

Einfacher und schneller Lösungsmittelwechsel

Problemstellung Häufig muss eine GPC-Anlage auf ein anderes Laufmittel (Eluent) umgestellt werden, um die anstehende analytische Fragestellung zu bearbeiten. Damit es beim Umstellen zu keinen Problemen und damit verbundenen Ausfallzeiten kommt, sind einige Punkte zu beachten.

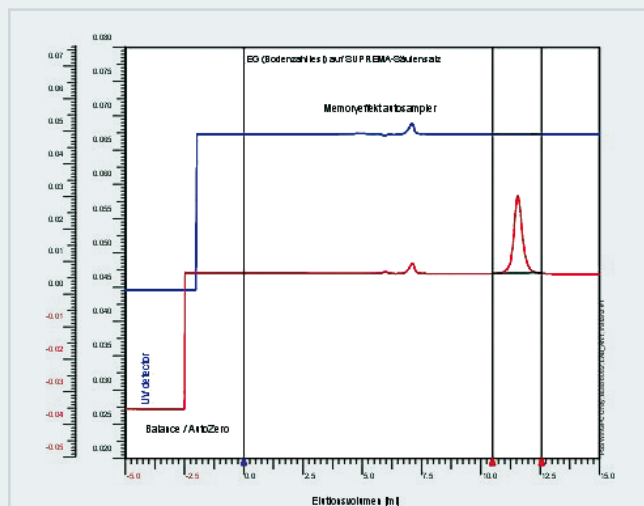
Frage Was muss beim Umstellen einer GPC-Anlage auf ein anderes Elutionsmittel beachtet werden und wie kann die Vorgehensweise hinsichtlich Zeit und Lösemittelverbrauch optimiert werden. Welche Lösungsmittelkombinationen kann man direkt umstellen? Wo muss ein weiteres Lösemittel als Zwischenschritt eingesetzt werden?

Antwort Wichtig ist, dass alle Wege einer GPC-Anlage, die mit dem Elutionsmittel in Kontakt kommen, sorgfältig mit dem neuen Elutionsmittel (Eluent B) gespült werden. Es muss sichergestellt sein, dass keine Rest-Kontamination mit dem alten Elutionsmittel (Eluent A) vorhanden ist. Auch die Wege, die die Probelösung bei der Probenaufnahme durchläuft (Autosampler-Spritze), sind mit dem neuen Lösungsmittel zu spülen. Wenn vorher in einem Eluenten mit Salzzusatz gemessen wurde, ist auf jeden Fall zunächst auf den reinen Eluenten A umzustellen. Dies soll verhindern, dass sich Salzablagerungen in den Kapillaren bilden oder an Zellenfenstern von Detektoren haften. Beim Umstellen auf einen Eluenten mit Salzzusatz sollte ebenfalls zuerst auf den reinen Eluenten umgestellt werden. Zu beachten ist auch die Mischbarkeit der Lösungsmittel untereinander. Muss von einem organischen Eluent wie Chloroform zu einem polaren Laufmittel wie Wasser umgestellt werden, soll auf jeden Fall vorher mit einem Cosolvent (z.B. Aceton) gespült werden, der eine gute Mischbarkeit mit beiden Eluenten besitzt. Erst wenn die Anlage entsprechend umgestellt ist, sollten die GPC-Säulen eingespannt und konditioniert werden. Folgende Vorgehensweise hat sich in der Laborpraxis bewährt:

- Statt der GPC-Säule wird eine Kapillarverbindung zwischen Injektionssystem und Detektoren hergestellt. Verdrängen des Solvent A in der Ansaugleitung und dem Degasser mit Eluent B bei Flussraten von 3 bis 5 ml/min und geöffnetem Purge-Ventil an der Pumpe für etwa fünf Minuten.

- Nach Schließen des Purge-Ventils der Pumpe bei einer Flussrate von 1 ml/min werden alle Kapillarwege und Detektoren

FRIEDHELM GORES, PSS



1 Rohdaten nach Balance/Autozero und Beispiel eines Memoryeffekts durch unzureichendes Spülen der Autosamplerspritze mit Eluent B.

mit Solvent B gespült. Dabei dürfen auch nicht die Wege des Probengebers bei der Probenaufnahme vergessen werden. Wird eine Kolbenhinterspülung verwendet, sollte vorher die Spülflüssigkeit gewechselt werden.

- Bei Detektoren, die eine Referenzzelle besitzen, ist diese ebenfalls zu spülen.

- An der Signalintensität der Detektoren lässt sich der Fortschritt des Eluentenaustausches ablesen. Ist der Austauschprozess abgeschlossen, sollte die Signalintensität der einzelnen Detektoren einen zeitlich konstanten Wert anzeigen.

Fazit

- Beim Wechseln von Lösungsmittel muss die Lösungsmittelmischbarkeit beachtet werden.

- Lösungsmittelwechsel zunächst nur in reinen Eluenten ohne Salz durchführen.

- Sämtliche Eluentenwege mit Eluent spülen.

- Erfolg des Lösungsmittelwechsels am Ende über Basisliniencheck kontrollieren.

+49 (0) 61 31 / 96239-31

InfoClick

224558

Die nächste Ausgabe beschäftigt sich mit dem Konditionieren von Anlagen und Säulen.