständig für die WinGPC Unity Software insbesondere für 2D-Chromatographie und GPC-Kopplungsmethoden (Lichtstreuung, Viskosimetrie und FTIR)



Neue Preisliste

Ab 01.10.2004 gibt es für Standards und Säulen eine neue Preisliste. Gleichzeitig wurde eine Überarbeitung der Produktnummern durchgeführt. Aktueller Stand unter www.polymer.de

Seminar: Laboreffizienz und integrierte Lösungen

Zu dem Themenkomplex veranstaltete PSS ein Seminar mit dem Ziel, den Teilnehmern aktuelle Trends aus der Flüssigchromatografie sowie Strategien zur Umsetzung neuer Methoden und Möglichkeiten darzustellen. Ziel war es ein Forum zu schaffen, sich über Problemstellungen und deren Lösung auszutauschen.

Das Seminar gliederte sich in einen Vortrags- und einen Workshop-Block. In verschiedenen Vorträgen werden zunächst neue Trends und Entwicklungen vorgestellt. Hierzu konnte zusätzlich als Referent Dr. Harald Pasch, Leiter Analytik vom Deutschen Kunststoffinstitut in Darmstadt gewonnen werden. Folgende Themen wurden behandelt:

- Besseres Verständnis der molekularen Struktur mit modernen chromatografischen Methoden.
- Strategien und Verfahren zur Einführung zeit-optimierter Analysen im eigenen Labor
- Auswahl, Bewertung und Optimierung geeigneter Methoden zur Polymercharakterisierung
- verborgener Synergien und vorhandener Strukturen zum effektiven Aufgabenmanagement

In den Workshops wurden Fragestellungen zur Säulen- und Lösungsmittelauswahl sowie Strategien zur gezielten Analyse, hauptsächlich von Copolymeren und verzweigten Produkten, diskutiert.

Das nächste Seminar findet am 14. Februar 2005 in Golm statt.

Auch für Proteine

Mehrwinkel-Lichtstreuung (MALLS) leistet bei der Charakterisierung von Polymeren und Biopolymeren wertvolle Beiträge, da mit dieser Absolutmethode wichtige Informationen wie die gewichtsmittlere Molmasse, M_w , das z-Mittel des Trägheitsradius, $\langle R_g \rangle_z$, sowie der Virialkoeffizient, A_2 , zugänglich sind.

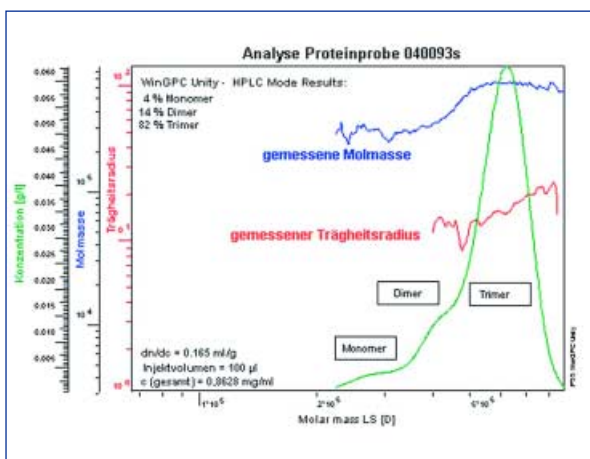


Abb. 1: Bestimmung von Uni-, Di- und Trimer eines Proteins mit dem MALLS-Detektor SLD7000

Kombiniert man einen MALLS-Detektor mit einer GPC-Anlage, so erhält man zusätzlich noch Verteilungsinformationen und damit M_n , M_w , M_z , sowie die Verteilungsinformation zu R_g .

Da zudem die Probenvorbereitung für eine GPC-Lichtstreuung einfacher ist als für eine Batch-Messung, ist es nicht verwunderlich, dass sich diese Methode gerade für globuläre Proben wie Proteine oder Viren und für Produkte, für die es keine Kalibrierstandards gibt, etabliert hat.

Umfassende Proteincharakterisierung

Abbildung 1 zeigt die Ergebnisse einer GPC-MALLS Messung für ein Protein, bestehend aus Unimer sowie dimeren und trimeren Aggregaten. Die höheren Protein-Oligomere sind in der Lichtstreuung besonders gut nachweisbar. Als MALLS-Detektor wurde der PSS SLD7000 verwendet, der simultan die Intensität des Streulichts bei 7 verschiedenen Winkeln misst. Als Konzentrationsdetektor wurde der PSS dn2010 RI-Detektor verwendet, der bei der gleichen Wellenlänge wie der SLD7000 Lichtstreuungsdetektor arbeitet. Die Molekulargewichtsmittelwerte und Trägheitsradien wurden mit einer Zimm-Auswertung erhalten. Der Anteil an Unimer, Dimer und Trimer wurde mit dem HPLC-Modus in der WinGPC Unity bestimmt. Die Absolutkonzentration der Probe wurde über das dn/dc und die RI-Detektorkonstante

ermittelt. Ergebnisse sind mit einer Messung direkt erhältlich.

Einfache Handhabung im Laboralltag

Natürlich gilt auch für Lichtstreu-Detektoren, dass ihr Einsatz im Labor einfach und zuverlässig sein sollte.

Der PSS SLD7000 erfüllt natürlich diese Voraussetzungen und lässt sich gut in die vorhandene Laborstruktur integrieren:

- er ist klein und handlich und kann dadurch problemlos in ein vorhandenes GPC-/HPLC-System eingepasst werden.
- er lässt sich nahtlos in Kombination mit anderen Detektoren einsetzen und mit weiteren Auswertemethoden kombinieren.
- er kann die Analogsignale von anderen Detektoren (z.B. UV, Viskosimeter) verarbeiten und ermöglicht eine kostengünstige Erweiterbarkeit.

Auch bei der Datenerfassungs- und Datenanalysen-Software ist Flexibilität gefragt und geboten. Zeigt eine Probe aufgrund ihres unerwartet niedrigen dn/dc -Wertes nur wenig Intensität in der Lichtstreuung, so kann das Signal des Konzentrationsdetektors alleine, z.B. mit konventioneller Kalibration, ausgewertet werden. Gleiches gilt für niedermolekulare Probenbestandteile, die quantitativ bestimmt werden sollen. Diese Ergebnisse des Konzentrationsdetektors bestimmt PSS WinGPC Unity ohne dass eine erneute Messung mit einem anderen System nötig ist.

Weiterführende Literatur:

1. P. Kilz: Anwendung und Nutzen der Lichtstreuung bei der Untersuchung von (Bio-)Polymeren; Labo, Oktober 2003, Seite 20
2. 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

Ihr Ansprechpartner:

Peter Kilz
Tel.: 06131-96239-40
E-Mail: PKilz@polymer.de



Säulen für die GPC-Lichtstreuung: SDV Lux und SUPREMA Lux

Aufgrund eines speziellen, hochreinen Packungsmaterials liefern diese Säulen ein extrem gutes Signal-Rausch-Verhältnis.

Für organische Eluenten:

SDV Lux; Partikelgrößen: 5µm und 10µm;
Trennbereich: 100 – 4.000.000 D.

Für wässrige Eluenten:

SUPREMA Lux; Partikelgrößen: 10µm;
Trennbereich: 1.000 – >7.000.000 D.

Die Säulen sind mit individuellen Porositäten und als linear (mixed bed) erhältlich.

Inverse GPC – Eine Methode zur Charakterisierung von porösen Materialien

Poröse Materialien werden heutzutage häufig zur Abtrennung unerwünschter Stoffe in der Medizintechnik (Dialyse) oder zur Anreicherung von gewünschten Stoffen in der Biotechnologie (Proteine) eingesetzt. Als Trägermaterial von Katalysatoren gewinnen poröse Materialien zunehmend an Bedeutung. Zur Produktoptimierung oder Qualitätskontrolle ist die Kenntnis der Porengrößen von entscheidender Bedeutung. PSS nutzt die inverse GPC-Trennmethode zur Charakterisierung von Porengrößen bzw. Porengrößenverteilungen. Invers bedeutet in dem speziellen Fall, dass eine Reihe von Sondenmolekülen mit bekannter mittlerer Molekülgröße auf dem porösen Material chromatografiert werden. Aus den Retentionszeiten der Größenstandards lässt sich mithilfe der PSS PoroCheck-Software die mittlere Porengröße sowie die Porengrößenverteilung berechnen. Zusätzlich lassen sich wichtige Parameter wie das Porenvolumen, spezifische Oberfläche und Selektivität aus den Primärdaten ableiten. PSS bietet dieses Verfahren als Auftragsanalyse an, nutzt es aber auch selbst zur Qualitätskontrolle der Säulenmaterialien.

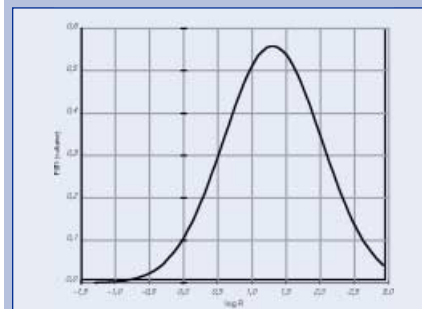


Abb. 1: PSS SUPREMA-Säulenset. Porengrößenverteilung mit inverser GPC; ausgewertet mit PSS PoroCheck-Software

Effiziente Polymercharakterisierung durch optimierte Säulenauswahl.

Die Anforderungen an die Polymeranalytik sind in den letzten Jahren ständig gestiegen. Es werden schnelle, robuste und umfassende Ergebnisse benötigt. Diese Herausforderung verlangt nach einer effizienten Labororganisation die kurze Bearbeitungszeiten ermöglicht. Das Herzstück einer GPC Anlage ist die GPC Säule. Analysenzeit und damit die Ergebnisse werden primär durch die Retentionszeit der Probe und die Auflösung der GPC Säule bestimmt.

Säulenkombinationen

Die Kombination von Säulen (linear oder monomodal) führt zu einer deutlich besseren Auflösung. Allgemein gilt für die Auflösung: Verdoppelt sich die Trennstrecke so verbessert sich die Auflösung um 1,4. Die Analysenzeit jedoch verlängert sich um Faktor zwei. Durch Säulenkombination unterschiedlicher monomodaler Säulen läßt sich der Trennbereich bei gleichbleibender guter Auflösung deutlich erweitern (siehe

Tabelle 1: Empfohlene Säulenkombinationen für monomodale Säulen

	Trennaufgabe Trennbereich [D]	Organische Applikation Porositäten [Å]	Wässrige Applikation Porositäten [Å]
Oligomere	100 – 6 x 10 ⁴	2 x 100	2 x 100
Mittlere Molmasse	100 – 4 x 10 ⁶	10 ³ + 10 ⁵ + 10 ⁶	100 + 1000 + 3000
Hohe Molmasse	1000 – 3 x 10 ⁷	10 ⁵ + 10 ⁷	3000 + 10000 + 30000

Einsatzgebiete der verschiedenen Säulen

Produktüberblick	Linear-Säule
Produktscreening	HighSpeed-Säule
Maximale Peakseparation	Monomodale Säule
Verbesserung der Auflösung	Säulenkombination gleicher Porosität
Vergrößerung des Trennbereichs	Säulenkombination unterschiedlicher Porosität

Säulenkonzepte

In den modernen Laboratorien haben sich bis heute zwei verschiedene Säulenkonzepte für die GPC-Analytik durchgesetzt. Neben Linear-Säulen werden Säulen mit monomodaler Porengrößenverteilung und deren Kombinationen eingesetzt. Linear-Säulen zeichnen sich durch einen großen, nahezu linearen Trennbereich aus, allerdings bei geringerer Auflösung und größerer Gefahr der Überladung. Monomodale Säulen haben einen kleineren Trennbereich bei vergleichbarem Retentionsvolumen. Sie besitzen eine engere Porengrößenverteilung. Die Auflösung im zugänglichen Trennbereich ist jedoch deutlich größer als die einer Linear-Säule. In den letzten 5 Jahren haben sich darüber hinaus die sogenannte High-Speed Säulen (bis zu 10mal kürzere Analysenzeiten) auf dem GPC Markt etabliert. Diese unterscheiden sich bei vergleichbarer Trennleistung und Säulenvolumen hauptsächlich in der Dimension (20x50mm). HighSpeed-Säulen werden als linear- und als monomodale Säulen angeboten. Generell gilt: Kürzere Analysenzeiten erhält man durch den Einsatz von Linear- oder HighSpeed-Säulen; mehr Produktinformationen durch eine Säulenkombination.

Tabelle 1). Nicht abgestimmte Porengrößenverteilung können zu Säulenmismatch und damit zu scheinbar multimodaler Verteilung führen. Zur Überprüfung des Säulenmismatches werden breite Referenzstandards empfohlen.

Als Faustregel für Säulenkombinationen gilt:

- Linear-Säulen nicht mit monodispersen Säulen kombinieren
- bei der Kombination monomodaler Säulen nur eine Partikelgröße verwenden
- Säulenauswahl so gestalten, dass die Steigung der Kalibrationskurve möglichst flach und konstant über den gewünschten Trennbereich verläuft.

Weiterführende Literatur:

T.Hofe: Möglichkeiten und Risiken der Säulenkombination in der GPC; GIT 11/2004
T.Hofe, G.Reinhold: GPC Analysen im Minutentakt; GIT 2/2000

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Thorsten Hofe
Tel.: 06131-96239-60
E-Mail: Thofe@polymer.de



Kurse

11.-13.10.2004

PSS GPC-Kurs in Mainz
Intensivkurs für praktische und theoretische Kenntnisse der GPC

14.10.2004

WinGPC Anwendertreffen in Mainz

14.02.2005

GPC-Seminar Laboreffizienz durch integrierte Lösungen für die Polymercharakterisierung in Golm am FHI IAP

25.-27.04.2005

GPC-Kurs in Mainz
Intensivkurs für praktische und theoretische Kenntnisse der GPC

Messen und Tagungen

01.-05.11.2004

Het Instruments in Jaarbeurs /Utrecht (NL)

24.-26.02.2005

Makromolekulares Kolloquium in Freiburg

Impressum

Herausgeber:

PSS Polymer Standards service GmbH
Postfach 3368 • D-55023 Mainz
Tel.: 06131-96239-0
Fax: 06131-96239-11
E-Mail: info@polymer.de
Web: www.polymer.de

Layout und Druck:

odd gmbh grafische betriebe

Ihre Anschrift

Name:

Firma:

Abteilung:

Straße:

Ort:

Tel.:

Fax:

E-Mail:

Ich möchte Informationen über

- Lichtstreu-Detektor
- dn/dc Detektor
- Viskosimeter
- RI-Detektor
- UV-Detektor
- GPC-Peripherie (Pumpen, Degaser, Säulenform etc.)
- LC-Spektroskopie-Kopplungstechniken
- WinGPC Unity Software
- Porengrößenanalyse
- GPC-Säulen organisch
- GPC-Säulen wässrig
- GPC-Standards/CRM
- Partikelstandards
- Auftragsanalytik
- Schulungen
- Meine Applikation Polymere, Lösungsmittel etc.)

Bitte gewünschtes Informationsmaterial ankreuzen.

Damit...

... wir unsere Datenbank auf den neuesten Stand bringen können, bitten wir Sie um folgende Angaben:

Arbeitsgebiet

- | | |
|--|---|
| <input type="checkbox"/> Analytik u. Cons. | <input type="checkbox"/> Textil & Leder |
| <input type="checkbox"/> Automobil | <input type="checkbox"/> Umwelt/Recycling |
| <input type="checkbox"/> Bauchemie | <input type="checkbox"/> Waschm./Tenside |
| <input type="checkbox"/> Bildverarb./Druck | <input type="checkbox"/> Wehrtechnik/
Luft- u. Raumfahrt |
| <input type="checkbox"/> Biotechnologie | |
| <input type="checkbox"/> Elastomere/
Kautschuk | Arbeitsstätte |
| <input type="checkbox"/> Klebstoffe | <input type="checkbox"/> Industrie |
| <input type="checkbox"/> Elektrik/Elektronik | <input type="checkbox"/> Institut |
| <input type="checkbox"/> Fasern | <input type="checkbox"/> Universität |
| <input type="checkbox"/> Feed & Food | Im Bereich |
| <input type="checkbox"/> Fein- u. Spezial-
chemie | <input type="checkbox"/> Analytiklabor |
| <input type="checkbox"/> Forensik | <input type="checkbox"/> F&E |
| <input type="checkbox"/> Glas/Keramik | <input type="checkbox"/> QC |
| <input type="checkbox"/> Kosmetik | <input type="checkbox"/> Einkauf |
| <input type="checkbox"/> Kunststoff Herst. | Ihre Tätigkeit |
| <input type="checkbox"/> Kunststoff Verarb. | <input type="checkbox"/> Laborleiter |
| <input type="checkbox"/> Lacke & Farben | <input type="checkbox"/> Abteilungsleiter |
| <input type="checkbox"/> Medizintechnik | <input type="checkbox"/> Professor |
| <input type="checkbox"/> Mineralöl | <input type="checkbox"/> Einkäufer |
| <input type="checkbox"/> Papier/Holz | <input type="checkbox"/> Laborant |
| <input type="checkbox"/> Pharmazie | <input type="checkbox"/> Student |

Anforderung dient zur:

- allgemeinen Information
- Planung für Beschaffung,
- Beschaffungszeitraum:

Wir versichern Ihnen, dass Ihre Daten entsprechend den einschlägigen Datenschutzvorschriften behandelt werden. Falls Sie keine weiteren Informationen wünschen, kreuzen Sie bitte dieses Kästchen an:

- Bitte meinen Namen vom Verteiler streichen

Einführungsangebot bis 31.12.2004

WinGPC Unity Software-Pakete:

- mit Unity Schulungskurs
- mit Modul Report Designer
- mit Notebook
- mit Inhouse-Schulung
- mit Support-Vertrag

WinGPC Unity Update-Pakete:

- mit Unity Schulungskurs
- mit Modul Report Designer
- mit Notebook
- mit Inhouse-Schulung
- mit Support-Vertrag

Interessiert?

- Senden Sie mir ein unverbindliches Angebot

GPC-Tipps und Tricks (Nr. TT0104)

Das optimale chromatographische System

Die neue Rubrik „GPC Tipps & Tricks“ liefert Hilfe zu Fragestellungen aus dem GPC Laboralltag. Beginnen möchten wir mit dem Thema Säulenauswahl.

Problem

Ich habe eine unbekannte Probe und weiß nicht auf welcher Säule ich diese messen soll!

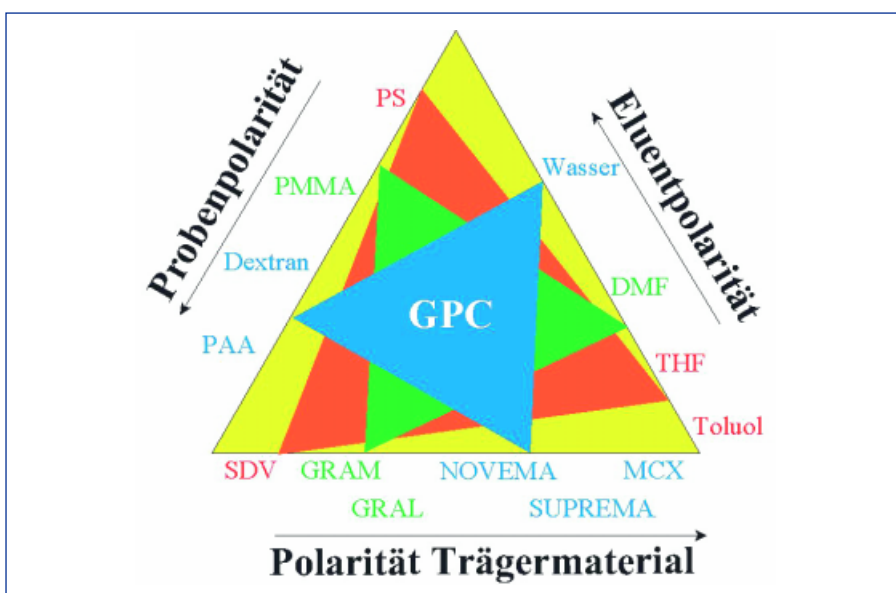
Wie finde ich das richtige chromatographische System für mein Polymer?

Die chromatographische Herausforderung der GPC besteht darin, ein optimales System bestehend aus einer zu untersuchenden Probe, einem passenden Eluenten und einer GPC Säule zu finden. Nur wenn die Chromatographie wechselwirkungsfrei abläuft,

tenauswahl deutlich größer. Das Spektrum reicht vom unpolaren und hydrophoben Toluol, über THF und CHCl₃ bis hin zu den sehr polaren Eluenten DMF und DMAC. Auch in sehr polaren Eluenten gelingt die Separation (z.B. PAA, PMA Copolymere; Vinylpyridine) oftmals nur bei entsprechendem Salzzusatz (LiBr oder LiCl).

Fazit:

In der GPC unterscheidet man unterschiedlich polare Phasen. Das Spektrum reicht von hydrophoben Styrol-Divenylbenzyl Phasen für organische Eluenten (z.B. PSS SDV) über Polyester-Phasen mit OH Funktionalität (z.B. PSS SUPREMA) bis hin zu Ionen Austauscher Phasen (z.B. PSS MCX) für wässrige



Das Magische Dreieck der GPC: Zusammenhang von Probenpolarität – Eluentpolarität – Polarität Trägermaterial. **Beispiel:** Ein geeignetes System für eine Polystyrol-Probe ist ein möglichst unpolares Eluent (z.B. THF) auf einer unpolaren Styrolphase (PSS SDV).

gelingt es aus dem Elutionsvolumen auch die richtige Molmasse zu bestimmen. Das Polymer definiert dabei die Analysenbedingungen und das Lösungsmittel (wässrig oder organisch).

Voraussetzung ist, daß sich die Probe vollständig im gewählten Eluenten löst. Die Polarität des Eluenten bestimmt die Polarität des Trägermaterials. Je polarer der Eluent desto polarer muß auch die stationäre Phase sein. In wässrigen Eluenten wird oftmals ein Fremdsalzzusatz benötigt, um eine reproduzierbare und wechselwirkungsfreie Chromatographie zu gewährleisten. In organischen Medien ist die Eluen-

Eluenten. Je polarer das Polymer und die mobile Phase, desto polarer muß auch die gewählte stationäre Phase sein. Dieser Grundsatz ist die Voraussetzung für eine wechselwirkungsfreie Größenaus-schlusschromatographie.

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Thorsten Hofe
Tel.: 06131-96239-60
E-Mail: Thofe@polymer.de



Applikationen

Charakterisierung eines breiten Polyethylen-Standards (HDPE)

Polyethylene gibt es je Herstellungsverfahren als LDPE (niedrige Dichte) und HDPE (hohe Dichte). Mit der Dichte steigen Schubmodul, Härte, Streckgrenze und Schmelzbereich; Schockfestigkeit, Transparenz, Quellbarkeit und Löslichkeit nehmen ab.

Probenvorbereitung:

Die Probe wurde durch einen 0,45 µm-Membranfilter filtriert.

Analytische Bedingungen:

Eluent: Trichlorbenzol
Säulen: PSS POLEFIN 10µm 8 x 50mm
PSS POLEFIN 1000 Å, 10µm, 8x300mm
PSS POLEFIN 105 Å, 10µm, 8x300mm
PSS POLEFIN 106 Å, 10µm, 8x300mm
Kalibrierkit: PSS Polyethylen-Kit (Mp=100-170.000 D; 10 x 0,25g)
Datenerfassung: PSS WinGPC
Detektoren: RI
Flußrate: 1.00 ml/min
Konzentration: 1 g/l
Injektionsvolumen: 25 µL
Temperatur: 145 °

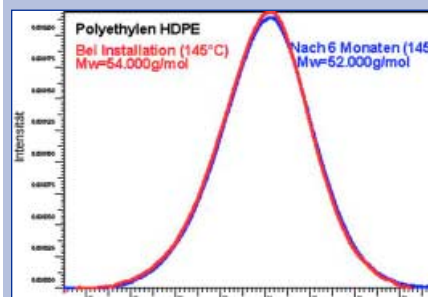


Abb. 1: Untersuchung der Langzeitstabilität einer PSS POLEFIN-Säulenkombination anhand eines breiten Polyethylen-Standards.

Ergebnis: Bei Installation der POLEFIN-Säulen wurde für den Polyethylen-Standard ein Mw=54.000 D bei einer Polydispersität von 2,9 gemessen. Nach einem halben Jahr Dauereinsatz bei 145°C wurde für den gleichen Polyethylen-Standard ein Mw=52.000 D bei vergleichbarer Polydispersität gefunden. Die Abweichung der Molmasse liegt innerhalb des statistischen Fehlers von ± 5%.

Fazit: Die Säule hat nach einem halben Jahr noch die gleiche Auflösung und Trennleistung. Diese Applikation (#10273) und viele weitere finden Sie in unserer neuen Applikationsdatenbank.