



# PSS TICKER

## Die Masse macht's!

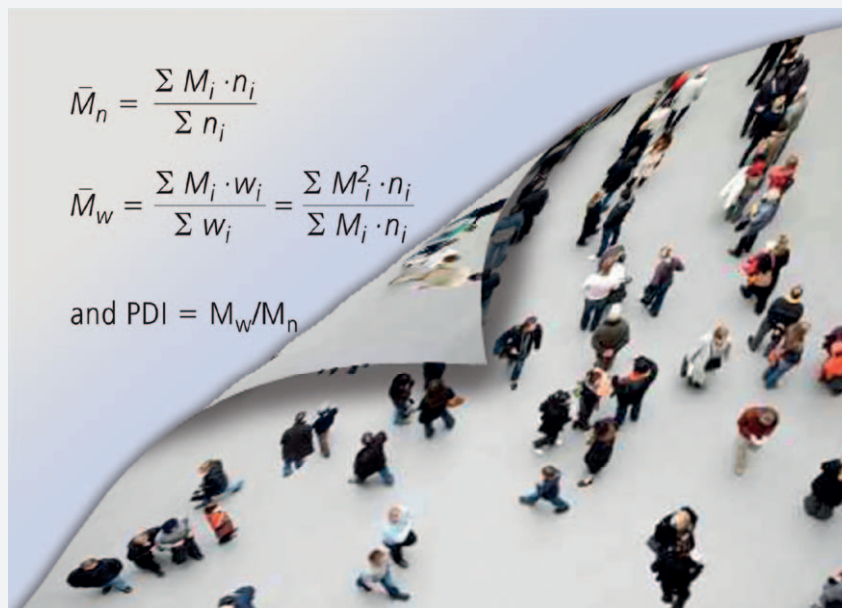
Masse ist eine wichtige Eigenschaft, nicht nur in der Chemie und Physik. Beim Begriff Masse denken PSS Mitarbeiter und Kunden natürlich zuallererst an die Molmasse. Deren korrekte und genaue Bestimmung, mit den unterschiedlichsten Methoden, ist natürlich immer noch eines unserer wichtigsten Ziele.

Für 2011 setzt PSS bei der Molmassenbestimmung nicht nur weiter auf altbewährte Verfahren, sondern wird sich verstärkt der Massenspektrometrie, die auch in der GPC/SEC immer wichtiger wird, widmen. Hierzu möchten wir Ihnen in unserem ersten Ticker 2011 die Massenspektrometrie für Makromoleküle mit deren wichtigsten Gesichtspunkten näherbringen. Das umfasst, neben unseren Serviceleistungen auch neue Entwicklungen für die PSS WinGPC und im Bereich GPC/SEC-Säulen. Weiterhelfen soll Ihnen auch der Erfahrungsbericht eines etablierten Anwenders mit praktischen Tipps.

Neben der Molmasse beschäftigt PSS zur Zeit aber auch noch die Masse im soziologischen Sinne. In der Soziologie bezeichnet der Begriff Masse

- eine große Anzahl von Menschen die als Kollektiv gemeinsam sozial handeln
- und/oder konzentriert auf relativ engem Raum physisch miteinander kommunizieren.

Diese sehr schöne Beschreibung der aktuellen Situation bei PSS galt sowohl für den



„relativ engen Raum“ im mittlerweile viel zu klein gewordenen eigenen Gebäude, als auch das „gemeinsame soziale Handeln“. Gerade fertiggestellt wurde im Januar 2011 das PSS Erweiterungsgebäude, das wir mittlerweile auch bezogen haben. Die neuen Büroräume, Demoräume und Seminarräume bieten uns die Möglichkeit neue Mitarbeiter einzustellen, das gemeinsame soziale Handeln weiter auszubauen und somit auch in Zukunft Ihr kompetenter und zuverlässiger Partner für alle Bereiche der GPC/SEC zu blei-

ben. In einem Interview mit Joachim Kilz finden Sie hierzu nähere Informationen.

Wir hoffen Sie in unseren neuen Räumen auch einmal persönlich begrüßen zu können, vielleicht zu einer unserer Schulungen und Seminare in 2011. Nähere Informationen dazu finden Sie auf Seite 8 oder im Internet [www.polymer.de](http://www.polymer.de). Einen kurzen Rückblick zu einem unserer Seminare 2010, mit den aktuellen Entwicklungen im Bereich GPC/SEC-Säulen, finden Sie ebenfalls in diesem Ticker.

### Die Top-Themen

- |   |   |           |
|---|---|-----------|
| 1 | PSS Softwarelösungen: – Neues Modul für die WinGPC                    | Seite 2-3 |
| 2 | GPC/SEC – Massenspektrometrie – Ein wichtiges Analysetool             | Seite 3-4 |
| 3 | Erfahrungsbericht: Tipps für Anwender                                 | Seite 5   |
| 4 | PSS Säulen – Neue Partikeldimensionen für die GPC/SEC                 | Seite 6   |
| 5 | Interview: PSS Erweiterungsbau – mehr Platz auch für neue Mitarbeiter | Seite 7   |
| 6 | Spendenübergabe an die Kinderkrebsklinik                              | Seite 7   |
| 7 | Termine und neuer Mitarbeiter PSS                                     | Seite 8   |

*D. Held*

Daniela Held



**Dr. Daniela Held**

☎ +49 6131 9623941  
✉ [DHeld@polymer.de](mailto:DHeld@polymer.de)

# PSS Softwarelösungen:

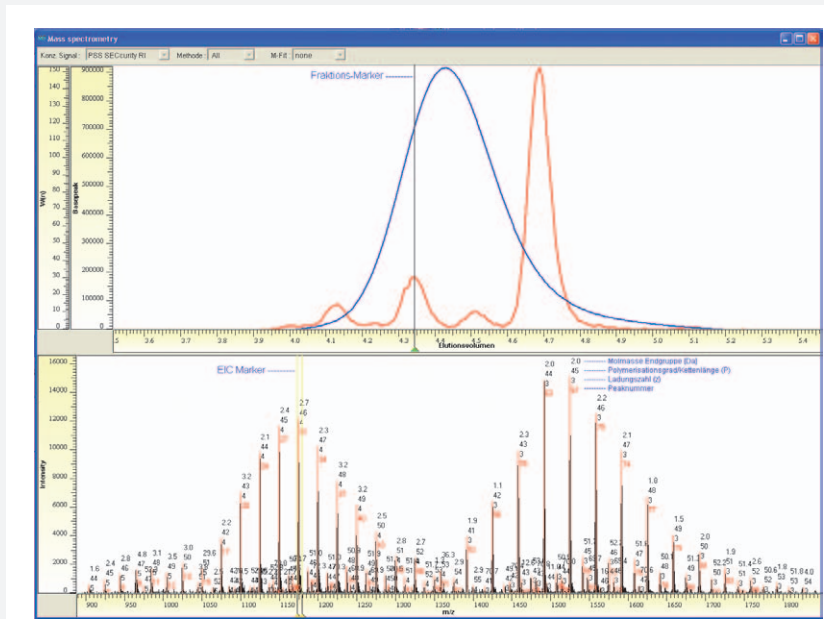
## Quantitative Untersuchung von Makromolekülen mit der GPC/SEC-Massenspektrometrie (MS) und dem WinGPC MS-Modul

In 2011 gibt es viel Neues bei der Kopplung von GPC/SEC mit MS Geräten. In den letzten Jahren wurden die Massenspektrometer (MS) immer leistungsfähiger und schonende Ionisierungsverfahren, auch geeignet für Makromoleküle, wurden entwickelt. Forschungsgruppen (z.B. KIT, BAM, NIST, etc.) haben leistungsfähige Analysemethoden entwickelt, die es erlauben Polymere erfolgreich mit MS zu untersuchen. Was bisher noch fehlte war die sinnvolle Integration von GPC/SEC-MS Analysen in ein makromolekulares Chromatographie Datensystem (MCDS), mit dem auch Nicht-MS Experten schnell und einfach umfassende Informationen bei neuen und komplexen Makromolekülen erhalten. Die nächste WinGPC 8 Release wird die neusten Entwicklungen um die Massenspektrometrie aufnehmen und erstmals ein MS-Modul zur quantitativen Analyse von Polymeren mit GPC/SEC-MS Kopplung bieten.

Die WinGPC wird jedes MS Verfahren unterstützen (ESI, MSn, MALDI, etc), jedoch eignet sich nach dem jetzigen Stand der Technik die ESI-MS Technik für Kopplungen aus unserer Sicht am besten.

### Aufbau einer GPC/SEC-MS Kopplung

Die online Anbindung eines MS an ein Standard-LC System erfolgt am einfachsten mit einem T-Stück, wobei der Hauptfluss durch den Konzentrationsdetektor geleitet wird (vgl. Abb. 1). Die MS-Steuerung wird von der MS-Gerätesoftware durchgeführt. Ist die MS-Messung abgeschlossen, werden die MS Daten einmalig in die WinGPC Datenbank importiert und können dort jederzeit ohne Neuimport bearbeitet werden.



WinGPC MS Fenster. Im oberen Teil sind die Detektorsignale zu sehen (in diesem Fall das RI Signal (blau) und das MS-Signal (TIC total ion count, rot). Der untere Teil zeigt das Massenspektrum am Elutionsvolumen des grünen Fraktionsmarkers mit automatischer Zuordnung von Ladungszustand, Polymerisationsgrad und Molmasse der Endgruppe.

Die Daten des MS Detektors werden nach dem Spektrenimport in der WinGPC genau so behandelt wie die anderer Detektoren auch. Nach Eingabe eines Detektor-Versatzes liegen für alle Detektoren die korrekten physikalischen Informationen vor (z.B. Konzentration der gewählten Fraktion, MS-Spektrum, Viskosität und/oder Molmasse aus einem online Viskosimeter oder konventioneller Kalibration, Trägheitsradius aus MALLS).

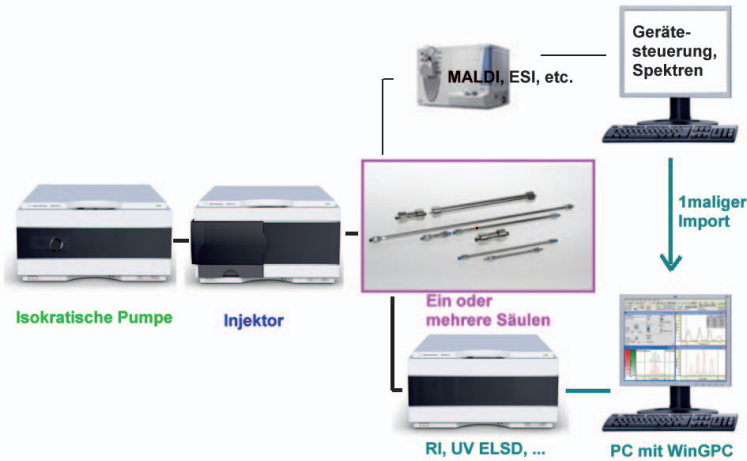
Nach Setzen von Basislinie und Integrationsgrenzen beginnt die erweiterte Auswertung.

Durch Setzen eines grünen Markers kann im neuen MS-Fenster zu jedem Elutionsvolumen das zugehörige Massenspektrum dargestellt werden (vgl. Abb. 2). Das entspricht in der Funktionalität der Darstellung des Zimm/Debye/Berry plots bei Mehrwinkellichtstreuung im LS-Fenster. Durch die hohe Auflösung moderner MS-Geräte zeigen sich hier separat für jede analytische GPC/SEC-Fraktion neben der Verteilung der Hauptkomponenten auch noch Nebenverteilungen, z.B.:

- Spezies mit unterschiedlichen Endgruppen und Zyklen
- das Vorliegen chemisch einheitlicher oder komplexerer Makromoleküle
- Copolymere neben Homopolymeren
- Homopolymerkontaminationen in Copolymeren
- Verzweigungspunkte von Stern- bzw. Kammpolymeren
- Untersuchung/Optimierung des Kettenabbruchs bei Polymersynthesen
- Aufklärung des Kettenabbruchs bei Alterung/Belastung
- Out-of-spec Untersuchungen

Der Vorteil der ESI, die Möglichkeit des Auftretens von Mehrfachladungen, erschwert nor-

Abb. 1



GPC/SEC-MS Kopplung (schematisch): Nach der Trennung wird der Fluß gesplittet, dabei fließt der größere Teil des Stroms durch den Konzentrationsdetektorzweig, nur ein kleiner Teil fließt in das MS. Die MS-Spektren werden separat aufgenommen und danach in die WinGPC importiert.

Abb. 2

Abb. 3

**Notwendige MS-Parameter:**

Für Homopolymere wird die Molmasse der Wiederholeinheit sowie die Molmasse des Ionisierungsgagens benötigt. In unserem Beispiel wird ein PMMA mit NaJ untersucht.

Werden Copolymere untersucht muss auch noch die Molmasse des zweiten Monomeren angegeben werden (im Beispiel: none, da es sich um ein Homo-PMMA handelt).

**Bestimmung von absoluten Molmassen**

Durch Auswahl einer bestimmten Struktur oder des sogenannte Base peak (im Spektrum am häufigsten vorkommenden Signals) können im nächsten Schritt sogar die Verteilungen dieser Struktur als Chromatogramm sichtbar gemacht werden. Man erhält ein extracted ion chromatogram, EIC, (manchmal auch single oligomer profile, SOP, genannt). Jede dieser Strukturen liefert ihre eigene Kalibration, da das MS sehr genau Molmassen bestimmt. Dadurch ist es möglich auch für jede Struktur die Molmassenverteilung und die wahren Molmassenmittelwerte ohne Kalibration mit Standards oder weitere Vorkenntnisse (z.B.  $dn/dc$  Werte bei Copolymeren) zu bestimmen. Durch Auswahl und Kombinationen von verschiedenen Strukturen kann natürlich auch die korrekte Molmassenverteilung eines Subsets der Gesamtprobe bestimmt werden.

Zur exakten Bestimmung von Molmassenmittelwerten ist natürlich nicht nur die exakte Molmasse selbst wichtig, sondern es wird auch die korrekte Konzentration einer Spezies benötigt. Diese kann aber nicht aus den MS selbst bestimmt werden, da MS Signale nicht einfach quantifiziert werden können.

Zur Bestimmung der Konzentrationen aller Spezies (Strukturen) werden deshalb (analog zur Kopplung mit Viskosimetrie oder Lichtstreuung) Konzentrationsdetektoren (RI, UV,

ELSD) benötigt. Als Nebenaspekt der Kopplung mit dem Konzentrationsdetektor ist sogar eine sinnvolle automatische Bandenverbreiterungskorrektur möglich. Damit ist sichergestellt, dass immer die korrekte Konzentration einer im MS identifizierten Struktur zugewiesen wird.

Diese Art der GPC-MS Kopplung wurde schon auf vielfältigste Makromoleküle (Homo- und Copolymere) angewendet. Untersucht wurden Polyacrylate, Polyester, Polyether, Polyamide, Harze, Polycarbonate, Proteine und natürlich wurde auch Polystyrol. Dabei standen Fragen der Syntheseoptimierung, des Abbauverhaltens, der Polymeralterung und der Deformulierung im Vordergrund. Dieses neue Gebiet bietet aber sicher noch weitere vielfältige Betätigungsmöglichkeiten, um detailliertere Informationen über Struktur-Eigenschafts-Wirkungsbeziehungen zu erarbeiten.

**Peter Kilz**

+49 6131 9623940

PKilz@polymer.de

# PSS Service-Analytik:

## GPC/SEC - Massenspektrometrie – Ein wichtiges Analysentool für wahre Molmassen und sinnvolle REACH Analytik

Die Bedeutung und die Leistungsfähigkeit der GPC/SEC-Trennmethode, insbesondere zur Charakterisierung von Makromolekülen, ist hinreichend bekannt. Die Trennung erfolgt dabei nach Größe. Bei ausschließlicher Verwendung von Konzentrationsdetektoren (UV/RID) ist die GPC/SEC leider keine Absolutmethode. Man muss das Trennsystem sorgfältig kalibrieren, um Aussagen über die mittlere Molmasse und die komplette Molmassenverteilung der untersuchten Polymerprobe zu erhalten.

Die Kalibration erfolgt in der Regel über die Messung von Polymerstandards, die im Idealfall chemisch gleich aufgebaut sind wie die zu untersuchende Probe. In diesem Fall erhält man die korrekten Molmassen.

Wenn keine passenden Standards zur Verfügung stehen und die wahre Molmasse der Probensubstanz gefordert ist (z.B. für eine Produktregistrierung), ist eine absolute Molmassenbestimmung erforderlich. Eine Methode ist die hier GPC/SEC-Lichtstreu-Kopplung, die als Absolutmethode keine Molmassen-Kalibration erfordert. In der praktischen Anwendung liefert die LS-Detektion jedoch nur zuverlässige Ergebnisse für Molmassen  $M > 5\,000$  Da. Zudem erfordert sie die Kenntnis wichtiger Probenparameter (z.B. Brechungsindexinkrement,  $dn/dc$ ), die nicht immer zugänglich oder konstant sind.

**Serviceanalytik: REACH**

Eine große Gruppe von technischen Produkten sind oligomere Verbindungen, deren Polymerstatus im Rahmen der REACH Regularien explizit nachgewiesen werden muss.

In diesen Verbindungen sind die ersten Polymerisationsgrade in der Probenmatrix noch vorhanden. Um als „polymere“ Verbindung eingestuft werden zu können, dürfen unter REACH Regularien festgelegten Grenzwerte nicht überschritten werden. Basierend auf einer direkten Kalibrierung mit oligomeren Vergleichsstandards (z.B. oligomere Styrole mit definierten Polymerisationsgrad) liefert die klassische Auswertung zwar für jede oligomere Spezies eine relative Molmasse, diese kann aber von den tatsächlichen „wahren“

Oligomer-Molmasse im Produkt signifikant abweichen. Dies kann dazu führen, dass die REACH Kriterien für ein Polymer formal nicht erfüllt sind, nur weil mit ungeeigneten Referenzsubstanzen kalibriert wurde.

Mittels einer GC-MS-Analyse, die als potentielle Methode noch in Betracht gezogen werden kann, können in der Regel nur die ersten Oligomerfraktionen zuverlässig bestimmt werden. Damit ist bei Anwendung dieser Methode immer die Frage zu stellen, ob die gesamte Probe auch tatsächlich erfasst wird.

Um dieses Dilemma zu umgehen, ist die Kopplung der GPC/SEC (oder auch HPLC) mit einer massenspektroskopischen Detektionsmethode zu empfehlen. Gerade die ESI-MS hat genau in dem für die Fragestellung interessantem Molmassenfenster ( $4000 > M > 200$ ) ihre Stärke und lässt sich relativ leicht on-line koppeln. Die MALDI-TOF Alternative, die zur Proben-Ionisation eine Matrix benötigt, hat für die Fragestellung den Nachteil, dass Matrixbestandteile die Interpre-

n	0 CH <sub>2</sub> OH	1 CH <sub>2</sub> OH	2 CH <sub>2</sub> OH	3 CH <sub>2</sub> OH	4 CH <sub>2</sub> OH	5 CH <sub>2</sub> OH
1	200	230	260	290	320	-
2	306	336	366	396	426	456
3	413	442	472	502	532	562

*Übersicht über die Polymerisationsgrade 1 bis 3, Bestimmung der Substitutionsgrade.  
Grau: theoretisch möglich, nicht gefunden, Grün: im MS Spektrum identifiziert*

tation der Massenspektren erschweren und eine direkte online-LC-Kopplung nicht möglich ist.

Aus der ESI-MS Spektren erhält man Linienpektren. Zu jeder Elutionszeit oder Oligomerfraktion lässt sich die korrespondierende Molmasse ermitteln. Schwierig ist jedoch eine quantitative Auswertung. Daher nutzt man in der Praxis die Molmasseninformation der einzelnen Oligomeren aus der MS um eine direkte, absolute Kalibration anhand der Probe durchzuführen.

Die Quantifizierung erfolgt danach über die Auswertung des Elutionsprofils des zusätzlich verwendeten Konzentrationsdetektors. (UV oder RID) (siehe dazu auch den Artikel

auf Seite 2/3 dieses Tickers).

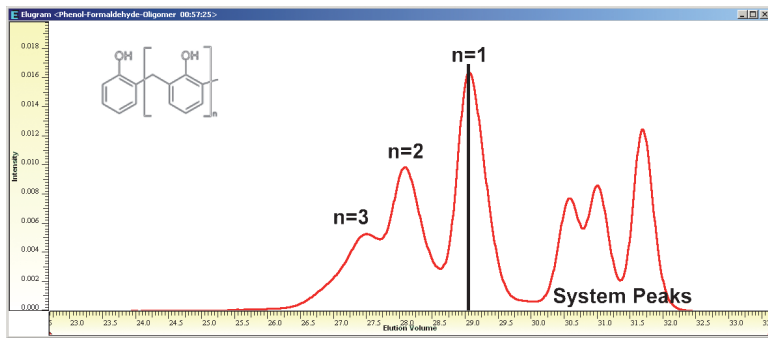
Produkte, die über dieses Verfahren analysiert werden können sind zum Beispiel

- oligomere Harze (Phenolharze)
- Präpolymere auf Isocyanatbasis (Edukt zur Herstellung von Polyurethanschäumen)
- Öle (oxidativ behandelte Sojaöle, Leinöle)
- Fette und Glyceride.

Weiter zu nennen sind Polyesterpolyole und allgemein Produkte, die als Schmiermittel eingesetzt werden.

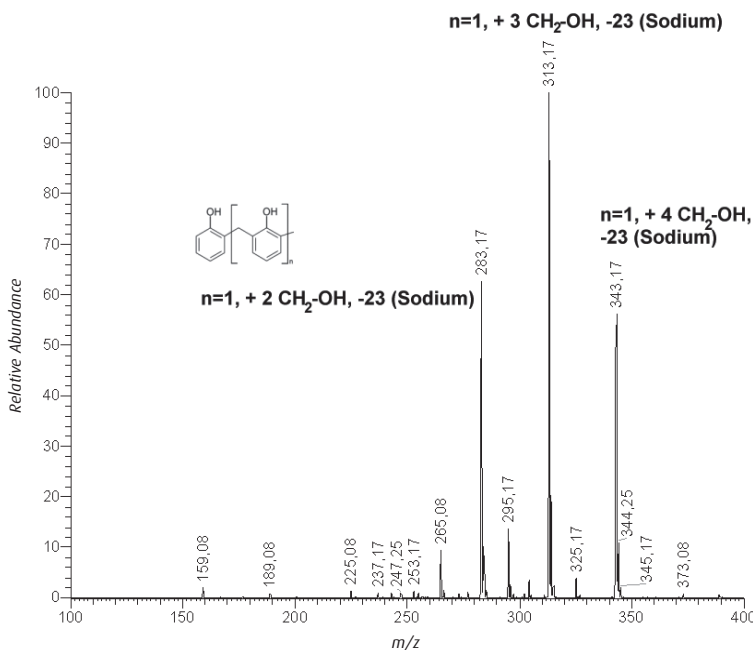
Eine typische Applikation finden Sie in Abbildung 1 und 2. Abbildung 1 zeigt das RI-Chromatogramm eines oligomeren Phenolformaldehydharzes. Zuzuordnen sind die Signale für 1, 2 und 3 Wiederholeinheiten. Abbildung 2 zeigt nun das zum Polymerisationsgrad 1 gehörige ESI-Massenspektrum. Hier erkennt man, dass innerhalb des Peaks mit dem Polymerisationsgrad 1 drei verschiedene co-eluierende Spezies vorliegen, die sich im Substitutionsgrad (2, 3 und 4 CH<sub>2</sub>-OH Substituenten) unterscheiden. Tabelle 1 fasst die möglichen und identifizierten Spezies für die unterschiedlichen Polymerisationsgrade zusammen.

Abb. 1



RI-Chromatogramm eines oligomeren Phenolformaldehydharzes mit den unterschiedlichen Polymerisationsgraden 1 bis 3 sowie den typischen Systempeaks.

Abb. 2



ESI-MS Spektrum zum Polymerisationsgrade 1 des oligomeren Phenolformaldehydharzes. Insgesamt 3 verschiedene Substitutionsgrade co-eluieren in einem RI-Peak.

Aufgrund der ESI-MS Messtechnik (Spray-Verfahren) werden Anforderungen an die mobile Phase gestellt. Diese muss relativ leicht verdampfbar sein und darf keine Salze enthalten. Damit gelten die gleichen Anforderungen bezüglich der mobilen Phase wie bei Verwendung eines ELS Detektors. Eluenten wie Tetrahydrofuran (THF), Toluol, Chloroform und Methylenechlorid sind ohne Einschränkung einzusetzen. Für wässrige GPC/SEC-Applikationen, für die in den meisten Fällen der Zusatz eines Salzes notwendig ist, muss im Einzelfall getestet werden, ob alternativ ein verdampfbares Salz (Ammoniumacetat) eingesetzt werden kann.

**Die PSS Auftragsanalytik diskutiert gerne mit Ihnen Ihre Fragestellung und sendet Ihnen ein Angebot zu.**



**Friedhelm Gores**

☎ +49 6131 9623950

✉ FGores@polymer.de

# Praktische Durchführung von chromatographischen Trennungen mit online ESI-MS Analyse

## – Ein Erfahrungsbericht –

### Vorteile und Anwendbarkeit

Einer der großen Vorteile der Elektrospray Ionisation, ESI, liegt in der einfachen Kopplung dieser Ionisationstechnik mit chromatographischen Trennungen. Schon kurz nach der Einführung der ESI-MS als neue analytische Methode wurden Anwendungen der online-SEC/ESI-MS in der Polymeranalytik veröffentlicht.<sup>[1]</sup> Vor allem die Größenausschlusschromatographie, SEC, hat sich als hochkompatible Trennmethode in online-Kopplung mit der ESI-MS bewährt. Die Trennung der Polymermoleküle nach Größe gewährleistet, dass Polymerfraktionen mit einer sehr engen Molekulargewichtsverteilung das erreichen. Das ESI/MS ansonsten typische Phänomen, dass es zu massenspektrometrischen Überlappungen von in unterschiedlichen Ladungszuständen aufgrund einer breiten Molekulargewichtsverteilung kommen kann, wird somit unterdrückt. Durch die online Kopplung von SEC und ESI-MS können somit einfach zu interpretierende Massenspektren ohne überlappende Ladungszustände generiert werden. Weiterhin wird die Empfindlichkeit der massenspektrometrischen Analyse durch die Kopplung signifikant verbessert. Dieser Effekt beruht ebenfalls auf der Tatsache, dass anstatt der gesamten Molekulargewichtsverteilung immer nur kleine eng verteilte Fraktionen der Molekulargewichtsverteilung zu einem Zeitpunkt ionisiert werden und Sättigungseffekte somit weniger Einfluss auf die Ionisationseffizienz haben. Können mit der ESI-MS bei Direktinfusionsmessungen Proben in einem Molekulargewichtsbereich bis ca. 3 kDa analysiert werden, so kann dieser Massenbereich, je nach Auflösungsvermögen des Massenspektrometers, bei der online Kopplung auf einige 10-20 kDa erweitert werden.<sup>[2]</sup> Durch die Vortrennung der Polymere werden niedermolekulare Verunreinigungen und Matrixbestandteile entfernt, welche ansonsten den Ionisationsprozess stören können.

Im Gegensatz zu Biopolymeren lassen sich die meisten synthetischen Polymere oft nicht durch Adduktbildung mit  $H^+$  ionisieren. Carbonyl-, Carboxyl- und Ethergruppen weisen jedoch eine hohe Affinität gegenüber Alkaliionen auf, vor allem  $Na^+$  und in geringerem Maße  $Li^+$ ,  $K^+$ . Als Faustregel sollten die zu analysierenden Polymere mindestens eine der oben aufgeführten funktionellen Gruppen pro Monomereinheit tragen. Typische Systeme sind Poly(meth)acrylate, Poly(meth)acrylamide, Polyester, Polyamide, Polyether,

Polycarbonate, Polyimide und eine weitere große Anzahl hier nicht genannter Harzvorläufer und Oligomere.

### Technische Umsetzung

Durch die Kompatibilität moderner Elektrospray Quellen mit Eluentflüssen von bis zu einigen 100  $\mu L/min$  kann eine Kopplung unkompliziert auf bereits im Labor vorhandenen konventionellen HPLC/MS Systemen etabliert werden<sup>[3]</sup>. Kopplungen mit  $\mu SEC$ -Säulen wurden ebenfalls beschrieben (250x0.5 mm I.D., 3-4  $\mu L$  Flussraten).<sup>[4]</sup>

Ein geeigneter instrumenteller Aufbau der am Karlsruher Institut für Technologie Verwendung findet ist in Abbildung 1 dargestellt.<sup>[5-6]</sup> Das analytische HPLC-System besteht aus einer Pumpe, welche den Eluenten (THF) mit einer Flussrate von 300  $\mu L/min$  fördert. Die leichte Reduktion der Flussrate bei gleichzeitiger Reduktion der Säulendurchmesser auf 4.6 mm sorgt für einen geringeren Lösungsmittelverbrauch bei gleichbleibender Trennleistung. Als Trennsäulen haben sich hochauflösende Säulen bewährt, da die Polydispersität der am Massenspektrometer angelangenden Fraktionen minimiert werden kann. So können mit einer PSS SDV linear S-Kombination (1 x 4.6x30 mm + 2 x 4.6x250 mm, 3  $\mu m$  Partikelgröße) exzellente Ergebnisse erzielt werden. Kleinere Säulendimensionen haben den Vorteil, dass der Verdünnungseffekt minimiert wird.

Proben mit einem Injektionsvolumen von 20 bis maximal 100  $\mu L$  und einer Analytkonzentration von 3 bis maximal 10 mg/mL werden typischerweise auf das System aufgegeben. Dabei werden höhere Konzentration und Injektionsvolumina vor allem für Polymere mit einem hohen mittleren Molekulargewicht und hoher Polydispersität benötigt.

Eine parallele Anordnung von konzentrationsempfindlichen Detektoren (UV, RI, ELSD) und MS, erlaubt es, alle Detektoren unter optimierten Flussraten zu betreiben. Der Großteil des Eluenten (270  $\mu L/min$  wird nach der Auftrennung zum UV-Vis und RI-Detektor geleitet, um Bandenverbreiterungsprozesse durch die Mischvolumina der Detektorzellen, die bei niedrigen Flussraten besonders signifikant sind, zu minimieren. Ein Zehntel des

Eluenten (30  $\mu L/min$ ) wird zum Massenspektrometer geleitet. Für das Teilungsverhältnis

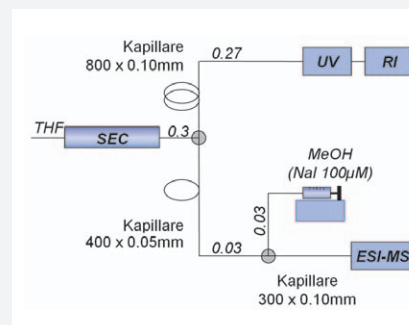


Abb. 1

von 9:1 sind die optimalen Kapillarendimensionen in Abbildung 1 dargestellt.

Durch eine Spritzenpumpe wird eine Methanollösung von Natriumiodid (100  $\mu L/min$ ) dem Eluenten hinzugefügt. Durch die Zugabe von definierten Mengen an Natriumsalz wird eine reproduzierbare und effiziente Ionisierung ermöglicht und eventuelle ungewollte Ionisierung durch im Lösungsmittel vorhandene kationische Verunreinigungen ( $K^+$ ,  $Li^+$ ,  $NH_4^+$ , etc.) unterdrückt. Obwohl Spritzenpumpen zur Förderung eingesetzt werden können, empfiehlt sich die Investition in eine Kolbenpumpe (z.B. Teledyne ISCO, Model DM100) oder eine Mikrofluss HPLC-Pumpe, um eine reproduzierbare und pulsationsarme Förderung zu ermöglichen. Mit Dichlormethan (DCM) oder Tetrahydrofuran (THF) als Eluenten kann eine Vielzahl an hydrophoben Polymeren analysiert werden. Es sollte jedoch darauf geachtet werden, dass Verbindungsstücke und Kapillaren, die mit DCM oder THF in Verbindung kommen nicht aus Kunststoffen wie PEEK oder PTFE gefertigt sein dürfen, da es zur Quellung des Materials und zur Auswaschung von niedermolekularen Komponenten kommen kann. Obwohl Fingertight Fittings aus PEEK erfahrungsgemäß keine Probleme darstellen und bei diesem System bereits für mehrere Jahre verwendet wurden ist darauf geachtet worden, dass alle Kupplungen und T-Stücke aus Edelstahl gefertigt wurden. Als Kapillarmaterialien kommen Edelstahl, Polyimid-ummanteltes Silica sowie PEEKSil™ in Frage.

**Autor:**  
Dr. Till Gründling  
Karlsruher Institut für  
Technologie (KIT)  
Info@polymer.de



Literatur: <sup>[1]</sup> L. Prokai, W. J. Simonsick, *Rapid Comm. Mass Spec.* 1993, 7, 853.

<sup>[2]</sup> M. W. F. Nielsen, F. A. Buijtenhuijs, *Anal. Chem.* 1999, 71, 1809.

<sup>[3]</sup> T. Gruendling, M. Guilhaus, C. Barner-Kowollik, *Anal. Chem.* 2008, 80, 6915.

<sup>[4]</sup> D. J. Aaserud, L. Prokai, W. J. Simonsick, *Anal. Chem.* 1999, 71, 4793.

<sup>[5]</sup> L. Prokai, D. J. Aaserud, J. W. J. Simonsick, *J. Chrom. A* 1999, 835, 121.

<sup>[6]</sup> T. Gruendling, M. Guilhaus, C. Barner-Kowollik, *Macromolecules* 2009, 42, 6366.

# PSS GPC/SEC Säulen

## Neue Partikeldimensionen für die GPC/SEC

In den letzten 5 Jahren haben UHPLC Säulen erfolgreich Einzug in die Welt der HPLC Trägermaterialien gehalten. UHPLC Trägermaterialien sind durch kleine Partikelgrößen (<2 µm) ausgezeichnet. Diese neuen Trägermaterialien führten in der UHPLC zu kleineren Säulendimensionen und somit zu einem Geschwindigkeitsvorteil und Effizienzgewinn. Leider ist dieses Konzept nicht so einfach auf die GPC/SEC übertragbar. Die Trennmechanismen und analytischen Fragestellungen zwischen HPLC und GPC/SEC unterscheiden sich fundamental.

In der GPC/SEC werden größtenteils Makromoleküle separiert. Die Molmassen und auch die Dimension der Moleküle in Lösung können sehr groß werden. Molmassen von 100 000 Da bis > 10 Millionen Da, und somit hydrodynamische Volumina von 10 nm bis > 500 nm, sind daher keine Seltenheit.

Die Gefahr der Scherung dieser großen Partikel, also des Bruchs der Polymerkette als Folge des Stress auf die Kette wenn das Zwischenkornvolumen sehr klein wird, stellt die größte Limitierung für die Reduzierung der

Die Notwendigkeit, auch in der GPC/SEC immer kleinere Partikel einzusetzen, eingedenk der genannten physikalischen Limitierungen, hat sich aber aufgrund der Nachfrage nach immer besserer Auflösung bei kürzeren oder vergleichbaren Analysenzeiten trotzdem gestellt. Auch die neuesten analytischen LC-Kopplungsmethoden, wie z.B. die GPC/SEC-ESI-MS Kopplung verlangt nach möglichst hochauflösenden Säulen bei insgesamt kleinem Säulenvolumen (siehe auch Erfahrungsbericht auf Seite 5). Um dieses Ziel zu erreichen, mußten entsprechenden Mikrosäulen mit insgesamt kleineren Partikeln entwickelt werden.

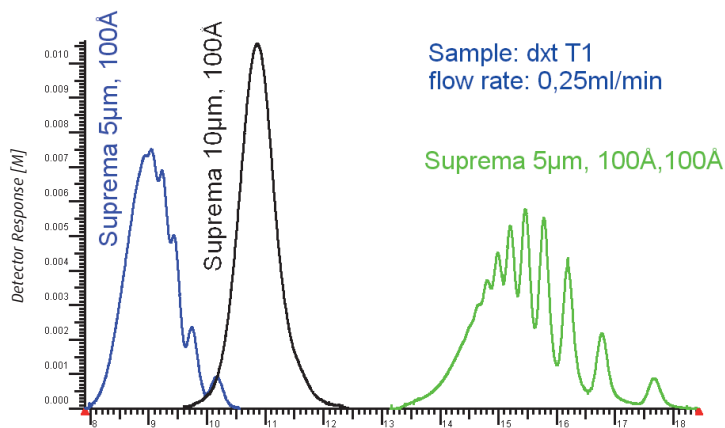
PSS hat deshalb Phasen mit deutlich kleineren Partikeldimensionen für wässrige und organische Applikationen entwickelt und getestet. Ziel der Entwicklung war es ein Trägermaterial zu entwickeln, dass einerseits eine deutlich bessere Auflösung, insbesondere im niedermolekularen Trennbereich zeigt, und andererseits ermöglicht auch hochmolekulare Polymere mit Molmassen > 1 Million Da ohne Scherung d.h. Polymerabbau zu separieren.

Säulen dargestellt. Eine SUPREMA 5µm 100 Å Säule reicht schon aus, um das untersuchte Dextran dxt T1 teilweise schon in seine Oligomere zu trennen. Die vergleichbare SUPREMA 10µm Säule zeigt unter den gleichen Bedingungen nur einen symmetrischen Peak. Bei der Kombination zweier SUPREMA 5µm 100 Å Säulen können die niedermolekularen Bestandteile des Dxt T1 sogar fast basisliniensepariert werden.

Um zu verifizieren, dass wirklich keine Probenveränderung durch die kleineren Partikel stattfindet wurden die hochmolekularen Polysaccharide Pullulan 400.000 Da bis Pullulan 2,5 Million Da auch noch mittels GPC/SEC Mehrwinkellichtstreuung auf den 5µm und 10µm SUPREMA Säulen vermessen. Abbau oder Probenveränderung konnte mittels der absoluten Molmassenbestimmung über MALLS nicht festgestellt werden.

Mit den PSS SUPREMA 5µm Säulen stehen damit nun neue hochauflösende Säulen für eine Vielzahl wässriger Applikationen im Molmassenbereich zwischen 100 Da bis 5 Millionen zur Verfügung.

Abb. 1



Vergleich des Separationsvermögens einer SUPREMA 5µm (jeweils 8\*300 mm) und einer SUPREMA 10µm Säule bzw. einer SUPREMA 5µm Säulenkombination am Beispiel eines oligomeren dxt T1 in Wasser.

Partikelgröße in der GPC/SEC dar. Hinzu kommt eine zusätzliche Limitierung der Porengrößen auf den Partikeln. Bei kleinen Partikeln steht weniger Stützmatrix zur Verfügung, insbesondere dann wenn die Poren auf den Partikeln sehr groß werden. Dies kann die Stabilität der Partikel nachhaltig beeinträchtigen, insbesondere auch deshalb weil der Gesamtdruck der Säule bei kleineren Partikeln aufgrund der größeren Packungsdichte deutlich ansteigt.

Für die GPC/SEC-ESI-MS Analytik stehen nun Mikro SDV-Säulen mit den entsprechenden passenden Partikelgrößen zu Verfügung.

Am Beispiel der neuen PSS SUPREMA 5µm Säulen soll das Ergebnis der PSS Säulentwicklung nochmals verdeutlicht werden. In **Abbildung 1** ist die Auflösung der SUPREMA 5µm und 10µm 100 Å Säule gegenübergestellt. Außerdem wird der Auflösungsgewinn gezeigt, der durch Verwendung einer Säulenkombination bestehend aus zwei 100 Å

Diese Ergebnisse wurden auch auf den PSS Säulenseminaren 2010 in Mainz vorgestellt. Für die rege Teilnahme und die interessanten Workshops und Diskussionen möchten wir uns noch einmal bei allen Teilnehmern bedanken. Das Säulenseminar wird am 08. November 2011 in englischer Sprache wiederholt.



**Dr. Thorsten Hofe**

+49 6131 9623960

THofe@polymer.de

# PSS Erweiterungsbau Mehr Platz auch für neue Mitarbeiter

## Interview mit Joachim Kilz, Leiter Finanzen, Personal und Verwaltung

**Herr Kilz, warum brauchte PSS schon jetzt, nur 9 Jahre nach dem Neubau, einen Erweiterungsbau?**

Die letzten Jahre waren geprägt durch deutliche Veränderungen im nationalen und internationalen GPC/SEC-Markt. Durch Akquisitionen, Re- und Umstrukturierungen sowie den Ausbau und die Entwicklung neuer regionaler und applikativer Märkte ist gerade PSS in den letzten Jahren überdurchschnittlich stark gewachsen. Das betraf sowohl den Umsatz, als auch die Mitarbeiterzahlen. Um weiterhin genug Kapazität für die Produktion und den qualifizierten Support zu bieten brauchten wir eindeutig mehr Platz.

**Welches Konzept hatten Sie für das Erweiterungsgebäude?**

Wir haben mit dem Erweiterungsbau mehr als 65% an Büroräumen und Seminarräumen dazugewonnen. Nach dem Umzug von Mitarbeitern in den Erweiterungsbau haben wir damit auch die Möglichkeit die vorhandene Produktions- und Laborkapazität – unter Nutzung vorhandener Infrastruktur – weiter auszubauen. Das ist notwendig, um die weltweit gestiegene Nachfrage auch in Zukunft zeitnah und effizient bedienen zu können.

**Was bedeutet das für die PSS Mitarbeiter und Kunden?**

Für die existierenden Mitarbeiter bedeutet das natürlich bessere Arbeitsbedingungen. Zum einen ganz trivial im Bezug auf den Platz, aber natürlich auch in Bezug auf die Arbeitsumgebung und die Arbeitssicherheit.



Erst damit können wir unter guten Bedingungen für unsere Mitarbeiter unsere gewohnt hohe Qualität aufrecht erhalten. Außerdem haben wir jetzt wieder die Chance dringend benötigte neue Mitarbeiter einzustellen.

Für unsere Kunden bedeutet das weiterhin schnelle Reaktionszeiten, sowohl bei der Lieferung als auch beim Support. Zudem eine angenehme Arbeitsatmosphäre bei Schulungen, die wir hier in unserem Haus durchführen. Da wir auch die Kapazität im Bereich Demolaboratorien ausgebaut haben können wir auch hier schneller reagieren und unseren Kunden helfen, sich ein gutes Bild von der Leistungsfähigkeit der PSS Systeme zu machen.

**Welche Pläne haben Sie für 2011?**

Nachdem wir nun wieder die räumlichen Möglichkeiten haben, werden wir 2011 wieder ausbilden. Nach den sehr positiven Erfahrungen mit Christian Wecker, der nun bei PSS in der Auftragsabwicklung mitarbeitet und für unseren Seminarbereich mit zuständig ist, ist uns die Entscheidung weiter auszubilden

sehr leicht gefallen.

Zudem suchen wir weiterhin Verstärkung für unser Team. Hier ist neben der Abteilung Software/GPC-Systeme der Bereiche Partikeltechnologie und Säulenentwicklung zu nennen. Hier werden kompetente Mitarbeiter gesucht. Im Bereich Vertrieb haben wir uns gerade mit Dr. Huub Bock verstärkt. Er arbeitet seit ca. 1,5 Jahren mit PSS zusammen und ist seit Anfang des Jahres ein neuer Mitarbeiter bei der PSS GmbH Deutschland. Herr Bock wird sich weiterhin um unsere Kunden in den Niederlanden, in Belgien und in Luxemburg kümmern.

Auch für unsere Niederlassung in den USA ist einiges geplant, denn auch hier stehen dringend notwendige personelle und infrastrukturelle Verstärkungen an. 2011 wird wieder ein ereignisreiches Jahr für PSS werden.



**Joachim Kilz**

+49 6131 9623921

JKilz@polymer.de

## Kinderkrebshilfe Mainz: Gemeinsam den Krebs besiegen Spende für das Zentrum für Kinder- und Jugendmedizin Universitätsklinik Mainz

2010 feierte PSS sein 25jähriges Bestehen mit vielen Freunden, Partner und Kunden. Geburtstagsgeschenke gab es dabei nicht nur für unsere Kunden, sondern auch für PSS in Form von Spenden für das Zentrum für Kinder- und Jugendmedizin der Universitätsmedizin der Johannes Gutenberg-Universität Mainz, im speziellen für die Station A2, die pädiatrische Onkologie und Hämatologie. Hier werden ständig mehr als 300 an Krebs erkrankte Kinder stationär und ambulant versorgt. Ein spezialisiertes Team sorgt dafür, dass die betroffenen Kinder eine optimale Behandlung erhalten und durch intensive Forschung die Heilungschancen kontinuierlich verbessert werden. Für eine gezielte Unterstützung sorgt hier

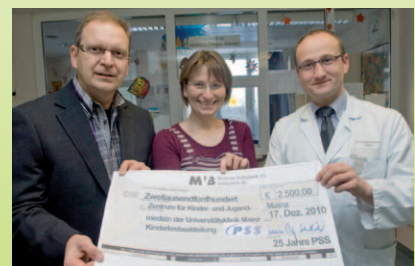
die Kinderkrebshilfe Mainz. Zusammen mit Eltern-Selbsthilfegruppen sowie anderen gemeinnützigen Vereinen und Stiftungen wirken Mainzer Hochschulmediziner und Wissenschaftler am gemeinsamen Ziel mit, der Lösung einer bestmöglichen Behandlung krebskranker Kinder.

**Weitere Informationen:**

<http://www.kinderkrebshilfe-mainz.de>

Am 17. Dezember 2010 übergab PSS einen Scheck über **2.500,- Euro** an Herrn Priv.-Doz. Dr. med. Jörg Faber.

Wir freuen uns sehr diese sinnvolle und wichtige Arbeit unterstützen zu können und möchten uns an dieser nochmals bei allen Spendern bedanken!







Joachim Kilz und Daniela Held von der PSS GmbH übergeben der Onkologischen Abteilung der Kinderklinik, vertreten durch Dr. Faber, eine Spende von 2.500,- Euro. (Bild: Markus Schmidt, Stabsstelle Foto-Grafik-Video Universitätsklinik Mainz).



# PSS Termine 2011

## GPC-Kurse

GPC-Theorie & Praxis


-  28. bis 30. März 2011
-  26. bis 28. September 2011
-  24. bis 25. März 2011
-  22. bis 23. September 2011

Hands-on Visko/LS

-  07. bis 08. Februar 2011
-  30. Juni bis 01. Juli 2011

## Usermeetings

WinGPC Usermeeting

-  09. November 2011  
(Teilnahme kostenlos)



European GPC/SEC Säulenseminar

-  08. November 2011



## Software-Kurse

Die Tage der Software-Kurse sind auch einzeln buchbar.



WinGPC ReportDesigner

-  11. April 2011
-  05. September 2011



WinGPC Basic training

-  12. April 2011
-  06. September 2011



WinGPC Visko/LS

-  13. April 2011
-  07. September 2011

WinGPC SystemPilot

-  14. April 2011
-  08. September 2011

WinGPC Compliance Pack

-  15. April 2011
-  09. September 2011

## Messen & Tagungen

15. bis 17. Februar 2011

Analytik Lounge, Karlsruhe, Messestand und Vortrag Daniela Held

24. bis 26. Februar 2011

Makromolekulares Kolloquium, Freiburg, Messestand und Poster Peter Kilz

09. bis 11. März 2011

EuroLab, Warschau/Polen, Messestand

27. bis 31. März 2011

241th ACS National Meeting & Exposition, Anaheim, California/USA, Messestand PSS USA

26. bis 29. April 2011

11th Annual UNESCO/IUPAC Workshop and Conference on Functional Polymeric Materials, Stellenbosch /Südafrika, Messestand und Vortrag Peter Kilz: "Online Mass Spectrometry for Comprehensive GPC/SEC Characterization"

26. bis 29. Juni 2011

EPF 2011, Granada/Spanien, Messestand

## Neuer PSS Mitarbeiter für BeNeLux

Seit Januar 2011 ist Dr. Huub Bock bei PSS beschäftigt.

Er ist zuständig für die Betreuung unserer Kunden in den Niederlanden, Belgien und Luxemburg, die er direkt von den Niederlanden aus betreut.

Huub Bock arbeitet schon seit Mitte 2009 mit PSS zusammen und ist ein weltweit bekannter Experte für GPC/SEC, Lichtstreuung (statisch und dynamisch) und Kopplungstechniken.

Wir freuen uns auf die intensiviertere Zusammenarbeit!



**Dr. Huub Bock**

+31 43 4591717  
HBoock@polymer.de

## Kontakt

PSS Polymer Standards Service GmbH  
In der Dalheimer Wiese 5  
D-55120 Mainz, Deutschland  
Tel.: +49 6131 96239-0  
Fax: +49 6131 96239-11  
Email: info@polymer.de

Polymer Standards Service-USA  
43 Jefferson Blvd Suite 3  
Warwick, RI 02888  
Tel.: +1 401 780 8884  
Fax: +1 401 780 8824  
Email: info@pssgpcshop.com

[www.polymer.de](http://www.polymer.de)

PSS hat Repräsentanten in den folgenden Ländern:

Belgien, China, Dänemark, England, Finnland, Griechenland, Indien, Irland, Israel, Italien, Japan, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Slowakische Republik, Slowenien, Spanien, Südafrika, Südkorea, Tschechische Republik, Türkei.