

TICKER

Im Blickpunkt: 20 Jahre PSS



**In 20 Jahren
wurde einiges
gestemmt!**



Vor 20 Jahren wurde PSS auf dem Campus der Universität in Mainz gegründet. Der Erfolg der ersten PSS Produkte – Polymerstandards und maßgeschneiderte Polymere – gepaart mit innovativen Ideen und exzellentem Know-How führten zu einer stetigen Ausweitung der Produktpalette. Die letzten 20 Jahre waren auch in der GPC die Jahre, welche aufgrund vieler Innovationen die GPC-Analytik zu einem zuverlässigen Werkzeug in Forschung und Entwicklung werden ließ. Viele unserer Partner sind der Meinung, dass PSS einen wesentlichen Beitrag dazu geleistet hat. Im vorliegenden Ticker stellen wir Ihnen unsere 20-jährige Innovations-Geschichte vor:

Verbrauchsmaterialien

Die Entwicklung führte von einfachen GPC- über DIN zertifizierte Standards zu den zertifizierten Referenz-

materialien. Für eine wechselwirkungsfreie Chromatographie stehen mittlerweile geeignete Säulenmaterialien für alle Polymerarten zur Verfügung.

Investitionsgüter

Durch die langjährigen Erfahrungen in der GPC wurde PSS eines der weltweit führenden Unternehmen auf dem Gebiet der chromatographischen Polymeranalytik. Mittlerweile beinhaltet das Liefer- und Leistungsspektrum alle Komponenten für die umfassende GPC/SEC-Analytik synthetischer und natürlicher Polymere.

Dienstleistungen

Überproportional wachsend ist mittlerweile der Bereich der Dienstleistungen. Neben der Auftragsanalytik sind Strukturanalysen, Methodenentwicklung und -transfer sowie Deformulierungen ein wesentlicher Bestandteil.

WinGPC-Software

Weltweit führend

PSS hat in den letzten 20 Jahre das Gebiet der Polymerchromatographie aktiv mitgestaltet und zu wesentlichen Entwicklungen beigetragen. Die technologischen Veränderungen haben wahrscheinlich nur in wenigen anderen Bereichen ähnliche grundlegende Wirkungen gezeigt wie bei der Chromatographie-Software und den Detektoren. PSS hat dies zu nutzen gewusst, marktreife Produkte und Methoden entwickelt und im Markt etabliert.

Dabei hatte ursprünglich alles einfach angefangen: PSS suchte als Firmengründung von zwei Polymerchemikern der Universität Mainz nach kommerziellen Lösungen für die Charakterisierung von Polymerstandards und maßgeschneiderten Referenzmaterialien. Nahezu zeitgleich mit den Standards wurde die erste GPC-Software entwickelt (zuerst nur für den eigenen Bedarf). Sie lief auf einem Unix Großrechner der Universität und konnte nicht auf Einzelrechner übertragen werden – Datenfernübertragung, Internet, etc. waren noch nicht verfügbar. Da es noch keine geeignete kommerzielle GPC-Software gab, entwickelte man aus der Praxis heraus eine eigene GPC-Software, welche als Vortläuferin der WinGPC in diesem Jahr bereits volljährig wird. IBM-PC's waren

» Lesen Sie weiter auf Seite 2

Die Top-Themen:

- 1 Im Blickpunkt: 20 Jahre PSS
- 2 WinGPC-Software: Weltweit führend
- 3 Präzise und zuverlässige GPC mit geeigneten Säulen und Standards
- 4 Kompetente Serviceanalytik
- 5 PSS Kompetenz-Fax
- 6 GPC-Tipps und Tricks

Aktuell:

**Einführungsangebot:
Neue Detektoren bei PSS
dn/dc-Werte
bestimmen
schnell und
kostengünstig**

» Mehr Infos auf Seite 5

WinGPC-Software



» Fortsetzung von Seite 1

zu dieser Zeit noch Schreibmaschinen, daher entschied man sich 1987 für Atari Computer mit Mausbedienung und hochauflösender SW-Grafik. Mehranlagenerunterstützung, Netzwerkanbindung, molmassensensitive Detektion, Automatisierung, Datenbankfähigkeit waren damals noch Zukunftsmusik – aber geträumt wurde schon davon.

Heute ist das alles Realität: die WinGPC Unity als makromolekulares Chromatographiedatensystem (MCDS) leistet dies und noch wesentlich mehr für Anwender in aller Welt und für alle Einsatzzwecke: zuverlässig, praxisnah und kostengünstig (s. Tabelle).

Die WinGPC Erfolgsgeschichte

	„gestern“: GPC Software	heute: WinGPC Unity
Markteinführung	1988	2004
Hardware	Atari	PC
Betriebssystem	selbst/TOS	Windows
Anzahl Instrumente	1 Anlage	bis 64 Anlagen
Anzahl Detektoren	2 Detektoren	192 Detektoren
Netzwerkfähigkeit	nein	ja
Client/Server Betrieb	nein	ja
Automatisierung	nein	ja
Report Designer	nein	ja
Visko Unterstützung	nein	ja, alle
LS Unterstützung	nein	ja, alle
2D Chromatographie	nein	ja, alle
chemische Verteilung	nein	ja
Endgruppenanalyse	nein	ja
HPLC-Auswertung	nein	ja

GPC-Analytik und Strukturaufklärung erforderte vor 20 Jahren viel Zeit. Präparatives Fraktionieren in monatelanger Kleinarbeit war die Regel. PSS kaufte 1987 den ersten Mehrwinkel-Lichtstreuendetektor in Europa und arbeitet seitdem intensiv auf dem Gebiet der multiplen Detektion und der molekularen Materialprüfung. Viele Firmen nutzen die Sach- und Fachkenntnis von PSS zur Entwicklung und Begutachtung von Chromatographie-Geräten. Viele Wissenschaftler haben zusammen mit PSS eigene Ideen kostengün-

stiger und schneller als im eigenen Haus in die Praxis umsetzen können.

Ob es 2-dimensionale Chromatographie oder HighSpeed GPC ist, das Begutachten eines neuen Geräteprinzips oder die Umsetzung von Forschung in die Praxis: PSS Mitarbeiter haben in Kooperation mit vielen Wissenschaftlern und Organisationen weltweit mit ihrem Wissen und Visionen neue Wege bereitet, um bessere und effektive Antworten auf drängende Zeitfragen zu erhalten. In diesem Geist arbeitet PSS weiter und bietet auch neuen „Mitstreitern“ viel Raum ihre Visionen zu realisieren.

Ihr Ansprechpartner:

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



PSS-Intern

PSS Meilensteine

- 1985 Gründung von PSS an der Universität Mainz. Produkte in der Anfangsphase: Referenz-Materialien für die GPC und Synthese von Copolymeren.
- 1987 Entwicklung und Fertigung von SDV GPC-Säulen und GPC-Software.
- 1988 Bezug von eigenen Räumen, HEMA (Bio)-Säulen kommen auf den Markt.
- 1989 Viskositäts- und Lichtstredetektoren werden in das Lieferprogramm aufgenommen.
- 1990 GPC Intensiv-Kurse werden angeboten und finden regen Zuspruch
- 1993 WinGPC Software wird dem Markt vorgestellt: sie setzt neue Maßstäbe in der GPC. Verdoppelung der Labor- und Büroflächen.
- 1994 Neue Märkte werden erschlossen: Gründung von PSS-USA
- 1995 Einführung der 2-dimensionalen Chromatographie: damit wird eine neue Technik kommerziell verfügbar.
- 1997 Die Produktpalette wird stetig erweitert: SUPREMA- und POLEFIN-Säulen werden entwickelt.
- 1998 Einführung des Qualitäts-Management-Systems: Zertifizierung nach DIN ISO 9001. Die neu eingeführten ReadyCal Standards vereinfachen das Handling.
- 1999 Enge Kooperation mit Agilent in der GPC: PSS wird VAR Partner. NOVEMA-, MCX- und GRAM-Säulen erweitern das GPC-Säulenprogramm.
- 2000 Mit Einführung der HighSpeed Säulen wird die GPC schneller.
- 2001 Das neue eigene Gebäude bietet Raum für stetiges Wachstum.
- 2002 Zusammen mit der BAM werden zertifizierte Referenzmaterialien entwickelt und erfolgreich im Markt eingeführt.
- 2003 Durch die Einführung von Poly(lactid)-Standards wird die GPC verbessert.
- 2004 Mit WinGPC Unity wird weltweit das erste Makromolekulare Chromatographie Datensystem eingeführt.
- 2005 PROTEEMA für Proteine, SDV Lux bzw. SUPREMA Lux für die Lichtstreuung sind die neuen Säulen, die Analytik weiter verbessern helfen.

Präzise und zuverlässige GPC

mit geeigneten Säulen und Standards

Am Beispiel der Säulen und Standards lässt sich die wachsende Bedeutung der GPC für die Polymeranalytik gut darstellen. Bereits vor 20 Jahren erkannten zwei junge Diplomchemiker die stetig wachsende Nachfrage für polymere Referenzmaterialien. Neue Fertigungstechniken ermöglichten im Laufe der Jahre die Bandbreite der Referenzmaterialien ständig zu verbessern und erweitern, so dass heute eine große Anzahl individueller Polymere für organische und wässrige Eluenten über einen weiten Molmassenbereich zur Verfügung stehen.

Das Produktportfolio der Referenzmaterialien von PSS ist dreidimensional aufgebaut. Die erste Dimension beinhaltet die verschiedenen Polymertypen über einen großen Molmassenbereich, die zweite Dimension spezielle Kalibrier-Kits für wässrige und organische Anwendungen. Mit der dritte Dimension werden die unterschiedlichen analytischen und synthetischen Qualitätsstandards abgedeckt (s. Tabelle 1). Einfache Standards, DIN-Standards oder zertifizierte

Polyelektrolyte, Polysaccharide, Proteine und Peptide. Je nach Aufgabenstellung ist PSS heute in der Lage geeignete Säulentypen hinsichtlich der Polarität und der Dimension anzubieten. Beispielsweise liefert PSS analytische Säulen mit großer Auflösung für die Qualitätskontrolle, HighSpeed-Säulen mit schnellen Analysenzeiten für die Prozesskontrolle sowie präparative Säulen mit großer Kapazität für die Fraktionierung (s. Tabelle 2). Um für alle Applikationen eine wechselwirkungsfreie Chromatographie zu gewährleisten stehen je nach Polarität je vier verschiedene organische und wässrige Trennmaterialien zur Verfügung.

Mit seinen innovativen Produkten ist PSS heute nicht nur in Universitäten und Forschungsinstituten sondern auch in den High-Tech-Sparten bei Chemie-, Pharmazie-, Automobil- und Biotechnologie-Firmen vertreten.

PSS freut sich auf die Herausforderungen der nächsten 20 Jahre.

Tabelle 1: Einsatzgebiet der verschiedenen Qualitäten der Referenzmaterialien

Referenztyp	Zeitbedarf	Qualitätstyp	Einsatzbereich
GPC	hoch	mittel	vergleichende Messungen
ReadyCal	niedrig	mittel	schnelle Kalibration
DIN Standards	hoch	hoch	gesicherte Messdaten, Methodenvergleich
MALDI, Visco-LS	hoch	hoch	Gerätevalidierung
CRM	hoch	sehr hoch	Rückführbarkeit von Messergebnissen

Tabelle 2: Einsatzgebiet der Säulentypen

	Analytisch	HighSpeed	Präparativ
Qualitätskontrolle	x	o	–
Produktscreening	o	x	–
in Prozesskontrolle	o	x	–
Fraktionierung und Aufreinigung	–	–	x

Legende: x=empfohlen, o=bedingt geeignet, –=ungeeignet

Referenzmaterialien – PSS ist damit weltweit der einzige Hersteller, der alle Fragestellungen abdeckt.

Parallel zu den Referenzmaterialien wurde in den letzten 20 Jahren auch die Entwicklung der Trennmaterialien und -säulen voran getrieben. Die Anforderungen wurden durch die Komplexität der Polymere immer anspruchsvoller. Das aktuelle Anwendungsspektrum beinhaltet u. a. ultrahochmolekulare Polyolefine, Polyacrylate bzw. -methacrylate,

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



Neuheiten

Effektivere GPC-Trennung von Proteinen

PROTEEMA Säulen sind speziell für die Proteinseparation und Molmassenbestimmung von Proteinen mittels GPC geeignet. Bei enzymatischen Proteinen können Monomere, Dimere und Trimere basislinien-separiert getrennt werden. Bei biotechnologisch hergestellten Proteinen sorgt eine sehr hohe Auflösung für eine exakte Chromatographie. Als Porositäten sind erhältlich: 100Å, 300Å und 1000Å, um compounds mit Molmassen von 300 bis mehr als 5.5×10^6 D zu trennen (bezogen auf Protein-Kalibration). Das neue Material ist sehr stabil und resistent in einem pH-Bereich von 2 bis 7.

Refraktometer zur dn/dc-Bestimmung

Die exakte Kenntnis des spezifischen Brechungsindex-Inkrement dn/dc in Lösung ist bei Lichtstreuunguntersuchungen von großer Bedeutung. Dabei stellt das dafür erforderliche spezifische Brechungsindex Inkrement dn/dc keine universelle Konstante dar, sondern ist vielmehr eine Funktion der Wellenlänge, der Temperatur und des verwendeten Lösungsmittels. Die Detektoren der neuen Dndc-Gerätelinie sind für alle Lösungsmittel geeignet, mit verschiedenen Wellenlängen verfügbar und bis zu 80°C temperatur-stabilisiert. Dies, in Verbindung mit der druckstabilen Messzelle und dem kleinen Zell- und Kapillarvolumen, liefert sehr schnell ein rausch- und driftarmes Mess-Signal zum praxisnahen Bestimmen von dn/dc -Werten.

Weitere beachtenswerte Details sind:

- optimierte Messzeiten bei maximaler Präzision: dn/dc Werte für eine Messreihe mit 8 Konzentrationen liegen in 10 Minuten vor!
- optimiertes Totvolumen: über 40% weniger als bei vergleichbaren Geräten und damit auch bei kleinen Probenmengen einsetzbar.
- optimiert für online- und offline- Betrieb.
- optimierter Preis: bis zu 50 % unter dem was bisher üblich war – bei gleichem Messprinzip! Für kostenlose Vor-Ort-Tests stehen Geräten abrufbereit zur Verfügung.



Die neue Dndc-Gerätelinie

Kompetente Serviceanalytik

Eine 20-jährige Erfolgsstory

Seit der Firmengründung vor 20 Jahren spielte die Polymeranalytik eine wichtige und bedeutende Rolle. Während in der Anfangsphase die GPC für die eigenen Syntheseprodukte zum Einsatz kam, entschied sich PSS aufgrund der starken Nachfrage sehr bald, die Polymeranalytik auch als Dienstleistung anzubieten. Forciert durch Kundenanfragen nach umfassender Produktdiagnostik entwickelte sich dieser Dienstleistungsbereich sehr schnell zu einem weiteren wichtigen Standbein.

Mit dem damit erworbenen analytischen Know-How und den mehr als 15 permanent im Einsatz befindlichen GPC-Anlagen ist PSS heute in der Lage, nahezu alle Fragestellungen zu bedienen – sei es für die Qualitätskontrolle, für die Schadensanalyse, den Gut/Schlecht-Vergleich, für die

deren Zulieferer, Bauchemie, Nahrungsmittel-, Kosmetik- und Pharma-Industrie zeigen die Bandbreite der analytischen Arbeit.

Bedingung für die Zulassung von neuen Produkten auf Polymerbasis ist der quantitative Nachweis von



niedermolekularen Substanzen. Dazu lassen sich chromatographische Separationstechniken effektiv

Tabelle 1: Übersicht der verschiedenen Analysemethoden und deren Informationsgehalt bzw. Einsatzbereich

Analysemethode	Einsatzbereich und Information
GPC-Analyse	Probenvergleich, Molmassenverteilung, -mittelwerte, Abbauntersuchungen, Stabilitätsprüfung
GPC-Untersuchungen mit mindestens zwei Detektoren	Copolymeranalyse, Zusammensetzung von Polymerblends
Hochtemperatur-GPC	Untersuchung und Charakterisierung von Polyolefinen
GPC/ Lichtstreuungkopplung	Bestimmung absoluter Molmassen, Strukturaufklärung, Aggregate, Langkettenverzweigung
GPC/ Viskositätskopplung	Bestimmung von absoluten Molmassen, Strukturaufklärung (Mikrogele)
GPC/ FTIR-Kopplung	Additivanalyse, Copolymere, Bestimmung von Abba- und Nebenprodukten, Substanzidentifizierung
FTIR	Substanzidentifizierung
MALDI-TOF	Additivanalyse, Copolymerzusammensetzung, Bestimmung von Abba- und Nebenprodukten
2-D Chromatographie	Mehrkomponentenanalyse, Endgruppenchemie
Osmometrie	Molekulargewichtsbestimmung

Additiv-Analytik oder zur vollständigen Deformulierung von komplexen Polymermischungen. Die Entwicklung der GPC-FTIR Kopplung stellt inzwischen eine Standardmethode dar und wird routinemäßig zur Substanzidentifizierung eingesetzt. Eine über die Jahre gewachsene eigene FTIR- Spektrenbibliothek von Polymeren/Copolymeren und insbesondere von Additiven stellt ein wichtiges Hilfsmittel zur Analyseninterpretation dar. Auftraggeber aus allen industriellen Sparten wie z. B. Automobilindustrie und

nutzen, um die Polymerkomponenten von niedermolekularen Komponenten zu trennen und anschließend zu quantifizieren. Hier konnte PSS schon vielen Kunden in Europa und USA geeignete Lösungen liefern.

Ihr Ansprechpartner:

Friedhelm Gores
Teil.: 06131-96239-50
E-Mail: FGores@poylmer.de



PSS-Termine

Kurse

24.10. - 26.10.2005

27.03. - 29.03.2006

09.10. - 11.10.2006

PSS GPC-Kurs in Mainz

Intensivkurs für praktische und theoretische Kenntnisse der GPC

Messen und Tagungen

04.06. - 09.06.2005

Unesco Scool and IUPAC Conference 2005/Mauritius

Vorträge: „Polymer Characterization: size-exclusion chromatography“; „Modelling Macromolecular Chromatography: A tool to understand and predict polymer preparation“

Poster: „Determination of molar mass, structure, and aggregation of natural and synthetic polymers by advanced polymer chromatography“

20.06. - 22.06.2005

ISPAC Conference 2005/Sheffield (England)

Poster: „Novel Polymerization and Characterization of Copolymers using GPC Copolymer Analysis and 2-Dimensional Chromatography“

04.07. - 06.07.2005

7th Austrian Polymer Meeting/Graz (Österreich)

Poster: „The influence of the stationary phase polarity on GPC/SEC separations“

17.08. - 19.08.2005

Nordic Polymer Days/Göteborg (Schweden)

18.09. - 20.09.2005

Bayreuth Polymer Symposium 2005/Bayreuth

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 30. Juni 2005

Neue Detektoren zum Bestimmen der dn/dc-Werte bei PSS

schneller:

8 dn/dc-Werte in 10 Minuten bei maximaler Präzision

günstiger:

Preis 50% unter dem von vergleichbaren Geräten – bei gleicher Methode!

GPC-Tipps und Tricks (Nr. TT0204)

Wie finde ich meine richtige Probenkonzentration für die GPC?

Problem:

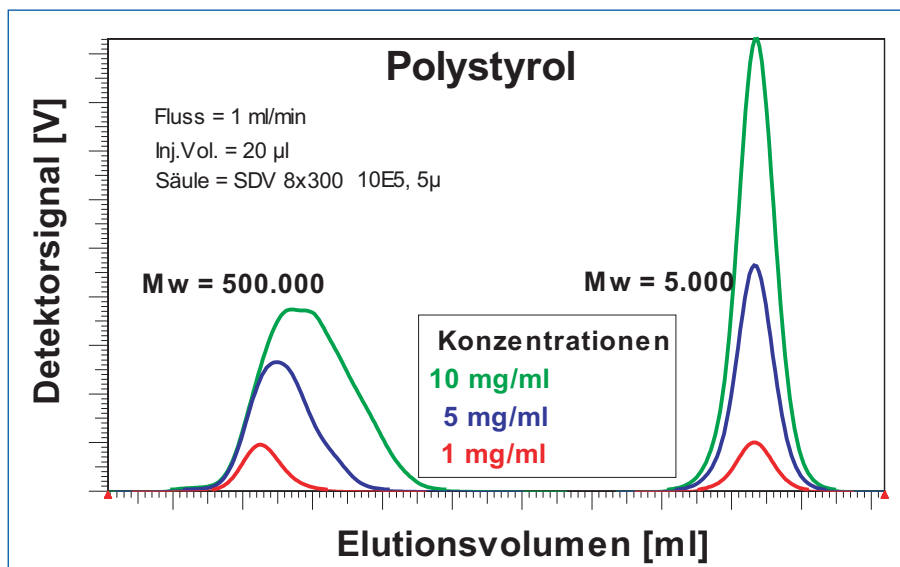
Der Peak bzw. die Signalintensität des Konzentrationsdetektors ist zu klein. Wiederfindungsrate und Detektorsensibilität können aber als Ursache ausgeschlossen werden. Häufigste Reaktion hierauf ist die Erhöhung der Konzentration oder des Injektionsvolumens. Beides führt zu einem größeren Messsignal.

Bis zu welcher Größe kann ich die Konzentration erhöhen und was sind die Konsequenzen einer „falsch“ gewählten Konzentration?

Übliche Konzentrationen in der GPC für breitverteilte, technische Proben liegen im Bereich von 0,1 bis 10 g/l bei Injektionsvolumina von 2 bis >100 µl. In der Praxis haben sich 2-3 g/l bewährt. Grundsätzlich muss unterschieden werden ob hochmolekulare oder niedermolekulare Proben vermessen werden.

Neben der Peaklage (Retentionsvolumen) wird auch die Peakform von der Einwaagekonzentration beeinflusst. Die Probenkonzentration sollte solange herabgesetzt werden, bis Peaklage und Peakform konstant sind und sich nur noch die Peakfläche als Funktion der Konzentration ändert (siehe Abb.).

Wird das Detektorsignal zu klein, kann alternativ das Injektionsvolumen vergrößert werden. So wird sichergestellt, dass das Signal/Rausch Verhältnis groß genug ist (siehe auch DIN 55672-1). Im Extremfall (bei sehr hohen Molmassen von mehreren Millionen) können so, bei einer Probenkonzentration von 0,1 g/l bis zu 250 µl injiziert werden. Bei kleinen Molekülen können problemlos höhere Konzentrationen verwendet werden (bei breitverteilten Proben durchaus bis zu 10 g/l). Hier spielt der Viskositätseffekt keine wesentliche Rolle.



Abhängigkeit des Elutionsvolumens als Funktion der Konzentration für unterschiedliche Molmassen

Im Allgemeinen führen große Molmassen zu höheren Viskositäten in Lösung. Ein hochviskoser Lösungsmittelpfropf (zu große Probenmenge) führt zu einer deutlich verzögerten Retentionszeit und somit zu scheinbar kleineren Molmassen. Bei kleinen Molmassen ist das Konzentrations- und Viskositätsproblem weniger ausgeprägt. Hohe Konzentrationen verbessern zwar das Signal/Rausch-Verhältnis, eine exakte Molmassenbestimmung gelingt jedoch nicht unbedingt. Ein großes Signal ist nicht immer ein gutes Signal! (siehe Abb.)

Wie geht man nun in der Praxis am Besten vor, um die Analyse im optimalen Konzentrationsbereich durchzuführen?

Fazit:

- zu hoch gewählte Konzentrationen können zu falschen Molmassen führen
- bei großen Molekülen sollte die Konzentration verkleinert und das Injektionsvolumen vergrößert werden
- bei kleinen Molekülen kann mit hohen Konzentrationen und kleinen Injektionsvolumina gearbeitet werden

Ihr Ansprechpartner:

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



Applikationen

Charakterisierung von Rinderserumalbumin

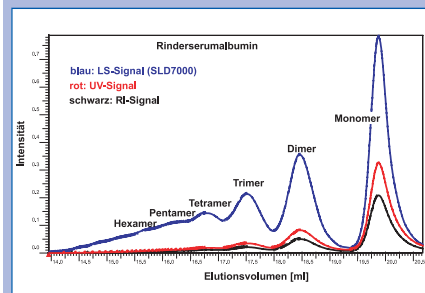
Das Rinderserumalbumin gehört zu den Proteinen, das im Blut vorkommt. Serumalbumin stellt 52-62 % des Gesamteiweißes dar und dient außer zur Osmoregulation als Protein-Reserve und wegen seines reversiblen Bindungsvermögens für lipophile Stoffe auch als Transportmittel.

Probenvorbereitung:

Zum Schutz der Säule wurde die Probe durch einen 0,45µm-Membranfilter filtriert.

Analytische Bedingungen:

Eluent: Phosphatpuffer pH=6,6;
0,3m NaCl
Säulen: 2 x PSS PROTEEMA 5µm 300Å
8 x 300mm
Kalibrierkit: Proteinstandards
Datenerfassung: PSS WinGPC
Detektoren: RI, UV,
Lichtstreu-Detektor SLD7000
Flußrate: 1.00 ml/min
Konzentration: 0,5 g/l
Injektionsvolumen: 25µL
Temperatur: 25°C



Ergebnis: Das untersuchte Rinderserumalbumin wird ausgehend vom Monomer bis hin zum Hexamer aufgetrennt. Die Lichtstreuuntersuchungen zeigen sehr schön das Potential einer modernen Proteinsäule. Im Unterschied hierzu ist die Signalintensität der Konzentrationsdetektoren hinsichtlich der höheren Assoziate weniger ausgeprägt. Ursache hierfür ist die Molekülgrößensensitivität des Lichtstreu-Detektors.

Fazit: PROTEEMA Säulen können hervorragend zur Aufreinigung oder Fraktionierung von Proteinen eingesetzt werden. Die on-line Lichtstreuung kann höhermolekulare Assoziate noch sensitiv nachweisen.

Weitere Applikationen finden Sie in unserer Applikationsdatenbank unter www.polymer.de.