

TICKER

GPC Servicezentrum Mainz



Auch präzise und technisch hochwertige moderne Analysengeräte und Systeme können leider immer noch nicht alleine für die Richtigkeit von Ergebnissen garantieren. Das wissen natürlich nicht nur Inspektoren und Auditoren, sondern auch die Anwender in den Analytiklaboratorien.

Um sichere Ergebnisse, vernünftige Daten und richtige Antworten zu erhalten, ist es daher unerlässlich die Systeme gezielt und effektiv in einen ordnungsgemäßen Zustand zu bringen.

Um diese Sicherheit über einen langen Zeitraum hinweg zu gewährleisten, sind vorbeugende Maßnahmen wie regelmäßige Systemüberprüfung und Wartung notwendig.

Speziell um GPC Anwender bei diesen Prozessen zu unterstützen, hat PSS sein Angebot an professionellen Dienstleistungen in den letzten Jahren konsequent

ausgebaut. Aufgrund eigener langjähriger Erfahrungen, unter anderem in den DIN EN ISO 9001:2000 zertifizierten PSS Laboratorien für Auftragsanalytik, wurden Verfahren rund um die GPC entwickelt, die Investitionen schützen und die Produktivität erhöhen.

In diesem Ticker können Sie die PSS GPC-Konzepte anhand von Beispielen aus drei Bereichen kennenlernen:

- **PSS Systemlösungen:** mit integrierten Supportverträgen und einem gezielten Weiterbildungsprogramm, optimal abgestimmt auf die Methode GPC
- **PSS Auftragsanalytik:** für alle Fragestellungen rund um die Charakterisierung von Makromolekülen, dieses Mal mit einem Fokus auf der Additivanalytik
- **PSS Lösungen für Anwender:** detailliert ausgearbeitete Verfahren zum selbständigen Validieren von GPC-Systemen und zum Überprüfen der eigenen Arbeitsweise

GPC Daten? Aber sicher!

GPC ist eine wichtige Methode für die Charakterisierung von Makromolekülen, nicht nur weil damit die komplette Molmassenverteilung samt der Mittelwerte auf einmal bestimmt werden kann, sondern auch weil die GPC eine leistungsfähige Methode zum Fraktionieren ist. Die fraktionierten, nach hydrodynamischem Volumen getrennten, Makromoleküle können dann durch intelligente Detektion genauer untersucht werden. Anschließend an eine GPC können online oder offline Viskositäts-, Lichtstreu-, FTIR-, MALDI- oder NMR-Messungen durchgeführt werden. Quantifizierung von Additiven ist ebenfalls leicht möglich. Alternativ zu einer Trennung nach hydrodynamischem Volumen kann auch eine Trennung nach der Zusammensetzung erfolgen (Polymer-LC). Dieser kann wiederum eine Trennung nach hydrodynamischem Volumen folgen (2-dimensionale Chromatographie), oder es können auch hier intelligente Detektionsverfahren eingesetzt werden.

Die PSS Auftragsanalytik bietet das komplette Leistungsspektrum für GPC und Polymer-LC, mit und ohne Kopplungsmethoden. Dabei fallen natürlich große Mengen an Proben und zugehörigen Daten an. Die Analysen laufen auf vielen lösungsmittel- und applikationsspezifischen Anlagen mit den unterschiedlichsten Detektoren.

» Lesen Sie weiter auf Seite 2

Die Top-Themen

- 1 GPC Servicezentrum Mainz
- 2 GPC Datenhandling? Aber sicher!
- 3 Sind meine Analysendaten zuverlässig?
- 4 Schnelle und aussagekräftige Systemüberprüfung mit PSS EasyValid
- 5 PSS Kompetenz-Fax
- 6 Spurensuche bei Additiven

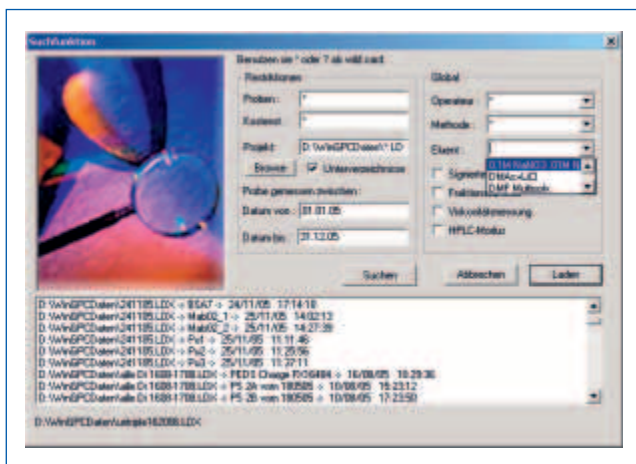
Herbstaktion:

**Kostenlose GPC-Säule oder
Premium Software Support**

Beim Kauf einer GPC-Anlage

» Mehr Infos auf Seite 5

GPC Datenhandling? Aber sicher!



Statistische Auswertung aller 2005 analysierten Proben. Im Feld "Eluent" werden die für diese Proben verwendeten Lösungsmittel gelistet, so dass durch eine einfache Auswahl des Lösungsmittels mit einer erneuten Suche sofort ermittelt werden kann wie viele Proben 2005 mit diesem Lösungsmittel gemessen wurden.

» Fortsetzung von Seite 1

Anwender, mit unterschiedlichem Background, greifen flexibel auf die Anlagen zu.

Wie kann für eine solche Konfiguration eine dauerhafte und einfache Lösung gefunden werden, die genug Flexibilität und bequemes Arbeiten für alle Aufgaben bereitstellt?

PSS hat diese Herausforderung durch eine WinGPC Unity Client/Server-Installation gelöst. Alle Detektoren und Anlagen (Ressourcen) werden über den Server angeschlossen und verwaltet. Die Benutzer können sich von Ihrem gewohnten Arbeitsplatz-PC aus (Client) mit dem Server verbinden. Nachdem die Anwender sich mit Benutzernamen und Passwort authentifiziert haben, können Sie auf den Anlagenpool zugreifen. Anlagen, die in Benutzung sind oder von anderen Anwendern reserviert wurden, sind gekennzeichnet. Freie Anlagen können reserviert werden, um die Messung in aller Ruhe vorzubereiten. Die Dokumentation, wer zu welchem Zeitpunkt auf welcher Anlage mißt, erfolgt in automatisch geführten Audit Trails. Diese Audit Trails sind durch Anwender nicht modifizierbar und liegen nur in WinGPC Unity in lesbaren Form vor.

Die Proben, die zugehörigen Rohdaten und die zur Auswertung benötigten Metadaten werden in der WinGPC Unity Probandendatenbank gespeichert. Zu dieser Probandendatenbank gehört eine komfortable Suchfunktion die sichergestellt, dass auch Proben, die vor längerer Zeit gemessen wurden, schnell und effektiv gefunden werden. Die Proben können direkt aus dem Such-Dialog in die WinGPC Unity geladen werden, um die Rohdaten und die damals erfolgte Auswertungen zu kontrollieren oder um Ergebnisse erneut auszugeben. Mit dem automatisch geführten Sample Audit Trail sind die Auswertungen, auch ohne aktiven Eingriff des Benutzers, lückenlos und nachvollziehbar dokumentiert.

Auswertungen können durch Vergabe einer elektronischen Signatur gesichert und fixiert werden. Temporäre Änderungen der Auswerteparameter sind dann zwar immer noch möglich, zum Beispiel um den Einfluss der Kalibration oder der Basislinie zu beurteilen, werden aber nicht gespeichert. Dieser Ansatz bietet höchste Sicherheit bei minimalem Aufwand und maximaler Flexibilität. Die Probandendatenbank leistet zudem wertvolle Dienste beim Erstellen von Statistiken oder bei der Auswertung von Anlagenauslastungen. Durch Einschränkungen bei den Suchkriterien läßt sich zum Beispiel sofort ermitteln wie viele Proben in einem Jahr auf einer bestimmten Anlage gelaufen sind.

Neben den Anwendern profitieren auch die Systemadministratoren von dieser intelligenten Lösung. Die Softwareinstallation, die Installationsverifikation und die Validierung der WinGPC Unity erfolgt einmalig auf dem Server. Die Clients benötigen nur Minimalausstattung und müssen nicht mehr speziell vorbereitet werden. Das Backup der Daten kann ebenfalls viel schneller und effektiver erfolgen.

Somit kann durch geschickte Planung der Infrastruktur die Zeit für notwendige Arbeiten minimiert werden, um sich gezielt den eigentlichen Aufgaben zu widmen: der Ermittlung von sicheren, nachvollziehbaren und richtigen Ergebnissen in einem funktionierenden Umfeld.

Ihr Ansprechpartner:

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



PSS-Intern

Instrument Innovation Award 2005 für MALLS-Detektor

Anlässlich des 20-jährigen Firmenjubiläums von PSS Polymer Standards Service GmbH hat PSS einen international ausgeprägten Instrument Innovation Award gestiftet. Dieser Preis wird an Hersteller von Analysegeräten verliehen, deren Geräte sich durch innovatives Design, durch intelligente technische Lösungen und durch einfache Handhabung hervorheben.

Als Preisträger des PSS Innovation Award wurde 2005 die Firma Brookhaven Instruments Corporation gewählt, die für Ihren innovativen "Molecular Weight Analyzer" ausgezeichnet werden.



Die Preisverleihung fand auf der Achema 2006 in Frankfurt statt. Frau Dr. Held, Leiterin des PSS Marketing, übergab den diesjährigen PSS Instrument Innovation Award an Dr. Walther Tscharnuter, Leiter des BIC Entwicklungsteams, im Rahmen einer Feierstunde vor geladenen Gästen.

5. DPI Workshop



Am 26. und 27. Juni 2006 fand in Eindhoven/Niederlande der 5. DPI Workshop 'Combinatorial and high-throughput approaches in polymer science' statt, der von der Arbeitsgruppe von Prof. U. Schubert organisiert wurde. An der internationalen Veranstaltung nahmen ca. 150 Wissenschaftler teil. Neben den Vorträgen fanden auch umfangreiche experimentelle Vorführungen in den Laboratorien des High-Throughput Experimentation Centers der TU Eindhoven statt, zu dem PSS seit vergangem Jahr eine wissenschaftliche Partnerschaft unterhält.

Nähere Informationen:

<http://www.combimat.org/workshop2006.htm>

Sind meine Analysendaten zuverlässig?

Diese Frage wird oft von "Entscheidern" gestellt, die auf Grund der vorliegenden Analysen eine Entscheidung treffen müssen. Noch öfter steht diese (unausgesprochene) Frage im Raum, wenn Analyseergebnisse überhaupt nicht den Erwartungen entsprechen. Guter Rat dazu muss nicht teuer sein.

PSS bietet dafür schon seit vielen Jahren professionelle Dienstleistungen mit speziellen GPC Lösungen an die zur Steigerung der Leistungsfähigkeit und zur Senkung der Kosten von Analysenlabors beitragen.

Premium Software Support

Mit dem Premium GPC Support erfolgt die uneingeschränkte Unterstützung durch erfahrene Polymerchemiker direkt und schnell über Telefon, Fax, E-mail, Brief oder Internet. Die garantierte Reaktionszeit ist < 24 h. Dies stellt sicher, dass sich Investitionen vom ersten Tag an schneller auszahlen sowie Kosten und Gesamtzeit von Projekten reduzieren, da individuelle Fragen zielgerichtet beantwortet werden. Darüber hinaus bietet der Premium Service weitere interessante Zusatznutzen und Vorteile:

- Preisnachlässe auf alle PSS Schulungen
- kostenlose Updates und Patches
- kostenloser Zugang zu allen PSS Datenbanken

Sie wünschen mehr Informationen zu dem Premium Service? Bitte fragen Sie nach Nr. 899-0009

GPC Systemwartung

Die PSS Wartung mit System gewährleistet sichere Messergebnisse durch Inspektion und vorbeugende Wartung des gesamten GPC Systems über einen langen Zeitraum. Die Prüfung der Systemleistung erfolgt nach Herstellervorschriften und individuell festgelegten Checklisten. Prüfsertifikate nach ISO 9001 bringen



den Nachweis, dass alles ordnungsgemäß und zuverlässig arbeitet. Aufwand und Kosten bleiben planbar und kalkulierbar, ungeplante Ausfall- und Stillstandzeiten werden reduziert. Darüber hinaus bietet die PSS Systemwartung weitere interessante Zusatznutzen und Vorteile:

- Garantierte Reaktionszeiten
- Preisnachlässe auf Reparaturen innerhalb der Inspektion
- Preisnachlässe auf Ersatzteile
- Kostenloser Expressversand

Sie wünschen mehr Informationen zu der GPC Systemwartung? Bitte fragen Sie nach Nr. 899-0010

Ihr Ansprechpartner:

Bernd Meier
Tel: 06131-96239-31
E-Mail: BMeier@polymer.de



Ich habe eine Frage

Jeder GPC Anwender ist doch schon in der Situation gewesen, dass er zu seinem speziellen Thema eine Frage hatte aber nicht sicher war, ob seine Lösung auch optimal ist.

Mit der neuen Datenbank bietet PSS seinen registrierten Kunden nun die Möglichkeit sich unter www.polymer.de umfassend zu informieren.

...falls Sie Fragen zu Ihrer Applikation haben:
schauen Sie mal rein in die Applikations-Datenbank
...falls Sie zu der WinGPC Hilfe benötigen:
in der Software-Datenbank gibt es zu jedem Thema viele Hinweise
...und falls Sie einen Fachartikel oder GPC Tipps & Tricks suchen:
schauen Sie mal nach in der Publikations-Datenbank

Übrigens: "GPC Tipps und Tricks" ist eine neue Rubrik und erscheint monatlich auch in der Fachzeitschrift: LaborPraxis.

Neuheiten

Software und Standards zur Membran Charakterisierung

Die GPC ist eine schnelle, robuste und aussagekräftige Methode zur Charakterisierung von Membranen insbesondere in deren nativem Umfeld (gequollenem Zustand). Die GPC Membrancharakterisierung basiert auf der Filtration einer möglichst breitverteilten Probe durch die Membran. Von der Probe sind entweder die Molmassen oder die molekularen Größen (Trägheitsradien) bekannt. Da nur entsprechend kleine Moleküle durch die Pore der Membran diffundieren können, kann aus dem Vergleich der unfiltrierten zur filtrierten Probe die durchschnittliche Porengrößenverteilung und der Cut-Off der Membran bestimmt werden.

PSS bietet hierzu mit dem Siebcurvenmodul (automatische Bestimmung der Porengrößenverteilung) der PSS WinGPC Unity Software und den entsprechend charakterisierten Membranstandards eine maßgeschneiderte Lösung zur schnellen einfachen und umfassenden Membrancharakterisierung an.

Die neuen PSS Membranstandards sind durch breite Molmassenverteilung, die Molmassenmittelwerte M_w und M_n sowie die integralen Molmasseninformationen, M_{min} , M_{max} sowie den dazugehörigen Trägheitsradien $R_{g_{min}}$ und $R_{g_{max}}$ ausgezeichnet.

Hochmolekulare Poly(L-laktid) Standards

Poly(L-laktid) Kalibrierkits sind zum ersten Mal in einem Molmassenbereich von 150D bis 1.000.000D erhältlich! Damit gibt es keine Notwendigkeit mehr für eine universelle Kalibration oder eine zusätzliche Lichtstreuungsmessung um die Molmassen von unbekanntem Poly(laktiden) zu messen.

Hierdurch ist es nun möglich, für Poly(laktide) zuverlässige und realistische Molekulargewichte zu bestimmen und auch die Copolymere produktähnlich abzubilden. Die klassische Polystyrol-Kalibration hingegen ergibt Fehler, die bis zu 100% betragen können!

Neuer Verdampfungslichtstreuungsdetektor ELS4000

PSS hat einen neuen verdampfenden Lichtstreuungsdetektor (ELS) ELS4000 in sein Lieferprogramm aufgenommen. Aufgrund einer innovativen Technologie kann der Detektor bei niedrigen Temperaturen und variablen Flussraten sowohl mit organischen als auch wässrigen Eluenten betrieben werden. Die hohe Empfindlichkeit und der erweiterte dynamische Bereich prädestinieren dieses Gerät für Spezialanwendungen wie z.B. 2D-Chromatographie oder Additivanalytik. Ein großes Farbdisplay ermöglicht die einfache Kontrolle über alle wichtigen Funktionen.

Systemüberprüfung mit PSS EasyValid

Kommt eine neue Analysenmethode hinzu oder werden Veränderungen an einem bestehenden System vorgenommen stellt sich sofort die Frage, ob das System wie erwartet funktioniert und (weiterhin) „richtige“ Ergebnisse liefert. Am elegantesten und schnellsten läßt sich das testen und belegen indem eine Systemüberprüfung durchgeführt wird.

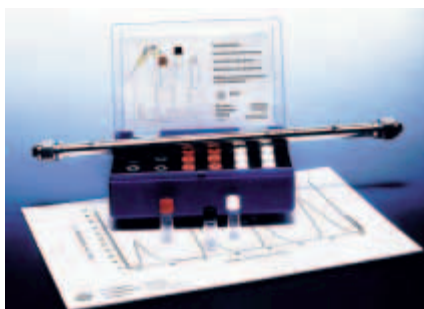
Viele Hersteller haben auf die steigende Nachfrage in diesem Bereich bereits reagiert und stellen für Ihre Komponenten und Geräte Validier- und Verifizierverfahren zur Verfügung. Diese Prozeduren haben für GPC-Anwendungen allerdings oft entscheidende Nachteile:

- Es werden keine relevanten GPC-Ergebnisse überprüft sondern nur „neutrale“ Kenngrößen.
- Es werden nur einzelne Funktionen in Geräten überprüft und nicht das Zusammenspiel aller Komponenten. Gerade wenn Komponenten unterschiedlicher Hersteller verwendet werden (müssen) ist die Überprüfung dann unzusammenhängend und zeitintensiv.
- Die Systeme werden mit Lösungsmitteln geprüft, die in der GPC keine Rolle spielen.
- Komplette Verfahren sind sehr aufwendig und geben trotzdem keine Sicherheit für GPC-Auswertungen.

PSS hat deshalb eine Methode entwickelt und aufwendig getestet, bei der mit Hilfe eines System-Suitability-Tests eine GPC-Anlage komplett unter GPC-Bedingungen überprüft werden kann. Gleichzeitig kann damit auch die eigene Arbeitsweise überprüft werden.

- Die Durchführung der Validierung ist dabei bewußt einfach gehalten. Trotzdem werden alle Schritte, die auf dem Weg zum Analysenergebnis relevant sind, getestet:
1. zunächst wird eine Validiersäule eingebaut, das System überprüft und kalibriert
 2. dann werden zertifizierte Referenzmaterialien auf dem eigenen System charakterisiert. Diese speziellen Materialien wurden über einen GPC-Rundversuch charakterisiert und zertifiziert.
 3. die erhaltenen Ergebnisse werden mit den mitgelieferten Referenzausdrucken und Sollwerten verglichen und bewertet

Die Validierung gilt als bestanden, wenn die eigenen Ergebnisse innerhalb eines vorgegebenen Intervalls der Rundversuchsergebnisse liegen. In der ausführlichen Benutzerdokumentation werden weiterhin noch einige optionale Tests beschrieben, die bei der Beurteilung der Rohdatenqualität und der Leistungsfähigkeit des Systems weiterhelfen. Vorgefertigte, bei der Validierung auszufüllende Dokumentvorlagen, sorgen für eine lückenlose Dokumentation des kompletten Validierungsprozesses.



PSS EasyValid Validation Kit bestehend aus einer Validiersäule, zertifizierten Referenzmaterialien und einer ausführlichen Benutzerdokumentation

Das PSS EasyValid Validation Kit ist geeignet zur Validierung von GPC-Systemen aller Hersteller und ist konzipiert für alle Konzentrationsdetektoren. Molmassensensitive Detektoren stören die Validierung nicht und bleiben einfach im System integriert. Für deren Überprüfung ist aber eine zusätzliche Überprüfung mit dem Validierkit für Viskosimeter und Lichtstreu-Detektoren empfehlenswert. Die Validierung ist möglich mit allen Softwarepaketen, die Basislinien- und Integrationsgrenzen bieten und die als Kalibrierfunktion ein Polynom 5ter Ordnung anbieten. Für PSS WinGPC Unity Nutzer werden Reportvorlagen mitgeliefert, die automatisch passed/failed Kriterien vergeben, und Probenlisten mit den Probeninformationen, bereits fertig konfiguriert zum importieren in den Probeneditor.

Das EasyValid Validation Kit für THF ist seit September 2006 erhältlich, das entsprechende Kit für wässrige Applikationen wird Ende 2006 erhältlich sein. Das EasyValid Validation Kit besteht aus einer Validiersäule, einem Kit mit Kalibrationsstandards und zertifizierten Referenzmaterialien, WinGPC Unity Reportvorlagen und einer ausführlichen Benutzerdokumentation. Es kann benutzt werden

- für die Überprüfung von GPC-Systemen nach der Installation
- als Teil der OQ/PV (Operational Qualification/Performance Verification)
- zur Erfolgskontrolle nach einer Wartung
- zur Kontrolle nach Änderungen am System
- zur Überprüfung der eigenen Arbeitsweise
- zum Inter-Laborvergleich
- zum Identifizieren von systematischen Fehlern
- zur Einarbeitung neuer Mitarbeiter

Ihr Ansprechpartner:

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



PSS-Termine

Softwarekurse in Mainz

25.09.2006

WinGPC Basistraining inkl. Update-Schulung

26.09.2006

WinGPC ReportDesigner Schulung

27.09.2006

WinGPC Schulung Molmassensensitive Detektion

28.09.2006

WinGPC Schulung System Pilot

29.09.2006

WinGPC Schulung Compliance Pack

GPC Kurs in Mainz

09.10. – 11.10.2006

26.03. – 28.03.2007

Intensivkurs für praktische und theoretische Kenntnisse der GPC

Messen und Tagungen

11.09. – 17.09.2006

ACS-Meeting; San Francisco/USA; Stand: 737

12.09.2006, 8:30 -11:00 Uhr

Workshop: "Methodologies for Size Exclusion Chromatography of Biopolymers", Room 113 at the Moscone Center

19.09. – 21.09.2006

AnalyticaChina; Shanghai/China; Stand: W2.2562

27.09. – 29.09.2006

Polymeric Materials; Halle

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

16.11. – 18.11.2006

Analytica-Anacon; Bangalore/India

31.01. – 02.02.2007

Third International Symposium on the Separation and Characterization of Natural and Synthetic Macromolecules; Amsterdam/Niederlande

Vortrag: Relationship between physical treatment of different starches and their molecular structure determined by GPC/SEC-MALLS

22.02. – 24.02.2007

Makromolekulares Kolloquium; Freiburg

25.09. – 28.09.2007

Ilmac; Basel/Schweiz

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

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

- 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

Herbstaktion:

Bis 15.12.2006

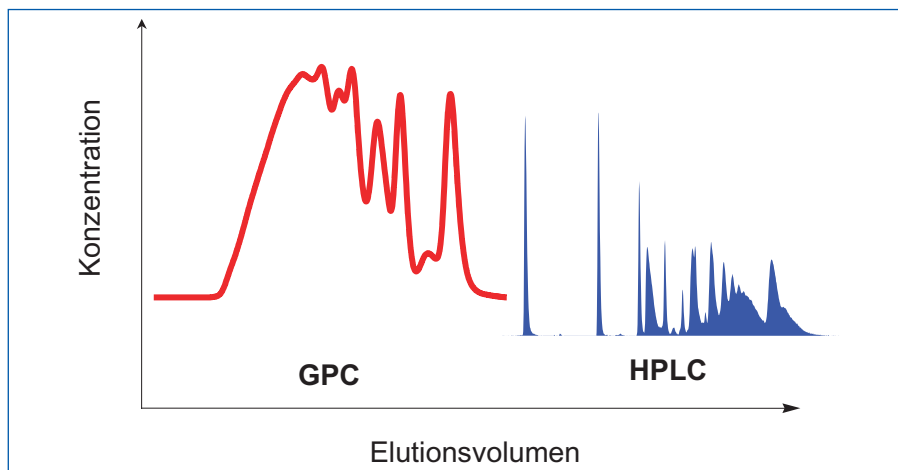
Bei Bestellung einer GPC-Anlage mit einem Netto-Volumen größer 20.000 € bekommen Sie **kostenlos:**

eine **analytische GPC-Säule (8 x 300 mm)** oder einen **Premium Software Support** für ein Jahr

Interessiert?

Rufen Sie uns an!

Spurensuche bei Additiven



2-Dimensionale Auftrennung eines komplexen HALS-Additivs

Vielfach sind bei Anwendungsproblemen nicht die eingesetzten Polymere, sondern die Zusatzstoffe (Additive) für Störungen verantwortlich. Diese schnell und zuverlässig zu identifizieren und zu quantifizieren ist daher von immenser Bedeutung. In den Fällen, wo die Additivkonzentration ausreichend hoch ist (%-Bereich) lassen sich direkt in einem GPC-Lauf mit FTIR-Kopplung das Polymere und die Additive identifizieren und quantifizieren.

Probenvorbereitung

In allen Fällen, wo die Additivmengen nicht ausreichend im Material für eine direkte Untersuchung zugänglich sind, wird eine Extraktion durchgeführt. Um die Extraktionszeiten zu verkürzen, werden die Proben pulverisiert. Dieses erfolgt zerstörungsfrei; das Polymere baut hierbei nicht ab.

Probenseparation und Identifizierung/Quantifizierung

Die Extrakte müssen nun in die Einzel-Additive separiert werden. Dieses geschieht vorzugsweise mittels THF-GPC auf speziellen PSS Additivsäulen. Die GPC bietet den großen Vorteil, daß durch Einsatz eines Refraktionsindex-Detektors alle Additive erfaßt werden (nicht nur die UV-aktiven) und daß alle Additive quantitativ von den Säulen eluieren (dieses ist in der HPLC oder GC/MS so nicht immer gegeben). Im Gegensatz zur Headspace GC ist die GPC ein schonendes und zerstörungsfreies Verfahren. Die Identifizierung der Additive erfolgt nach der patentierten LC-FTIR-Kopplung. Durch direktes Entfernen des Lösemittels und Separation der Proben auf einen Germaniumtarget lassen sie sich auch im Spurenbereich identifizieren.

Recherche in der PSS Additivdatenbank

Viele gängige Additive/Zusatzstoffe sind bei PSS als Reinsubstanzen vorhanden.

Alle sind in einer Datenbank erfaßt, welche neben den Kenngrößen ein FTIR-Spektrum, sowie die zugehörigen Retentionsvolumina der GPC, als auch die Retentionszeiten der HPLC mit insgesamt 4 Detektoren enthält. Hierdurch hat man 5 Kenngrößen um ein Additiv zu identifizieren:

- FTIR-Spektrum
- Retentionsvolumen GPC
- UV/RI-Verhältnis GPC
- Retentionszeit HPLC
- UV/ELSD-Verhältnis HPLC

Hierdurch erhält man größtmögliche Sicherheit bei der Zuordnung der Additive

Einsatz für komplexe Additive (z.B. HALS)

Eine Reihe von Additiven (insbesondere die polymeren, sterisch gehinderten Amine – HALS) lassen sich als komplexe Mischungen weder in der GPC, noch in der HPLC (erst recht nicht in der GC!) vollständig von den übrigen Additiven abtrennen. Hier hilft die Kombination der GPC und der HPLC zu einer online 2-dimensionalen Chromatographie. Die eine Dimension trennt nach der Größe der Moleküle, die andere nach ihrem chemischen Verhalten. Hierdurch lassen sich die komplexen Mischungen soweit zerlegen, daß Quantifizierungen möglich werden. Bei unbekannt Substanzen läßt sich auch hier die patentierte FTIR-Kopplung direkt ankoppeln, so daß eine direkte Identifizierung möglich wird. Hierdurch wird erstmalig die Quantifizierung solcher komplexen Additive zugänglich.

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Peter Montag
Tel.: 06131-96239-53
E-Mail: PMontag@polymer.de



Applikationen

Charakterisierung von Polyaktiden

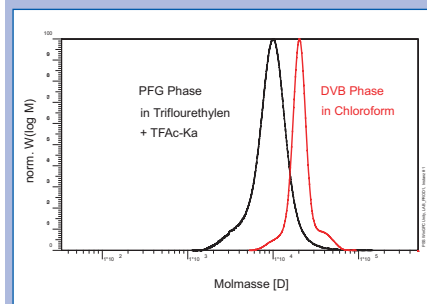
Polyaktide sind wichtige bioabbaubare thermoplastische Polymere. Günstige Werkstoffeigenschaften führen zu einem weiten Einsatzspektrum dieser Polymere. So werden Polyaktide in der Verpackungsindustrie zur Herstellung von biologisch abbaubaren Verpackungen herangezogen. In der Medizintechnik dienen sie als resorbierfähige Membran zum äußeren Schutz bei Knochenverletzungen. Polyaktide werden hierzu als breitverteilte Polymere in Molmassenbereichen bis > 100.000g/mol eingesetzt.

Probenvorbereitung:

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

Analytische Bedingungen:

Eluent:	TFE mit 10g/l TFAc-Ka
Säulen:	PSS PFG, 7 µm, 100Å + 1000Å je 8 x 300 mm, + Vorsäule
Kalibrierung:	PSS Poly(L-laktid)-Standards
Datenerfassung:	PSS WinGPC Unity
Detektoren:	RI-Detektor, UV-Detektor (230nm)
Flußrate:	1 ml/min
Konzentration:	1-3 g/l
Injektionsvolumen:	20-100 µl
Temperatur:	25-35°C



Ergebnis:

Das untersuchte Poly(L-laktid) zeigt, abhängig von der Methode sehr unterschiedliches Elutionsverhalten. Sowohl die Lage als auch die Form der Peaks ändern sich z.T. sehr drastisch. In einer vom Wettbewerb empfohlenen Methode in reinem CHCl₃ auf einer unpolaren Styrol-Divenylbenzyl (DVB) Phase als Trägermaterial zeigen Poly(L-laktid) Proben hochmolekulare Schultern oder bimodale Verteilungen. Die Chromatographie läuft nicht wechselwirkungsfrei. In der von PSS ausgearbeiteten Methode basierend auf PSS PFG Säulen in TFE mit TFAc läuft die Chromatographie wesentlich stabiler. Reproduzierbare Chromatogramme, ein besseres Signal-Rausch-Verhältnis, realistische Molmassen und vernünftige Verteilungsinformationen sind das Ergebnis

Fazit:

Die geeignetste GPC Methode zur Analyse der Polyaktide ist die Chromatographie auf PSS PFG Trägermaterial mit TFE als Eluent und TFAc als Salzzusatz.