

# Validierung von GPC-Anlagen

DR. DANIELA HELD, PSS

**Problemstellung**

Ein für GPC-Prüfungen verwendetes HPLC-System wird häufig als HPLC-Gerät validiert. Nicht relevante Parameter wie die Wellenlängenpräzision werden überprüft, GPC/SEC-typische Detektoren und Größen aber nicht.

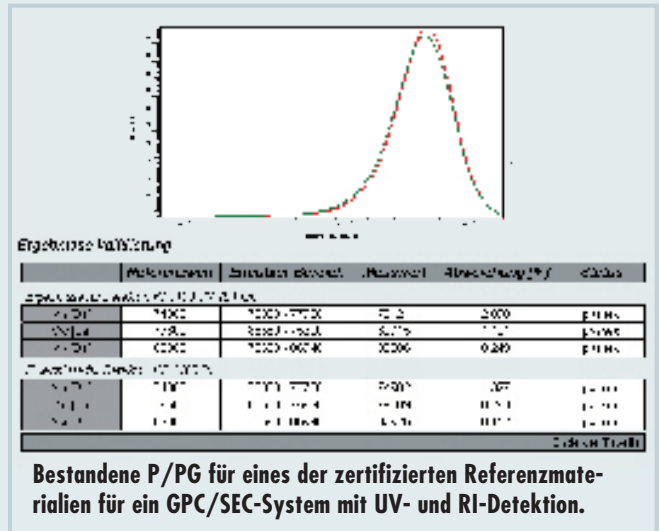
**Frage**

Wie können GPC/SEC-Anlagen mit typischen Detektoren wie RI, Lichtstreuener und Viskosimeter sinnvoll auf korrekte Funktionsweise überprüft werden?

**Antwort**

Die GPC/SEC misst Molmassenmittelwerte und -verteilungen und liefert damit völlig andere Ergebnisse als die HPLC, die zur Konzentrationsbestimmung und Substanzidentifizierung verwendet wird. Für die Auswertung in der GPC/SEC spielt die Peakform und die absolute Peaklage eine Rolle, in der HPLC ist die Fläche unter dem Detektorsignal sowie die relative Peakfolge wichtig. In der GPC/SEC werden Brechungsindex (RI)-, UV-, Lichtstreuendetektoren und Viskosimeter in Kombination eingesetzt. In der HPLC werden hauptsächlich Diodenarraydetektoren, Verdampfungslichtstreuendetektoren (ELSD) oder UV-Detektoren verwendet. Aus diesen Unterschieden folgt, dass Programme und Strategien zur Validierung von HPLC-Systemen nicht einfach auf GPC/SEC-Systeme übertragen werden können. Der einzige Validierungsschritt, der sich direkt übertragen lässt, ist die Installation Qualifikation (IQ). Bei diesem Schritt kommt es nicht darauf an, wofür die Komponenten und das System verwendet werden. Anders sieht es schon bei der Design Qualifikation (DQ) aus, bei der ja gezielt die Frage beantwortet werden soll, ob das System für diese Art der Analytik geeignet ist. Ebenfalls nicht übertragbar sind die Operational Qualifikation (OQ, auch Performance Verification, PV) sowie die Performance Qualifikation (PQ). Für die OQ/PV ist in der GPC/SEC, wie auch in der HPLC, der holistische Validierungsansatz dem modularen Ansatz vorzuziehen. Beim holistischen Ansatz werden alle Systemkomponenten gleichzeitig überprüft. Dies hat den Vorteil, dass auch das Zusammenspiel der einzelnen Module (inklusive Datenerfassung und Auswertung) überprüft wird und der Validierungsaufwand deutlich geringer ist. GPC/SEC-Anlagen aller Hersteller (auch gemischte Konfigurationen) lassen sich z.B. mit PSS EasyValid validieren. Hier werden mithilfe zertifizierter polymerer Referenzmaterialien (CRM) Molmassenmittelwerte mit UV-, RI- und/oder ELS-Detektoren bestimmt. Der Vergleich mit den in aufwändigen Rundversuchen erhaltenen Ergebnissen kann dann belegen, dass mit dem eigenen System korrekte Werte erhalten werden. Diese Vorgehensweise kann auch nach einer System-

wartung oder nach Austausch einzelner Module angewendet werden, um zu zeigen, dass das System die Molmassenbestimmung wieder korrekt erledigt. Für GPC/SEC-Detektoren wie Lichtstreuendetektoren (LALLS, RALLS, MALLS) oder Viskosimeter existieren zusätzlich spezielle Validierkits, die gezielt die Primärinformationen dieser Detektoren überprüfen. Damit kann mit wenigen Messungen die P/PQ für ein komplettes Multidetektions-GPC/SEC-System durchgeführt werden.



Bestandene P/PQ für eines der zertifizierten Referenzmaterialien für ein GPC/SEC-System mit UV- und RI-Detektion.

wartung oder nach Austausch einzelner Module angewendet werden, um zu zeigen, dass das System die Molmassenbestimmung wieder korrekt erledigt. Für GPC/SEC-Detektoren wie Lichtstreuendetektoren (LALLS, RALLS, MALLS) oder Viskosimeter existieren zusätzlich spezielle Validierkits, die gezielt die Primärinformationen dieser Detektoren überprüfen. Damit kann mit wenigen Messungen die P/PQ für ein komplettes Multidetektions-GPC/SEC-System durchgeführt werden.

**Fazit**

- Nur die IQ ist bei HPLC- und GPC/SEC-Anlagen direkt übertragbar und vergleichbar.
- Bei der OQ/PQ sollten für GPC/SEC auch wirklich Molmassenmittelwerte bestimmt werden, eine Bestimmung des absoluten Detektorausschlags und der Linearität ist nicht ausreichend.
- Konventionelle GPC/SEC-Anlagen können mit einem holistischen Ansatz, wie z.B. bei PSS EasyValid, überprüft werden.
- Primärinformationen von Viskosimetern und Lichtstreuendetektoren (auch in Triplesystemen) können mit dezidierten (Referenz-)Standards überprüft werden.

+49 (0) 61 31 / 962 39-41

In der nächsten Ausgabe geht es um die Detektorreihenfolge und den Versatz.

laborpraxis.de

InfoClick  
261878