

TICKER

Sie brauchen sichere und intelligente GPC/SEC Lösungen?



Für alle GPC/SEC-Anwender hat PSS erweiterbare Systeme, Dienstleistungen und Standardprodukte entwickelt, die in Übereinstimmung mit nationalen und internationalen Richtlinien, Sicherheit durch zuverlässige, genaue, konforme und nachvollziehbare GPC-Ergebnisse liefern.

Folgende Lösungen möchte PSS Ihnen im aktuellen Ticker näher vorstellen:

- Das neue SECcurity GPC-System mit präzisen Detektoren und vielen Applikationsmöglichkeiten für analytische (siehe Seite 1) und semipräparative GPC-Anwendungen (siehe Seite 6). Auch für regulierte Laboratorien ist SECcurity die richtige Wahl: einfache Qualifizierungsmöglichkeiten und Unter-

stützung während aller Qualifikationsschritte durch PSS Dienstleistungen und Lösungen wie z.B. Easy-Valid können Ihren persönlichen Anforderungen entsprechend kombiniert werden.

- PSS Lösungen für fortschrittliche, zerstörungsfreie Charakterisierung von Biopolymeren und Proteinen mit Lichtstreu-Detektion (siehe Seite 3).
- PSS GPC/SEC-Säulen mit höchster Trenneffizienz für analytische, micro, präparative und HighSpeed-Anwendungen: für wechselwirkungsfreie Chromatographie, selbst bei schwierigen Proben (siehe Seite 4).

PSS veranstaltet am 13.11.2007 ein **Seminar für GPC/SEC-Säulen-anwender**. Anmeldeunterlagen und Programm können Sie über Seite 5 anfordern.

Intelligente Detektion mit PSS SECcurity

Das modulare PSS SECcurity GPC1200-System unterstützt die unterschiedlichsten online-Detektortypen für aussagekräftige GPC/SEC-Ergebnisse. Durch Kombination der SECcurity Detektortypen läßt sich das Methodenpotential des Systems jederzeit konsequent erweitern und ausbauen.

Die PSS SECcurity Detektoren lassen sich prinzipiell in zwei Klassen einteilen. Der Einteilung liegt die Response des Detektors auf die zu untersuchende Substanz zugrunde, die mit einer einfachen Formel beschrieben werden kann:

$$SI = K_{Det} \cdot k_{pr} \cdot m_{inj} \cdot M^x$$

SI	Signalintensität
K_{Det}	Detektorkonstante
k_{pr}	stoffspezifische Konstante
m_{inj}	injizierte Masse

M Molmasse

wobei gilt:

$x = 0$ für Konzentrationsdetektoren und

$x \neq 0$ für molmassensensitive Detektoren

SECcurity Konzentrationsdetektoren

SECcurity benötigt für die Auswertung, wie alle anderen analytischen Systeme auch, mindestens einen Konzentrationsdetektor, zum Beispiel einen UV- oder einen Diodenarray- (DAD), einen Brechungsindex- (RID) oder einen Verdampfungslichtstreu-Detektor (ELSD).

Mit Konzentrationsdetektoren können folgende Größen bestimmt werden:

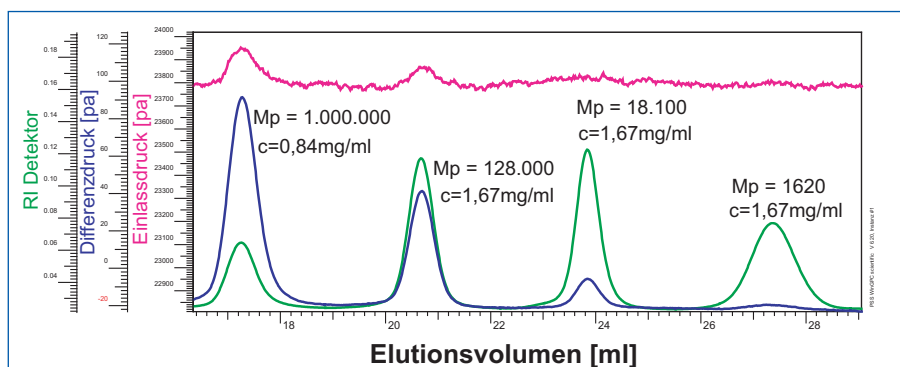
- Molmassenmittelwerte und Molmassenverteilung basierend auf einer Kalibration mit Molmassenstandards/Referenzmaterialien
- Gehaltsbestimmung von Restmonomer, Restlösungsmittel oder Additiven

Die Top-Themen

- 1 Sie brauchen sichere und intelligente GPC/SEC Lösungen?
- 2 Intelligente Detektion mit PSS SECcurity
- 3 Wie denaturieren Proteine?
- 4 Wechselwirkungsfreie GPC/SEC - auch für Polykationen
- 5 PSS Kompetenz-Fax
- 6 Semipräparative GPC/SEC mit SECcurity

» Lesen Sie weiter auf Seite 2

Intelligente Detektion mit PSS SECcurity



Analyse einer Polystyrol-Mischung (4 Molmassen) auf dem PSS SECcurity GPC System mit Brechungsindex (RI)- und online Viskositätsdetektion (ETA2010). Selbst bei den hier verwendeten, in der GPC üblichen, niedrigen Konzentrationen kann der niedermolekularste Standard dank der asymmetrischen Brücke einwandfrei detektiert werden.

- Copolymerzusammensetzung oder chemische Heterogenität (nur zugänglich mit 2 Konzentrationsdetektoren im System)
- Konzentration im chromatographischen Streifen (absolut notwendig zur Auswertung der Daten molmassensensitiver Detektoren)
- 2D-Chromatographie Konturplots

Die SECcurity Konzentrationsdetektoren zeichnen sich besonders durch folgende Eigenschaften aus:

- Kleine Zellvolumina vermeiden Bandenerweiterung in den Detektorzellen
- Schnelle Stabilisierung, auch nach Lösungsmittelwechsel
- Ausgezeichnete Empfindlichkeit und Basislinienstabilität
- Hervorragende Lösungsmittelbeständigkeit gegenüber allen GPC-Lösungsmitteln inklusive HFIP
- Einfache und praxisnahe Bedienung mit automatisch ausführbaren Endbedingungen am Ende der Sequenz
- Wartungs-Frühwarnsystem für sicheren und störungsfreien Dauerbetrieb

SECcurity Molmassensensitive Detektoren

SECcurity bietet zwei verschiedene molmassensensitive Detektoren: den Mehrwinkellichtstreuungsdetektor (MALLS) SLD7000 und das Differentialviskosimeter ETA2010. Mit Hilfe von molmassensensitiven Detektoren ist eine Bestimmung der Molmasse auch ohne Erstellung einer Kalibrierkurve aus chemisch äquivalenten Molmassenstandards möglich. Zudem erlauben die SECcurity Detektoren auch noch die Bestimmung von Verzweigungen, Strukturaussagen und ermöglichen die umfangreiche Charakterisierung von Aggregaten und Agglomeraten.

Molmassensensitive Detektoren benötigen zur Auswertung der Daten immer einen zusätzlichen Konzentrationsdetektor. Die Kombination von SLD7000 und ETA2010 fügt automatisch Triple-Detektion und

Triple *plus*-Detektion zum SECcurity System hinzu. Die SECcurity Molmassensensitiven Detektoren zeichnen sich besonders durch folgende Eigenschaften aus:

Viskosimeter ETA2010:

- Höchste Empfindlichkeit, selbst bei kleinen Molmassen und Konzentrationen, aufgrund der asymmetrischen Brücke 80/20. Nur 20 % der Probe werden im Lösungsmittelzweig verdünnt, 80 % der Probe kann damit im Probenzweig detektiert werden
- Lösungsmittelresistente, hysteresefreie und rauscharme Hastelloy Druckaufnehmer für störungsfreien Dauerbetrieb
- Elektronisch geschützte Druckaufnehmer für sicheren Betrieb
- Im Vergleich zu anderen Viskosimetern: um 100 % reduzierte Analysenzeit durch Verwendung von Rückhaltereservoirs

MALLS Detektor SLD7000:

- Gleichzeitige Messung der Streuintensität bei 7 Winkeln (35° - 145°)
- Zylindrische Zelle mit index matching führt zu niedrigster Apertur und lösungsmittelunabhängigen Streuwinkeln
- Kleines Zell- und Streuvolumen
- Intelligentes vertikales Zelldesign verhindert Streustrahlung durch Staub oder Partikel und vermeidet aufwendige Zellreinigungsprozeduren

Neben den aufgeführten Detektoren steht zur Substanzidentifizierung auch noch ein FTIR/MALDI-Interface zum Anschluß an SECcurity zur Verfügung.

Ihr Ansprechpartner:

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



PSS-Intern

Ihr neuer Ansprechpartner



PSS investiert weiter in neue Mitarbeiter. Seit 01.02.2007 verstärkt Dr. Jürgen Paulsdorf unser Software- und GPC-Anlagen-Team. Er ist verantwortlich für GPC- Geräte und molmassensensitive Detektoren wie auch für Software. Dr. Jürgen Paulsdorf ist Chemiker und hat fünf Jahre Erfahrung im Bereich analytische Applikationen.

Tel.: 06131-96239-44
E-Mail: JPaulsdorf@polymer.de

www.polymer.de – Neue Webseite!

Ende September 2007 wird PSS eine neue Homepage mit verbesserter Navigation und leistungsstarken Suchfunktionen freischalten.

PSS stellt dort seine umfassende Produktpalette für die makromolekulare Charakterisierung in der Flüssigkeitschromatographie vor:

- up-to-date GPC-Hardware und -Softwarelösungen
- Hochleistungs-Säulen und Trenntechniken
- größte Bandbreite an makromolekularen Referenzmaterialien
- Auftragsanalyse von Makromolekülen
- Dienstleistungen, Dokumentationen, Applikationen und Schulungen



JPMorgan Chase Corporate Challenge

Drei Frauen und vier Männer bildeten das erfolgreiche PSS-Team beim Firmenlauf in Frankfurt am 13.06.2007.



Wie denaturieren Proteine?

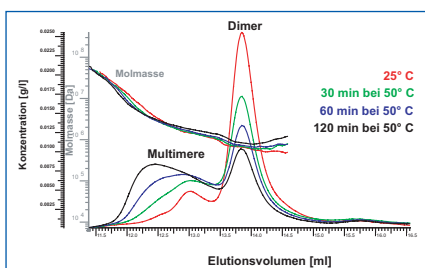


Abb. 1: Veränderung des hydrodynamischen Volumens (Konzentrationsignal) und die resultierende Molmasse des Thyroglobulins als Funktion der Temperatur. Die rote Kurve stellt das Ausgangs-Protein einschließlich der Aggregate dar.

Proteine in ihrer ursprünglichen Form sind in eine einzigartige 3-dimensionale Struktur gefaltet, die von hydrophoben und elektrostatischen Wechselwirkungen stabilisiert wird. Der Denaturierungsprozess ist der Übergang dieser natürlichen 3-dimensionalen Struktur in eine zufällige Knäuelstruktur. Während dieses Vorgangs werden Sekundär- und Tertiärstruktur zerstört. Denaturierung kann zum Beispiel durch Variation von Parametern wie pH-Wert oder Temperatur ausgelöst werden. Für diese Untersuchung wurde eine Thyroglobulin-Probe ($M = 670.000$ Da, Sigma) über 30, 60 und 120 min einer Temperatur von $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ausgesetzt. Anschließend wurden diese Proben mit GPC/SEC-Lichtstreuung (MALLS) vermessen.

Die Kopplung von GPC/SEC mit Lichtstreuung ist eine ausgezeichnete Methode um den Strukturübergang bei Proteinen zu studieren. Zuerst wird mit Hilfe der GPC/SEC-Säulen das Protein in Monomere und höhere Aggregate aufgetrennt, anschließend wird online mit dem MALLS-Detektor gleichzeitig die Molmasse und die Struktur bestimmt.

Experimentelle Bedingungen GPC-Analyse

System:	PSS SECcurity GPC1200 mit RI-, UV- und SLD7000 MALLS
Säulen:	PSS PROTEEMA $5\text{ }\mu\text{m}$ $100\text{ }\text{\AA}$ + $300\text{ }\text{\AA}$ (je $8 \times 300\text{ mm}$)
Eluent:	Phosphatpuffer (34 mmol/l), NaCl 0.5 mol/l , pH 6.6
Flußrate:	1 ml/min
Konzentration:	1 g/l
Injektionsvolumen:	20 μl
Temperatur:	$25\text{ }^{\circ}\text{C}$
Datenerfassung:	WinGPC Unity Software mit MALLS-Modul

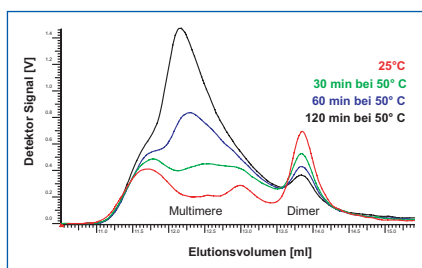


Abb. 2: Denaturierung des Thyroglobulins als Funktion der Temperatur, 90° Lichtstreuungssignals des MALLS-Detektors. Die rote Kurve beschreibt das Ausgangs-Protein einschließlich der Aggregate.

Ergebnisse

Abbildung 1 zeigt die Überlagerung der gemessenen Konzentrationen sowie die mittels MALLS online gemessenen Molmassen für die nicht-behandelte (rot) und die über verschieden lange Zeiten auf $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ erwärmte Probe. Sofort zu erkennen ist die Abnahme des Dimer-Signals sowie die Verschiebung zu niedrigeren Elutionsvolumina hin. Dies läßt sich durch den Übergang von einer sehr kompakten, globulären zu einer weniger dichten Knäuelstruktur erklären, die ein größeres hydrodynamisches Volumen hat und damit früher eluiert.

Das Verhalten Molmasse zu Elutionsvolumen bleibt bei den unterschiedlich lang erhitzten Proben hingegen konstant, da sich nur Sekundär- und Tertiärstruktur ändern. Nach 120 Minuten hat eine 50 % Denaturierung der Ketten stattgefunden. Dimere und Aggregate scheinen gleichzeitig zu denaturieren. Der generelle Anstieg der Molmassen bei kleinerem Elutionsvolumen, unabhängig von der Struktur, hängt damit zusammen, dass sich Proteinassoziate bilden. Das 90° Lichtstreuungssignal (vgl. Abbildung 2) bestätigt den Abbau der Dimere und den Anstieg der denaturierten assoziierten Struktur als Funktion der Temperatur.

Fazit

GPC/SEC-MALLS-Kopplung ist eine hervorragende Methode um den Prozeß der Proteindenaturierung zu untersuchen und zu verfolgen. GPC/SEC erlaubt die Trennung der Assoziate (Dimer, Trimer etc.) sowie die Gehaltsbestimmung, MALLS ermöglicht die zusätzliche und unabhängige online-Bestimmung der Molmassen.

Ihr Ansprechpartner:

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



Neuheiten

Membran Standards

PSS bietet ab sofort drei verschiedene Referenzstandards für die schnelle und robuste GPC/SEC-Charakterisierung von Membranen in deren natürlichen Umgebung (gequollener Zustand) an. Diese Referenzstandards können benutzt werden um eine Stammlösung für Filterexperimente anzusetzen (siehe auch Fachbeitrag von P. Kilz und M. Viktorin in LCGC April 2007 bzw. <http://www.lcgceurope.com/lcgceurope/article/articleDetail.jsp?id=414754&pageID=1&sk=&date=>).

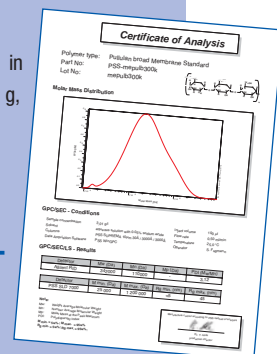
Die Membranstandards zeichnen sich aus durch:

- die breite Molekulargewichtsverteilung
- die Molmassenmittelwerte M_w und M_n
- die integrale Molmasseninformation M_{min} , M_{max}
- die Trägheitsradien $R_{g,min}$ und $R_{g,max}$

Folgende Membranstandards sind erhältlich:

- Lineare Polysaccharide (Pullulan):
Best.-Nr.: PSS-mepulb300k (M_w : 300 000 Da)
- Verzweigte Polysaccharide (Dextran):
Best.-Nr.: PSS-medxtb70k (M_w : 70 000 Da);
Best.-Nr.: PSS-medxtb2m (M_w : 2 000 000 Da)
- Polystyrol: Best.-Nr.: PSS-mepsb200k (M_w : 200 000 Da)

Die Membranstandards sind in Mengen von 50 g, 100 g, 250 g, 500 g erhältlich.



Premium Software-Support-Vertrag für WinGPC Unity

Mit diesem Vertrag erhalten alle Benutzer eine bevorzugte Unterstützung für die PSS WinGPC Unity und aller damit verbundenen Module.

Im Lieferumfang sind zusätzlich enthalten:

- kostenlose Patches
- kostenlose Updates
- bevorzugte Unterstützung über Telefon, Fax, Email, Brief und Internet für 2 autorisierte Anwender
- garantierte Reaktionszeiten (< 24 h)
- Änderungs-Mitteilungen und vorrangige, zeitnahe Informationen zu neuen Lösungen
- Preisnachlass auf alle PSS Standardschulungen
- kostenloser Zugang zu PSS Datenbanken für Applikationen und Softwaretools
- kostenlose NetViewer-Konferenzschaltungen (online Software-Support)

Best.-Nr.: 899-0009

Wechselwirkungsfreie GPC/SEC - auch für Polykationen

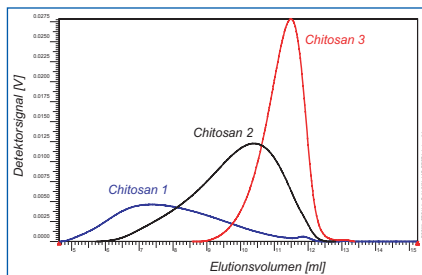
Polykationen sind eine Produktklasse, die bisher mit GPC/SEC nur schwer zu charakterisieren war. Starke Wechselwirkungen zwischen der Probe und den in der wässrigen GPC/SEC üblichen Methacrylat-Phasen stehen im deutlichen Widerspruch zum für die GPC/SEC geforderten Trennmechanismus. Zwar existiert für Polyanionen ein ähnliches Problem, dieses kann aber in den allermeisten Fällen durch Zusatz von Salz zur mobilen Phase überwunden werden. Bei Polykationen funktioniert dieser einfache Ansatz leider nicht. Für die Analyse von Polykationen, wie Cyclodextrinen, Chitosanen und Poly(2-vinylpyridin) musste deshalb eine andere Lösung gefunden werden.

Für die Entwicklung dieser Applikationen wurden bei PSS zwei Optionen diskutiert:

Option 1: Modifizierung der Oberfläche einer vorhandenen wässrigen stationären Phase. Durch Aufbringen von kationisch geladenen Gruppen wird eine repulsive Wechselwirkung erzeugt; Polykationen werden von der Oberfläche der stationären Phase abgestoßen.

Option 2: Entwicklung eines völlig neuen Gelmaterials mit neutraler Oberfläche, die sowohl attraktive als auch repulsive Wechselwirkungen bestmöglich unterbindet.

Tabelle 1 zeigt eine Gegenüberstellung der Vor- und Nachteile beider Optionen. Nach dieser Analyse hat sich PSS für die Entwicklung eines völlig neuen Gelmaterials (Option 2) entschieden. PSS NOVEMA ist das Resultat dieser Entwicklung, die bereits sehr erfolgreich in vielen Analytiklabors eingesetzt wird.



Überlagerung der Elugramme von 3 verschiedenen Chitosan-Proben auf PSS NOVEMA Säulen.

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Günter Reinhold
Tel: 06131-96239-90
E-Mail: GReinhold@polymer.de



Vergleich Entwicklungsstrategien für Polykationen-Säulenmaterialien

	Option 1	Option 2
Strategie	Kationische Modifizierung existierender GPC/SEC Phase	Herstellung einer neuen stationären Phase mit neutraler Oberfläche
Wirkungsweise	Verhindert attraktive Wechselwirkung durch künstlich hinzugefügte repulsive Wechselwirkung	Neutrale Oberfläche verhindert attraktive und repulsive Wechselwirkungen
Vorteile	<ul style="list-style-type: none"> Einfache Synthese der stationären Phase Endprodukt benötigt keinen Salzzusatz für die Chromatographie 	<ul style="list-style-type: none"> Verhindert attraktive und repulsive Wechselwirkung In Übereinstimmung mit den Anforderungen an GPC/SEC-Trennmechanismus Voraussetzungen für universelle Kalibration sind erfüllbar Erlaubt Vergleich von Polykationen mit neutralen Polymeren oder mit Polykationen mit geringer Ladungsdichte Einfache GPC/SEC-Methodenentwicklung Ein Lösungsmittelsystem für die überwiegende Mehrzahl aller Polykationen Zugängliches Porenvolumen wird auch voll ausgeschöpft Hohe Auflösung durch optimiertes Porenvolumen
Nachteile	<ul style="list-style-type: none"> GPC/SEC Methode benötigt Zusatz von organischen Modifiern und Säure Künstlicher Aufbau von repulsiven Wechselwirkungen Aufhebung der Grundvoraussetzung für die universelle Kalibration Die Trennung erfolgt nicht mehr ausschließlich nach der Größe der Polymere in Lösung Das zugängliche Porenvolumen wird künstlich reduziert Polyanionen können das Säulenmaterial dauerhaft schädigen 	<ul style="list-style-type: none"> Erhöhter Entwicklungsaufwand für die Synthese einer neuen Phase GPC/SEC Methode benötigt Zusatz von Salz und Säure
Applikationsbeispiele	Cyclodextrin: 75/20/5 H ₂ O, MeOH, AcH ⁺ Aminiertes Chitosan: 95/5 H ₂ O, AcH ⁺	Cyclodextrin: H ₂ O, 0.1 M NaCl, 0.1%TFA** Aminiertes Chitosan: H ₂ O, 0.1 M NaCl, 0.1%TFA** Chitosan (siehe Beispiel 1): H ₂ O, 0.1 M NaCl, 0.1%TFA** Poly(2-vinylpyridin): H ₂ O, 0.1 M NaCl, 0.1%TFA** Poly(DADMAC): H ₂ O, 0.1 M NaCl, 0.1%TFA**

* Viscotek Applikation auf ViscoGel PolyCat Säulen

**PSS Applikation auf NOVEMA, weitere Applikationen: www.polymer.de, Knowledge Bank.

PSS-Termine

20.09.2007

WinGPC-Anwendertreffen in Mainz

Softwarekurse in Mainz:

24.09.2007

WinGPC ReportDesigner-Schulung

25.09.2007

WinGPC Basistraining

26.09.2007

WinGPC Schulung Molmassensensitive Detektion

27.09.2007

WinGPC Schulung SystemPilot

28.09.2007

WinGPC Schulung Compliance Pack

GPC-Kurs in Mainz:

15.10. – 17.10.2007

ausgebucht

03.03. – 05.03.2008

13.10. – 15.10.2008

Intensivkurs für praktische und theoretische Kenntnisse der GPC

Messen und Tagungen

02.09. – 07.09.2007

International Symposium on Ionic Polymerization 2007; Kloster Banz, Bayreuth

Bitte besuchen Sie unseren Stand

09.09. – 11.09.2007

Bayreuther Polymer Symposium, Bayreuth
Bitte besuchen Sie unseren Stand

16.09. – 19.09.2007

Wissenschaftsforum Chemie 2007, Ulm
Vortrag Dr. Martina Adler: Chromatographische Methoden zur Analyse von komplexen hydrophilen Polymeren (19.09.2007 11.30-11.50 Uhr; Hörsaal 13)

25.09. – 28.09.2007

Ilmac; Basel, Switzerland, Stand: A91 in Halle 1.1

20.11. – 21.11.2007

8. Würzburger Tage der Instrumentellen Analytik in der Polymerchemie; Würzburg
Vortrag Dr. Thorsten Hofe: Moderne LC-Polymeranalytik mittels LC-Kopplung und 2D-Chromatographie

01.04. – 04.04.2008

Analytica 2008; München

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 • www.odd.de

Ihre Anschrift

Name:

Firma:

Abteilung:

Straße:

Ort:

Tel.:

Fax:

E-Mail:

Ich möchte Informationen über

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

Bitte gewünschtes Informationsmaterial ankreuzen.

Damit...

...wir Sie gezielt 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:

- allgemeine 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

GPC/SEC-Säulen Anwendertreffen

Am 13.11.2007 im Novotel Mainz

Themen:

- Von der Gelsynthese bis zur Applikation
- Säulenpolarität
- spezielle Säulendimensionen und Trägermaterialien
- Auflösung, Trennbereich und Analysenzeit

Nachmittags finden verschiedene Workshops statt

Die Veranstaltung ist kostenlos

- Bitte schicken Sie mir Programm und Anmeldeformular**

Semipräparative GPC/SEC mit SECcurity

GPC/SEC wird in Qualitätskontroll- und Forschungslaboratorien zur Bestimmung von Molekulargewichten eingesetzt. Zusätzlich wird GPC/SEC aber auch zur Fraktionierung von Proben eingesetzt. Neben der Aufreinigung von mehreren hundert Gramm einer Probe in der Prozesschromatographie gibt es viele Anwendungen, die nur eine Fraktionierung in kleinem Umfang erfordern. Typische Anwendungen sind zum Beispiel die Anreicherung oder Aufreinigung von Produkten aus der organischen Synthese oder die Präparation von Proben für spektroskopische oder weitere analytische Untersuchungen, z.B. Infrarotspektroskopie, NMR, Massenspektrometrie oder Elementaranalyse. Diese Problemstellungen können mit Hilfe der semipräparativen GPC/SEC effektiv und unkompliziert gelöst werden.



Abb. 1: Semipräparatives SECcurity GPC/SEC-System

Das neue PSS SECcurity GPC/SEC System kann sowohl für die Molmassenbestimmung als auch für semipräparative Fraktionierungen eingesetzt werden. Auch ein schon vorhandenes analytisches SECcurity System kann, mit nur geringen Investitionskosten in ein leistungsfähiges semipräparatives GPC/SEC System umgewandelt werden. Danach stehen dann beide Methoden alternativ zur Verfügung.

Für die Umwandlung zum semipräparativen System werden erst einmal nur eine oder mehrere präparative GPC/SEC Säulen benötigt, sowie die Möglichkeit, größere Probenmengen zu injizieren. Durch einen Fraktionssammler kann der Fraktionierungsprozess leicht automatisiert werden.

Eine typische semipräparative GPC/SEC Säule hat eine Dimension von 20 x 300 mm. Der optimale Fluss liegt bei 6,25 ml/min. Diese Flussrate kann mit den meisten analytischen GPC-Systemen leicht realisiert werden. Bedingt durch den gleichen Säulenaufbau der PSS Säulen können Trennmethode auf einer analytischen Säule entwickelt und direkt auf den semipräparativen Maßstab übertragen werden. Das hat den Vorteil, dass bei eventuellen Flussbereichs-limitierungen des

Detektors die Fraktionierung auch ohne Detektion erfolgen kann. PSS bietet eine Vielzahl von präparativen GPC/SEC Säulen an (siehe dazu auch Katalog PSS Referenzmaterialien und LC-Säulen).

Ein größeres Injektionsvolumen wird entweder durch Wechsel der Probenschleife des manuellen Injektionsventils oder durch Umrüstung des Autosamplers mit dem semi-präparativen Upgrade-Kit erhalten. Das typische Injektionsvolumen für präparative GPC/SEC liegt bei 1 ml.

Ein leistungsstarker und flexibler Fraktionssammler wie der PSS Fraktionssammler 122SB erlaubt, die Vorgehensweise bei der Fraktionierung (Hauptfraktionsschnitt, Peakerkennung, Zeit, Volumen usw.) und die Größe der Sammelgefäße der spezifischen Applikation gezielt anzupassen. Der Fraktionssammler kann auf einfache Weise auch mit Hilfe der WinGPC Unity Software und dem UDC810 Interface gesteuert werden. Jedes Mal, wenn der Fraktionssammler das Sammelgefäß wechselt, wird eine Markierung in das Rohdatendiagramm eingetragen, so dass die verschiedenen Fraktionen leicht zugeordnet werden können (siehe Abb. 2). Durch wiederholte automatische Injektion kann der Fraktionierungsprozess in wenigen Stunden unbeaufsichtigt durchgeführt werden. Abbildung 1 zeigt ein PSS SECcurity GPC/SEC-System mit manueller Probenaufnahme und Fraktionssammler (Die Veröffentlichung der Abbildung erfolgt mit dem freundlichen Einverständnis von H. Thijs von der Technischen Universität Eindhoven/Niederlande).

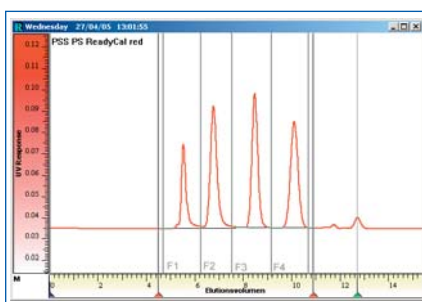


Abb. 2: WinGPC Rohdaten mit Fraktionsmarken

Gerne berät PSS Sie bei der Klärung der Frage, ob Ihr Anwendungsproblem mit Hilfe der semipräparativen GPC/SEC gelöst werden kann und helfen Ihnen auch bei der Auswahl der geeigneten Geräte und GPC Säulen.

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Hans-Ulrich Ehmcke

Tel.: 06131-96239-32

E-Mail: UEhmcke@polymer.de



Applikationen

Charakterisierung von Epoxidharz

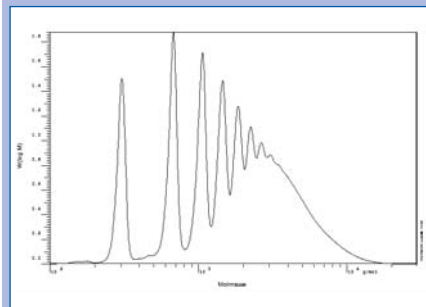
Epoxidharze sind typische oligomere Verbindungen, die mehr als eine Epoxidfunktion haben. Viele Epoxidharze werden durch eine Reaktion von Bisphenol A mit Epichlorhydrin hergestellt. Sie werden für die Herstellung von Duroplasten mittels Polyaddition mit polyfunktionalen Aminen (Verstärker) oder Carbonsäuren/-Anhydrid benötigt. Einsatzgebiete sind Isolierungen, Beschichtungen, Plastikklebstoffe und Versiegelungen.

Probenvorbereitung:

Die Probe wurde für 12 Stunden gelöst und durch einen 0.45 µm Membranfilter filtriert.

Analytische Bedingungen

Eluent:	THF
Säulen:	PSS SDV 5 µm 100 Å + 1 000 Å + 10 000 Å (je 8 x 300 mm) + Vorsäule
Kalibrationskit:	PSS ReadyCal Polystyrol low (Mp: 266 - 67 500 g/mol)
Datenerfassung:	PSS WinGPC Unity
Detektor:	SECcurity GPC1200 RI
Flußrate:	1.0 ml/min
Konzentration:	5.0 g/l
Injektionsvolumen:	20 µl
Temperatur:	25° C



Molmassenverteilung einer Epoxidharzprobe

Ergebnisse:

Bei obigen analytischen Bedingungen und der SDV Säulenkombination ist eine Trennung der Oligomere bis P8 möglich.

Fazit:

Charakterisierung von Epoxidharzen erfordert Säulen mit einer hohen Auflösung in niedermolekularen Bereich. Mit einer speziell aufeinander abgestimmten Säulenkombination ist die Oligomerverteilung auflösbar.