

GPC Tipps & Tricks, Folge 65

Alternative zur RI-Detektion: ELSD

DR. DANIELA HELD, PSS

PROBLEMSTELLUNG

Der Brechungsindex-Detektor, RI, ist zwar ein sehr universeller Detektor, manchmal aber nicht die ideale Lösung. Das betrifft z.B. Fälle in denen Proben isorefraktiv sind, nur geringe Konzentrationen vorliegen, Mischlösungsmittel oder Gradienten verwendet werden.

FRAGE

Gibt es Alternativen zum RI-Detektor?

ANTWORT

Als Alternative zum RI-Detektor eignet sich neben einem UV-Detektor, der eingesetzt werden kann, wenn Proben mit chromophoren Gruppen vorliegen, ein Verdampfungslichtstreu-Detektor, oder kurz ELSD. Dabei ist der Name dieses Detektors aufgrund der Verwechslungsgefahr eher unglücklich gewählt. Der ELSD hat mit der für Makromolekülen oft verwendeten Methode „On-line-Lichtstreuung in Lösung“ nicht viel zu tun.

Bei der statischen Lichtstreuung in Lösung gekoppelt mit der GPC/SEC erhält der Anwender als Messinformation direkt die Molmasse. Die Signalintensität eines Detektors für Lichtstreuung in Lösung (LALLS, RALLS, MALLS) hängt sowohl von der Molmasse, als auch von der Konzentration (oder besser: der injizierten Masse) ab. Das Signal eines ELS-Detektors hängt hingegen nur von der Konzentration (injizierten Masse) der Probe ab. Damit ist dieser Detektor ein klassischer Konzentrations-Detektor und kein molmassensensitiver Detektor.

Der größte Vorteil gegenüber dem RI-Detektor ist die etwa zehnfach höhere Empfindlichkeit des ELSD. Außerdem kann mit dem ELS-Detektor auch im Gradientenbetrieb gearbeitet werden. Da bei einem ELSD das Lösungsmittel verdampft wird, können auch Proben in Mischlösungsmitteln und in der Polymer-HPLC oder zweidimensionalen Chromatographie gut untersucht werden.

Allerdings besitzt der ELSD auch einige Nachteile:

- Zum Verdampfen des Lösungsmittels benötigt man einen konstanten Trägergasstrom, d.h. die experimentellen Anforderungen sind höher als beim RI-Detektor.
- Arbeitet man mit einer GPC/SEC-Methode, die Salzzusatz benötigt, so muss man ein verdampfbares Salz verwenden (siehe Tabelle 1).

Tabelle 1: Für einen ELSD geeignete verdampfbar Salze und Zusätze sowie deren typische Konzentrationen

Zusatz	Typische Konzentrationsbereiche
Ameisensäure	0,1 %
Essigsäure	0,1 %
Trifluoressigsäure	0,1 %
Ammoniumacetat	Bis zu 10 mM
Ammoniumcarbonat	Bis zu 10 mM
Ammoniumformiat	Bis zu 10 mM

Zudem erfordert die Arbeit mit einem ELSD eine sorgfältige Methodenvalidierung, da während der Messung oft niedermolekulare Bestandteile der Probe mit verdampft werden. Außerdem muss der Anwender für die entwickelte Applikation die Linearität des Detektorsignals bezüglich der Konzentration untersuchen.

Aus diesen Nachteilen folgt auch, dass sich für Applikationen, bei denen der ELSD nicht erforderlich ist, der Brechungsindex-Detektor durchgesetzt hat.

FAZIT

- Sollen geringe Konzentrationen von Substanzen detektiert werden, so ist ein Verdampfungslichtstreu-Detektor dem universellen Brechungsindexdetektor überlegen.
- Ein ELSD kann auch in Mischlösungsmitteln und im Gradientenbetrieb eingesetzt werden.
- Ein Verdampfungslichtstreu-Detektor stellt höhere Anforderungen an die Applikation: Es wird ein konstanter Trägergasstrom benötigt und es können nur verdampfbar Lösungsmittel und Zusätze (Salze) verwendet werden.
- Beim Einsatz eines ELSD muss bei der Methodenvalidierung besonders auf die Detektor-Linearität sowie die niedermolekularen Probenbestandteile geachtet werden.

Alle bisher erschienenen Tipps & Tricks finden Sie online unter www.laborpraxis.de/tippsandtricks. In der nächsten Ausgabe geht es um die Bestimmung des Brechungsindexinkrements, dn/dc .