

## Wie stellt man GPC-Säulen auf ein anderes Lösungsmittel um?

### Problemstellung

GPC/SEC-Säulen werden in der Regel in einem bestimmten Lösungsmittel betrieben. Der Laboralltag bzw. die analytische Problemstellung kann aber einen Lösungsmittelwechsel erforderlich machen. Fehler beim Lösungsmittelwechsel können die Säulenleistung beeinträchtigen und sogar die Säule irreversibel schädigen.

### Frage

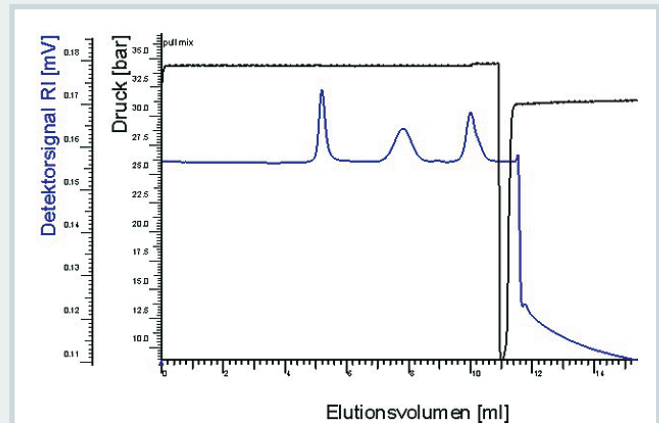
Welche Lösungsmittel kann man in welcher Säule betreiben? Worauf ist beim Lösungsmittelwechsel zu achten? Welche Lösungsmittel können miteinander getauscht werden? Wie erkennt man, dass der Lösungsmittelwechsel abgeschlossen ist?

### Antwort

Wenn für die Analyse einer bestimmten Probe ein anderes Lösungsmittel gewünscht wird, so sind verschiedene Bedingungen Voraussetzung: die Säulen müssen im neuen Lösungsmittel einsetzbar sein und das alte und das neue Lösungsmittel müssen miteinander mischbar sein. Grundsätzlich gilt, dass Säulen für organische Applikationen nur mit organischen Eluenten und Säulen für wässrige Applikationen nur mit Wasser (und Salzlösung) betrieben werden können. Die Erklärung hierfür liegt in der mangelnden Benetzbarkeit einer polaren hydrophilen Gel-Oberfläche durch hydrophobe organische Eluenten und umgekehrt. Unter Umständen können wässrigen Eluenten auch kleine Mengen organischer Lösungsmittel zugesetzt werden, falls diese mit Wasser mischbar sind (z.B. Alkohole, THF, Aceton). Die Menge des organischen Anteils hängt von der Art des organischen Eluenten und der vorliegenden stationären Phase ab. Eine OH-funktionalisierte Methacrylatphase kann z.B. auch in 100 Prozent Methanol betrieben werden. Im Zweifel sollte man immer den Hersteller kontaktieren.

Bevor der Lösungsmittelwechsel durchgeführt wird, sollte die Kapillare vom Säulenende zum Detektor entfernt werden, um eine Kontamination der Detektorzelle durch Partikel oder unlösliche Bestandteile zu vermeiden. Bei einem Lösungsmittelwechsel sollte man zuerst darauf achten, dass die Polarität des Trägermaterials vergleichbar zur Polarität der stationären Phase und des Polymeren ist. Die Viskosität bzw. der Viskositätsunterschied in den beiden Eluenten ist bei der Umstellung ebenso zu beachten wie die Siedepunkte und die Löslichkeit von Salzen. Liegt die Säule in einem Lösungsmittel mit Salz (z.B. DMAc + LiBr) vor, so sollte die Säule zuerst in den reinen Eluenten überführt werden, bevor der Lösungsmittelwechsel durchgeführt wird. Hochviskose Eluenten (z.B. DMAc, DMF, DMSO oder NMP) sollten bei kleinen Flussraten (0,1 bis 0,2 ml/min), niedrigviskose Eluenten bei mittleren Flussraten (0,5 ml/min) über das fünf- bis zehnfache des Säulenvolumens ausgetauscht werden.

Lösungsmittelwechsel dürfen nur deutlich unter dem Siedepunkt beider Komponenten und dem vom Hersteller empfohlenen maximalen Betriebsdruck der Säulen durchgeführt werden. Dabei muss beachtet werden, dass das Mischen zweier



**1** Beispielhafter Lösungsmittelwechsel an einer Suprema 3000-Å-Säule von Wasser mit 0,5 g/l  $\text{NaN}_3$  auf reines Wasser, sichtbar an der plötzlichen Änderung im Konzentrations- und Drucksignal.

Eluenten zu einem Druckanstieg führen kann. Nachdem die Säule mit dem neuen Eluenten gespült wurde, kann der Detektor wieder angeschlossen werden. Die Basislinie des RI-Detektors und der Gesamtdruck des Systems gibt Auskunft, ob der Lösungsmittelwechsel abgeschlossen ist. Danach kann im neuen Eluenten die gewünschte Lösungsmittelbedingung (Salzgehalt) eingestellt werden. Bodenzahl und Auflösung sollten nach einem Lösungsmittelwechsel grundsätzlich überprüft werden.

Nach jedem Lösungsmittelwechsel muss die Säule neu kalibriert werden, da sich das Porenvolumen mit dem Quellverhalten im Lösungsmittel ändert. Wird ein mit der Säule inkompatibles Lösungsmittel eingesetzt, kann die ursprüngliche Säulenleistung (Auflösung und Bodenzahl) sogar ganz verloren gehen.

### Fazit

- Lösungsmittelwechsel nur in reinen Eluenten ohne Salz durchführen.
- Detektor nicht anschließen, bis die Umstellung fertig ist.
- Kompatibilität zwischen stationärer Phase und Lösungsmittel beachten.
- Die Mischbarkeit der Lösungsmittel beachten.
- Kleine Flussraten benutzen und Temperatur sowie Säulendruck beachten.
- Lösungsmittelwechsel am Ende über Basisliniencheck kontrollieren.
- Säulen anschließend neu kalibrieren; Auflösung und Bodenzahl testen.

+49 (0) 61 31 / 96239-31

InfoClick

222201

Die nächste Ausgabe beschäftigt sich mit dem Umstellen von GPC-Anlagen auf ein anderes Lösungsmittel.