

Negative Peaks – muss das sein?

DR. DANIELA HELD, PSS

Problemstellung

Detektorsignale können nicht nur positiv sondern auch negativ sein. Je nach Detektortyp hat das Auswirkungen auf die Planung der Messungen. Manche negativen Signale sind hilfreich, andere erschweren die Analyse.

Frage

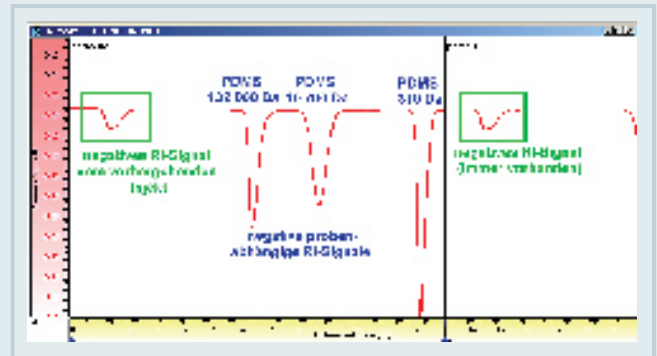
Welche Auswirkungen haben negative Signale auf die durchzuführenden Analysen und Auswertungen und müssen diese akzeptiert werden?

Antwort

Negative Signale können bei einer Anzahl Detektoren auftreten: Brechungsindex/RI-Detektoren (immer: negatives Signal am Ende der Analyse; probenabhängig: negatives Probensignal bei negativem Brechungsindexinkrement dn/dc); UV-Detektoren (probenabhängig: negatives Probensignal bei Detektion auf Lücke); Viskositätsdetektoren (immer: bei Detektoren mit Rückhaltesäulen anstelle von Rückhaltereservoirs).

Treten probenabhängige negative Signale auf, ist das für die Auswertung und Analyse kein Problem: Moderne Softwareprogramme haben immer die Option auch negative Peaks korrekt auszuwerten. Bei Bedarf könnte auch die Detektor-Polarität geändert werden. Das hat allerdings zur Folge, dass ursprünglich positive Peaks negativ erscheinen. Abhilfe würde auch die Arbeit in einem anderen Lösungsmittel schaffen. Interessant wird es dann, wenn sich dn/dc im selben Lösungsmittel vom Positiven ins Negative umkehrt. Hier hilft nur der Wechsel vom RI-Detektor zum Verdampfungslichtstreuendetektor (ELSD). Negative Signale, die aufgrund des Detektorprinzips immer auftreten stören die Auswertung in der Regel nicht. Sie verlängern allerdings die Analysenzeit und den Lösungsmittelverbrauch.

Beim RI-Detektor treten negative Signale dann auf, wenn die Trennung nach Molekül-Größe zu Ende ist. Bei allen Peaks, die nach dem negativen RI-Systempeak erscheinen, ist sicher, dass diese nicht im GPC/SEC-Modus eluieren. Verhindern lassen sich detektorbedingte negative Viskosimetersignale durch die Verwendung eines Viskosimeters mit Rückhaltereservoir. Hier können diese Peaks aufgrund der anderen Detektorstruktur



Polydimethylsiloxane in Toluol: Die negativen Signale (grün umrandet) sind abhängig von der Detektorstruktur und können bei RI-Detektoren nicht vermieden werden. Bei Viskosimetern treten negative Signale nur auf, wenn Rückhaltesäulen anstelle von Reservoirs verwendet werden (beim doppelten Elutionsvolumen).

tion nicht auftreten. Die negativen RI-Signale lassen sich nicht generell verhindern, allerdings kann die Intensität der Signale beeinflusst werden durch: hochwertiges und frisches Laufmittel; Spülen der Injektionsnadel mit dem Laufmittel; Anpassung der Ansauggeschwindigkeit an die Viskosität der Lösung oder Wahl eines besonders kleinen Injektvolumens.

Fazit

- Negative Detektorsignale können probenspezifisch oder abhängig vom Detektorprinzip sein.
- Negative probenspezifische RI-Signale können durch Signalumkehrung ausgewertet werden.
- Negative RI-Signale am Ende lassen sich nicht vermeiden; nur die Intensität kann beeinflusst werden.
- Negative Viskosimetersignale lassen sich durch Verwendung eines Viskosimeters mit Rückhaltereservoir verhindern.

+49 (0) 61 31 / 9 62 39 - 41

In der nächsten Ausgabe geht es um semi-präparative GPC.

laborpraxis.de

InfoClick
269165