

PSS-TICKER

Aktuelle Nachrichten von PSS Polymer Standards Service GmbH



Ausgabe: Frühjahr 2001

WINGPC® Report Designer

Schnell, flexibel, schön - Ergebnisse mit dem PSS WINGPC® Report Designer

Die Gelpermeationschromatographie, kurz GPC, ist eine Methode zur Polymercharakterisierung, die eine ganze Reihe unterschiedlicher Möglichkeiten zur Untersuchung von Molekülen in Lösung bietet. Aus dieser Einsatzvielfalt ergibt sich aber auch, dass verschiedene Anwender durchaus voneinander abweichende Anforderungen an die Ergebnisausgabe stellen.

Mit dem WINGPC® Report Designer können Sie nun selbst Ihre eigenen Reports mit persönlichen Ergebnistabellen und Grafiken entwerfen.

Dabei können Sie ganz gezielt nur die für Ihre Anwendungen relevanten Daten und Abbildungen ausgeben und nach eigenen Vorstellungen oder firmeninternen Vorgaben im Report selbst anordnen.

In unserem Beispiel (vgl. Abb. 1) finden Sie zwei verschiedene Abbildungen aus WINGPC®: im oberen Bereich das Elugramm und in der Mitte die Massenverteilung. Dazu wurden ausgewählte Methodeninformationen beim Elugramm sowie eine selbsterstellte Ergebnistabelle bei der Massenverteilung platziert. Als Ergebnis werden hier M_n , M_w sowie die Polydispersität ausgegeben. Alle weiteren Ergebnisse wurden nicht aufgeführt, stehen aber natürlich wie gewohnt in WINGPC® zur Verfügung. Sollten Ihnen die Informationen auf dieser Seite nicht genügen, beispielsweise wenn Sie zusätzliche Daten aus der Kalibrierkurve, dem HPLC-Modus usw. aufzeigen wollen, können Sie auch mehrseitige Reports erstellen.

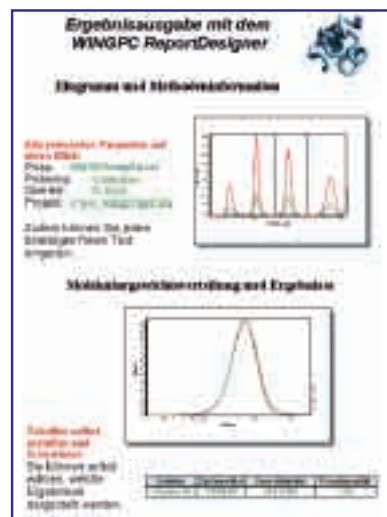


Abb. 1: Beispiel eines mit dem Report Designer erstellten Reports

Bei der Entwicklung des Designers haben wir vor allem auf eine einfache Bedienung Wert gelegt. Sie erstellen einmalig ein oder mehrere Layouts, indem Sie die Abbildungen und Variablen aus WINGPC®, die direkt im Designer abrufbar sind (s. Abb. 2), mittels Drag & Drop in den Report einfügen. Diese können Sie dann wie gewohnt zum Beispiel hinsichtlich Zahlendarstellung, Schrifttyp und Farbe formatieren.

Fortsetzung auf Seite 2

Inhalt:

- Seite 1: PSS WINGPC® Report Designer
- Seite 2: PSS WINGPC®, PSS Intern, Termine
- Seite 3: PSS GPC - Säulen, Applikationen
- Seite 4: LC-Maldi/MS und FTIR, Neue Produkte
- Seite 5: Bestellformular
- Seite 6: PSS ScanRef Dualdetektor





PSS Intern

Das PSS WINGPC® Anwendertreffen am 12. Oktober 2000 in Mainz

Wie bei den Anwendertreffen zuvor war die Resonanz auch bei diesem Treffen äußerst positiv. Nach der allgemeinen Vorstellung der neuen Funktionen von PSS WINGPC® 6 erfolgte eine Live-Demonstration der neuen Automatisierungsroutine (Automatische Kalibration, Rekalibration und Auswertung) unter Verwendung der PSS HighSpeed-Säulen™. Anschließend konnten die Teilnehmer in Gruppenarbeit direkt am Computer gemeinsam mit einem PSS-Mitarbeiter eigene Problemstellungen diskutieren und die von PSS vorgeschlagenen Lösungen sofort ausprobieren. Gegen Ende des Treffens wurden noch die neuen PSS-Konzepte für GPC-Gesamtlösungen vorgestellt: Neben dem PSS WINGPC® LAN-Interface wurde hier auch das Prinzip des PSS LabManagers erläutert, der die Probenverwaltung deutlich erleichtern soll.

Allen Teilnehmern nochmals herzlichen Dank für die aktive Mitarbeit, die konstruktive Kritik und die gute Zusammenarbeit.

Seit dem 1. November 2000

vertritt die CP-Analytica GmbH (Industriestraße 7-9, A-2201 Hagenbrunn) unsere Produkte in Österreich und Ungarn

CP-ANALYTICA

Tel: 0043-2246-283510
Fax: 0043-2246-28468
email: info@cp-analytica.at
Webpage: <http://www.cp-analytica.at>

Vom 21. bis 24. Januar

fand sich im Dorint Hotel Mainz eine Gruppe von Anwendern zu unserem GPC-Intensivkurs ein. Der ständige Wechsel von Theorie und Praxis ermöglichte Lehren mit Spass, was die vielen Gespräche in den Pausen zwischen Teilnehmern und Übungsleitern bestätigte. Positiv hervorgehoben wurde, dass zwischendrin genügend Zeit vorhanden war, um spezielle chromatographische Fragestellungen mit unseren erfahrenen GPC-Spezialisten zu diskutieren. Allen Teilnehmern ein herzlicher Dank für die aktive Mitarbeit und konstruktive Kritik.



Fortsetzung von Seite 1

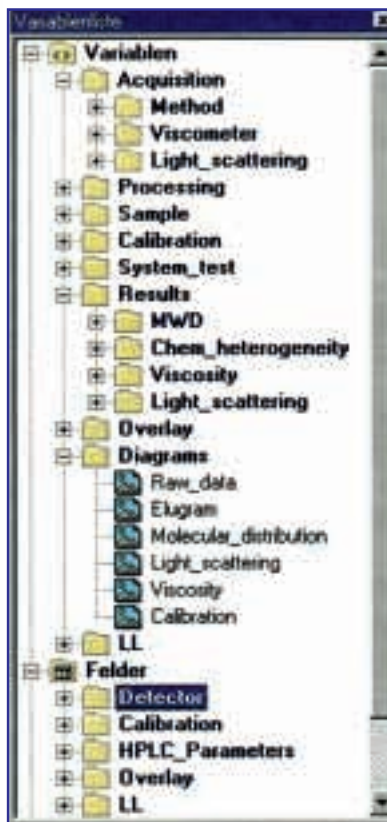


Abb. 2: Liste der WINGPC®-Variablen und Abbildungen im Report Designer

Neben den vordefinierten WINGPC®-Variablen können Sie ebenfalls freien Text eingeben oder aber Firmenlogos und Abbildungen aus anderen Anwendungen integrieren. Sehr vielseitig sind auch die Ergebnistabellen, mit denen es unter anderem auch möglich ist, einen Mittelwert als Ergebnis aus mehreren Einzelmessungen auszugeben.

Nach der Erstellung der Layouts können Sie Ihre Reports wie gewohnt direkt aus WINGPC® ausdrucken. Dabei können, neben dem Ausdruck an sich, auch Dateien im HTML- oder JPEG-Format zum Versand via Internet oder Intranet ausgegeben werden.

Impressum

Herausgeber:

PSS Polymer Standards Service GmbH

Postfach 3368 • D-55023 Mainz

Tel.: 06131 - 9 62 39 - 0

Fax: 06131 - 9 62 39 - 11

e-mail: info@polymer.de • www.polymer.de

Design + Layout:

www.sintaeks.de, Mainz

Ihr Nutzen auf einen Blick:

Mit dem neuen WINGPC® Report Designer, den Sie ab sofort als Modul zur WINGPC® erhalten, können Sie einfach und schnell:

- ein- oder mehrseitige Reports nach Ihren Anforderungen, Wünschen und Ideen entwerfen
- alle Variablen und Abbildungen aus WINGPC® einfach per Drag & Drop einfügen
- Ergebnistabellen erstellen und formatieren
- Firmenlogos und Abbildungen aus anderen Anwendungen integrieren
- freien Text eingeben und formatieren
- eigene Reports direkt aus WINGPC® drucken, in HTML-Dokumente konvertieren oder als JPEG mailen

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Daniela Held



Tel.: 0 61 31 / 96 23 9-40

e-mail: dheld@polymer.de

Nähere Informationen:

www.polymer.de/News/fdesigner.htm

oder per Infotax auf Seite 5.

Termine

InCom, Düsseldorf **27-29.03.2001**

10th Symposium on Handling of Environmental and Biological Samples in Chromatography, Universität Mainz **01.-04.04.2001**

Neue Methoden der Polymeranalytik, Max-Planck-Institut für Polymerforschung, Mainz **02.-03.04.2001**

ACS Meeting, Chigaco, IL, USA **26.-30.08.2001**

Intensivkurs für praktische und theoretische Kenntnisse der GPC im Dorint Hotel Mainz

28.-30.05.2001
08.-10.10.2001

PSS Software-Schulung zum WINGPC® Report Designer, Mainz **08.05.2001**



PSS GPC-Säulen: Das magische Dreieck

Nahezu alle Produzenten von GPC-Säulen arbeiten fieberhaft an der Entwicklung eines universell einsetzbaren GPC-Trägermaterials, das eine breite Palette an Trennungen vieler unterschiedlicher Polymertypen mit hoher Auflösung und einer breiten Variation an Eluenten ermöglicht. Die Unterschiede der Polarität der Polymere, der Lösungsmittel sowie der Trägermaterialien macht es jedoch fast unmöglich, dieses Ziel zu erreichen.

Heute ist das gebräuchlichste Trägermaterial in der GPC für organische Eluenten ein Divinylbenzol- bzw. Styrol-Divinylbenzol-Polymernetzwerk. Jedoch kommt es vermehrt zu Adsorptionsphänomenen, wenn der Eluent zunehmend polar und das Polymer immer unpolarer (attraktive Wechselwirkungen) wird oder umgekehrt (repulsive Wechselwirkungen). Beste chromatographische Bedingungen sind dann gegeben, wenn die Polarität aller drei beteiligten Komponenten ähnlich ist, gemäß der alten Weisheit "Similia similibus solvuntur".

Für Verunreinigungen im Polymer kann dieser Effekt auch ausgenutzt werden, wenn diese Produkte von der Polymerelution separiert werden sollen. Für die Ausschlusschromatographie folgt daraus, dass GPC-Trägermaterialien unterschiedlicher Polarität bereitgestellt werden müssen. Damit wird es jedoch für den Anwender zunehmend schwerer, das geeignete Trägermaterial für seine spezifischen Bedürfnisse zu finden.

PSS hat deshalb eine breite Palette polymerer Trägermaterialien entwickelt (Polyester, Polynitril, Polyol), um diese Anforderungen zu erfüllen. Eine erste Hilfe bei der Auswahl der passenden GPC-Säule bietet das abgebildete "Magische Dreieck der GPC". Grundsätzlich gilt (und das kann auch theoretisch untermauert gezeigt werden), dass immer dann die besten gelpermeationchromatographischen Bedingungen erreicht werden, wenn das innere Dreieck ein gleichseitiges ist.

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Günter Reinhold

Tel.: 0 61 31 / 96 23 9-90

e-mail: greinhold@polymer.de

Nähere Informationen:

www.polymer.de/Products/32/f32.htm

oder per Infotax auf Seite 5.



Auch für die Gelpermeationchromatographie speziell im wässrigen Eluenten wurde ein analoges Dreieck erstellt. Mit diesem magischen Dreieck wurde von PSS ein einfaches Werkzeug zur Erleichterung der Methodenentwicklung in der Ausschlusschromatographie geschaffen.

Polymere löslich im wässrigen Eluenten

Polymertyp	PSS Suprema	PSS Novema	PSS MCX
Polyanionen	+	+	•
Polykationen	-	+	-
neutrale Polymere	+	+	+
Polyethylenoxid	+	•	-
sulfonierete Polymere	•	•	+

Polymere löslich in organischen Eluenten

Eluent	PSS SDV	PSS GRAM	PSS PFG	PSS Polefin
Toluol	+	+	•	+
THF				
Chloroform				
Dimethylacetamid	•	+	•	•
Dimethylformamid				
Dimethylsulfoxid				
Trifluorethanol	•	•	+	•
Hexafluoroisopropanol				
Trichlorbenzol 150°C	•	-	-	+
Dichlorbenzol 150°C				

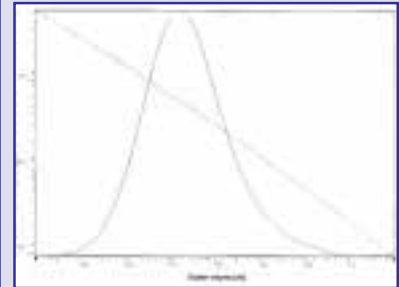
Legende:

+ sehr gut • möglich - nicht möglich

PSS Applikationen

Charakterisierung von Poly (DADMAC)
Einsatz als wichtiges industrielles Flockungsmittel in der Abwasserbehandlung und als Retentionsmittel in Papierfabriken

Eluogramm und Kalibrierung



Analytische Bedingungen:

Eluent: 1.5% Ameisensäure in Wasser
Säulen: PSS Novema, 10µm, 100Å,
PSS Novema, 10µm, 1.000Å
PSS Novema, 10µm, 3.000Å
je 8x300mm und Vorsäule
Flussrate: 1,0 ml/min
Temp.: 25°C
Detektor: Refractive Index (RI)
Inj.-Vol. 100 µl
Kalibrierung: PSS Poly (2-vinylpyridin)- Kit
(10 Standards: M_p: 1.090 D - 1.700.000 D)



Beispiele: Polystyrol - Toluol - PSS SDV (Divinylbenzolträger)
Polymethylmethacrylat - Dimethylformamid - PSS GRAM (Polyesterträger).



LC-MALDI/MS und FTIR

Kopplungsinterface für die LC-MALDI/MS und FTIR

Die Qualität einer komplexen Polymerabmischung hängt nicht nur von der Molmassenverteilung der Polymere, sondern ebenfalls von ihrer chemischen Struktur sowie von Beimischungen (z.B. Additive) ab. Zur Untersuchung der chemischen Strukturen sollten deshalb spektroskopische Methoden an die Chromatographie angebunden werden.

Probenseparation und Solvententfernung in einem Arbeitsgang

Durch die einzigartige Sprühtechnik des LC-500 wird die Probe in nur einem Arbeitsgang separiert und vom Lösemittel befreit. Da das Interface direkt an die Chromatographie angebunden wird, handelt es sich um eine online-Kopplung ohne Zeitverlust.



Abbildung 1: Sprühkopf des LC-500 Interfaces

Durch den mittels PC frei programmierbaren x,y-Teller lassen sich beliebige Targets besprühen. Dadurch gelingt es, unabhängige spektroskopische Methoden miteinander zu verbinden.

Infrarot- spektroskopie

Wird eine Germaniumplatte eingesetzt, lässt sich die separierte und vom Lösemittel befreite Probe in einem zweiten offline-Schritt in einem kommerziellen FTIR-Spektrometer abscannen.

Anders als in einer Durchflusszelle lassen sich dann einzelne Probenfraktionen mit beliebigen Scanzahlen untersuchen. Mittels der erhaltenen Spektren können die Bestandteile über eine Bibliothekssuche identifiziert werden.

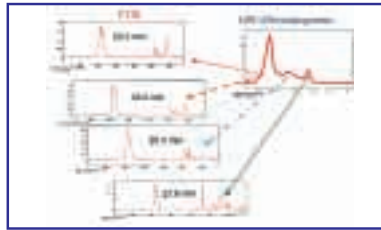


Abbildung 2: GPC-FTIR-Kopplung einer Gummiabmischung

Richtige Molmassenverteilungen mit MALDI/MS zu erhalten, unterliegt der Einschränkung, dass die Dispersität des Polymers nicht größer als 1,2 sein darf. So ergeben zum Beispiel die MALDI-Validierstandards von PSS auch bei der direkten unseparierten Vermessung richtige Molmassenverteilungen. Die meisten technischen Polymere sind allerdings so breit verteilt, dass sie vorher separiert werden müssen.

Durch den frei programmierbaren x,y-Tisch lassen sich mit dem LC-500 Targets aller gängigen MALDI-MS-Spektrometer besprühen. Dabei kann die Mischung aus Matrix und Polymer unter gleichzeitiger Solvententfernung auf zwei Arten erreicht werden: Für routinemäßige Messungen mit gleicher Matrix empfehlen wir die Verwendung von vorbeschichteten Folien. Bei forschungsorientiertem Arbeiten mit häufigem Matrixwechsel wird eine Matrixlösung online über eine Zusatzpumpe zudosiert. Das heißt, hier findet die Vermischung Matrix/Polymer in der Lösung statt, das Solvent wird beim Besprühen verdampft.

In beiden Fällen erhält man auf dem MALDI-Target eine Spur, die eine Mischung des separierten Polymers mit der Matrix enthält. Diese Spur kann nun im MALDI/MS an unterschiedlichen Positionen untersucht werden, man erhält eine Serie von MS-Spektren unterschiedlicher Fraktionen.

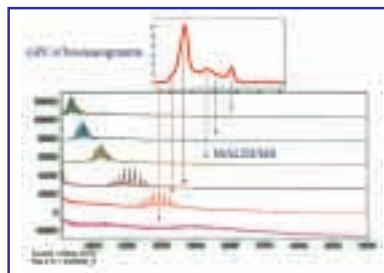


Abbildung 3: GPC-MALDI-MS-Kopplung einer Gummiabmischung

FAZIT:

- Kombination von FTIR und/oder MALDI/MS mit GPC und/oder HPLC.
- Zeitersparnis (Von Tagen zu Stunden)
- Schnelle Probenvorbereitung bei hohem Probendurchsatz

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Peter Montag

Tel.: 02 11 / 66 59 27

Tel.: 0 61 31 / 96 23 90

e-mail: pmontag@polymer.de



Nähere Informationen:

www.polymer.de/Products/33/331/f331.htm

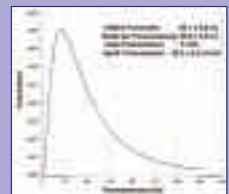
oder per Infotax auf Seite 5.

Neue Produkte

PSS Novema™ GPC-Säulen speziell für die Trennung von Kationen und Enzymen

Einfach, sicher und preiswert - Porengrößenanalyse mit **PSS POROCheck™**

Die neue PSS POROCheck™ Software ermöglicht die detailliertere Untersuchung von porösen Materialien mit inverser GPC. Das Programm ist MS-Windows kompatibel und erlaubt zusätzlich zu der direkten Analyse eine ansprechende grafische Präsentation von Ergebnissen der inversen GPC-Porositätsmessung sowie ihre Einbindung in die Textverarbeitung etc. Neben der Porengrößenverteilung, dem Porenvolumen und der spezifischen Oberfläche werden zahlreiche weitere Ergebnisse wie zum Beispiel der optimale Durchmesser eines Gastmoleküls berechnet. Die Resultate von inversen GPC-Analysen können zur Aufklärung zahlreicher, bisher nicht vollständig verstandener Produkteigenschaften poröser Materialien in der Katalyse, Separation oder Festphasensynthese sehr nützliche Beiträge liefern. Im Vergleich zu herkömmlichen Methoden (Gasadsorption, Hg-Porosimetrie) ist dieses Verfahren sehr sicher, schnell und einfach in jedem Labor durchführbar. Der Messbereich ist gegenüber der Gasadsorptionsmethode deutlich erweitert und die Proben werden nicht druck- oder vakuumbelastet.



PSS - INFOFAX

Fax Nr. 0 61 31 - 96 23 9-11

Name:
Firma:
Abteilung:
Straße:
Ort:
Tel./ Fax:
e-mail:

Ich möchte
Informationen über

PSS HighSpeed™-Säulen 

PSS GPC Säulen 

PSS GPC Standards 

PSS WINGPC®-Software 

PSS Porengrößenanalyse 

PSS Auftragsanalytik 

PSS GPC-Systeme 

PSS Interferenzreine Refraktometer 

PSS Viskosimeter 

PSS LC-Spektroskopie-Kopplungstechniken 

PSS Partikelstandards 

PSS Schulungen 

Bitte gewünschtes Informationsmaterial ankreuzen.





Aktuell: PSS ScanRef Dualdetector

Kombinierter Konzentrations- und Brechungsincrement - Detektor

Differentialrefraktometer sind seit vielen Jahren als universelle Konzentrationsdetektoren für die Flüssigkeitschromatographie bekannt. Wird eine Lichtquelle mit definierter Wellenlänge benutzt, kann dieser auch zur Bestimmung des spezifischen Brechungsincrement, dn/dc , einer Probe eingesetzt werden.

Das spezifische Brechungsincrement dn/dc entspricht dem Kontrast der zu untersuchenden Probe in Lösung. Je größer der Brechungsindexunterschied zwischen Probe und Lösungsmittel ist, desto größer ist das dn/dc und damit der Kontrastfaktor der Probe. Von großer Bedeutung ist dieser Kontrastfaktor bei der Bestimmung des Molekulargewichts mittels Streulichtdetektion (Gl.1). Kleine Fehler in der Bestimmung des dn/dc führen zu großen Fehlern in der Molmassenbestimmung (quadratische Abhängigkeit, siehe Gl.1)

$$\text{Gl.1: } LS \approx (dn/dc)^2 \cdot M \cdot c$$

LS = Intensität des Streulichtsignals
M = Molmasse
c = Konzentration

Mit dem PSS ScanRef präsentieren wir ein modernes und leistungsfähiges interferometrisches Differentialrefraktometer. Das Gerät kann als online-Detektor in der GPC, aber auch als offline-Detektor zur dn/dc - und Konzentrationsbestimmung eingesetzt werden. Die neue Scanning-Technologie ermöglicht den Einsatz eines Lasers als Lichtquelle für die Interferometrie.

Damit sind erstmals die Vorteile der Lasertechnik (exakte Wellenlänge) mit denen des interferometrischen Messprinzips (hohe Präzision) kombinierbar. Das ScanRef ist mit einer Mess- und einer Referenzzelle ausgestattet.

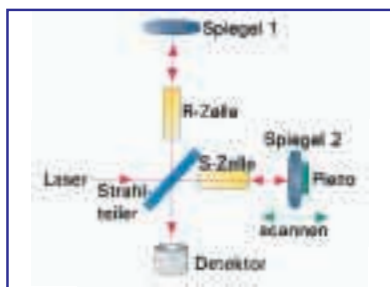


Abb.1: Schematischer Aufbau des PSS ScanRef Detektors

In Abb. 1 wird das Messprinzip des ScanRef schematisch dargestellt. Messgröße ist der Phasenunterschied des eingestrahlichten Lichts zwischen Messzelle (Probenlösung) und Referenzzelle (reines Lösungsmittel).

Der Phasenunterschied $d\phi$ ist die eigentliche Messgröße und der Änderung des Brechungsindex dn direkt proportional. Der Zusammenhang zwischen Phasenverschiebung " ϕ " und Brechungsindex " n " ist in (Gl.2) beschrieben. Je größer die Änderung des Brechungsindex " n " zwischen Lösungsmittel und Lösung ist, desto größer ist auch die experimentell gemessene Phasenverschiebung " ϕ ".

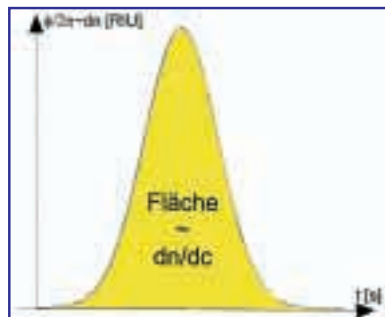


Abb. 2: Durchflussmessungen erlauben die Bestimmung des dn/dc aus der Fläche unter der Kurve

Beziehung zwischen dn und ϕ :

$$\text{Gl.2: } dn = (\lambda / 2 \cdot l) \cdot (\phi / 2 \pi)$$

dn ... Brechungsindexinkrement
 λ ... Wellenlänge des Laserlichts
 l ... optische Länge der Zelle
 ϕ ... Phasenverschiebung der beiden Teilstrahlen relativ zueinander

Das ScanRef ist ein kalibrationsunabhängiger Detektor zur Bestimmung von spezifischen Brechungsincrementen und der Konzentration. Da die Wellenlänge des Lasers und die Zelldimension bekannt sind, kann der Brechungsindex ohne weitere Annahme direkt aus der Phasenverschiebung bestimmt werden. Die Datenerfassung und Auswertung erfolgt über eine komfortable und umfangreiche Windows-Software. Die spezifischen Brechungsincrementen aus on- und offline-Messungen können tabelliert dargestellt und ausgedruckt werden.

Das PSS ScanRef ist in Kompaktbauweise als Mono- oder Dualwellenlängendetektor erhältlich.

Die aktuell angebotenen Wellenlängen sind 543nm und 633nm.

Die Bestimmung der spez. Brechungsincrement mittels der Dualwellenlängenversion erlaubt die Extra- und Interpolation der Brechungsincrementen bei allen anderen gewünschten Wellenlängen.



Abb. 3: Ansicht eines PSS ScanRef Detektors im Batch-Betrieb

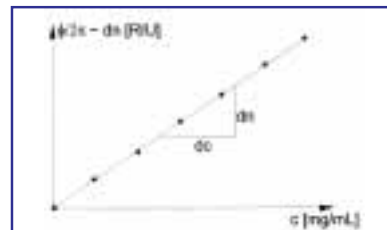


Abb. 4: Statische Messungen erlauben die Bestimmung des dn/dc aus der Steigung der Geraden

FAZIT:

Vorteile des neuen Differentialrefraktometers sind:

- absolutes Messprinzip
- keine Kalibration des Detektors, selbst bei Lösungsmittelwechsel
- großer Messbereich
- definierte Wellenlänge (Laser)
- online- und offline-Modus, ohne Umbau
- gute Reproduzierbarkeit
- hohe Präzision
- dn/dc und Konzentrationsdetektor

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Thorsten Hofe

Tel.: 0 61 31 / 96 23 9-60

e-mail: thofe@polymer.de



Nähere Informationen:

www.polymer.de/Products/33/332/f332.htm

oder per Infotax auf Seite 5.