

U-GPC – GPC in neuen Dimensionen?

DR. DANIELA HELD, PSS

Problemstellung

In der HPLC herrscht zur Zeit der Trend, einen immer höheren Probendurchsatz zu erreichen. Als neutrale Bezeichnung ist die Abkürzung UHPLC geläufig. Hierbei werden Partikel mit einem Durchmesser von weniger als 2 µm als Säulenmaterial genutzt. Dadurch können Geschwindigkeit und Effizienz der chromatographischen Trennung deutlich verbessert werden. Allerdings benötigt man für diese Methode oft optimierte Systemkomponenten.

Frage

Gibt es auch U-GPC? Wie kann der Anwender GPC/SEC-Messungen schneller und effizienter zu machen?

Antwort

Da GPC/SEC und HPLC völlig unterschiedliche Trennmechanismen zugrunde liegen, ist es nicht verwunderlich, dass für GPC/SEC komplett andere Wege beschritten werden müssen, um Zeit und/oder Lösungsmittel zu sparen. Während man in der HPLC durch Wahl der stationären Phase, des Gradienten und der Temperatur einen relativ großen Optimierungs-Bereich hat, ist man bei GPC/SEC-Trennungen hauptsächlich auf eine Größe beschränkt: das zugängliche Porenvolumen. Je mehr Poren zur Verfügung stehen, desto besser ist die Trennung. Mehr Poren kann man natürlich am einfachsten dadurch erreichen, dass man weitere Säulen hinzufügt. Das wirkt sich allerdings sofort negativ auf Lösungsmittelverbrauch und Analysendauer aus. Durch Optimierung des Säulenmaterials kann man natürlich einige Verbesserungen erzielen. Allerdings sind hier Grenzen gesetzt: Einfach die Partikel kleiner machen (wie in der UHPLC) funktioniert in der GPC/SEC nicht, da zu kleine Partikel mit zu großen Poren instabil sind und hochmolekulare Makromoleküle bei zu kleinen Partikeln geschert (und dadurch verändert) werden können. Man muss hier demnach auf andere innovative Lösungen zurückgreifen:

Zeit- und Lösungsmittel sparen: Eine Möglichkeit ohne Auflösungsverlust 30 bis 45% Lösungsmittel und Zeit pro Injekt zu sparen ist die „Versetzte Injektion“. Dieses Verfahren kann ohne Hardwaremodifikation mit allen Geräten, Säulendimensionen und Methoden durchgeführt werden, wenn die Analysensoftware dies unterstützt.

Zeit sparen: Hier helfen Highspeed-Säulen. Im Gegensatz zu analytischen Säulen (z.B. 8 x 300 mm ID/Länge) haben Highspeed-Säulen einen Innendurchmesser (ID) von 20 mm und eine Länge von 50 mm. Die optimale Flussrate für diese Säulen ist 6,25 mL/min. Diese Säulen brauchen die gleiche Menge



GPC/SEC in verschiedenen Dimensionen hilft Zeit oder Lösungsmittel zu sparen.

Lösungsmittel wie analytische Säulen, sind allerdings 6-mal schneller. Die Analysenzeit pro Säule beträgt also etwa 2,5 Minuten. Highspeed-Säulen können mit allen konventionellen GPC/SEC/HPLC-Geräten ohne Modifikation eingesetzt werden.

Lösungsmittel sparen: Hier helfen Mikro-Säulen mit einem ID von 4,6 mm und einer Länge von 250 mm. Die optimale Flussrate für diese Säulen ist 0,33 mL/min. Mit Mikro-Säulen lassen sich bis zu 65% Lösungsmittel einsparen, die Analysendauer pro Säule ist allerdings gegenüber der von analytischen Säulen nur geringfügig kürzer. Im Gegensatz zu Highspeed-Säulen benötigt man hier spezielle Geräte, die für den Betrieb dieser Säulen ausgelegt sind und z.B. geringe Bandenverbreiterung aufweisen.

Fazit

- U-GPC durch Verwendung kleinerer Partikel ist in der GPC/SEC nicht möglich.
- Versetzte Injektion erlaubt es 30 bis 45% Zeit und Lösungsmittel einzusparen. Notwendig ist nur eine Software, die diese Option unterstützt.
- Highspeed-Säulen erlauben Analysenzeiten von 2,5 Minuten/Säule, benötigen allerdings die gleiche Lösungsmittelmenge wie analytische Säulen.
- Mikro-Säulen sparen bis zu 65% Lösungsmittel. Die Zeiterparnis ist allerdings nur gering; diese Säulen benötigen optimierte Gerätehardware.

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

Die nächste Ausgabe beschäftigt sich mit dem Thema „Wahre Molmassen mit breiter Kalibration“.

laborpraxis.de

InfoClick
334473