

Einfaches Glassäulen-Packen mit Softgelen



Vorbereitung

- Material abmessen: $V_{\text{Bett}} = \frac{\pi d^2}{4} * l$ $V_{\text{Material}} = V_{\text{Bett}} * f_{\text{Kompression}}$
- Verhältnis von sedimentierter stationärer Phase zu Lösungsmittelüberstand im Vorratsgefäß notieren.
- Gel und Lösungsmittel homogenisieren.
- Benötigte Menge stationäre Phase in einen Messzylinder füllen. Verhältnis aus b einhalten.

$$\text{Menge}_{\text{Material}} = V_{\text{Material}} + \text{Lösungsmittel}$$

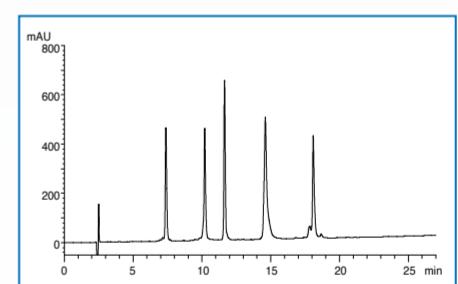
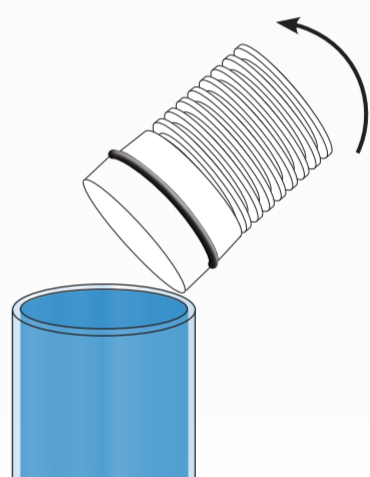
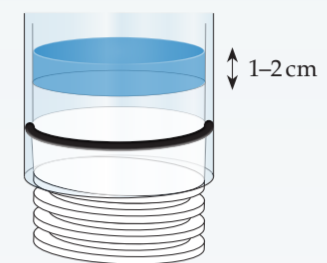
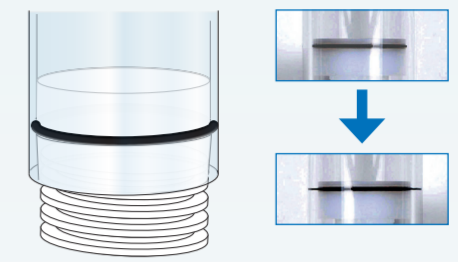
- Fines entfernen.
- Gel mit Packlösungsmittel waschen.
- Benötigte Slurrykonzentration einstellen.
- System und Säule durch Spülen mit Packlösungsmittel vorbereiten.
- Unteren Stempel einsetzen und O-Ring anziehen (falls notwendig).
- Packadapter montieren (falls notwendig).
- Stempel durchspülen, um Luft aus den Fritten zu entfernen.

Packen

- Slurry homogenisieren.
- Slurry an der gegenüberliegenden Glaswand herunterlaufen lassen, um den Eintrag von Luft zu vermeiden.
- Säule bis zum oberen Rand mit Packlösungsmittel auffüllen.
- Stempel einsetzen, indem er in einem Winkel am oberen Glasrand angesetzt wird.
- Säule verschließen.
- Flussrate schrittweise steigern, bis der erforderliche Fluss und Packdruck erreicht ist.
- Warten, bis sich das Säulenbett ausgebildet hat und sich die Bettlänge nicht mehr verändert. Bettlänge unter Fluss markieren. Das Säulenbett ist nun konsolidiert.
- Packadapter entfernen (falls notwendig).
- Oberen Stempel auf das Säulenbett herunter drehen.
- Flussrate wieder schrittweise erhöhen, bis der erforderliche Fluss und Packdruck erreicht ist.
- Warten, bis sich die Bettlänge nicht mehr verändert. Bettlänge unter Fluss markieren.
- Oberen Stempel bis auf das Säulenbett herunterdrehen und Fluss wieder starten. Dies wiederholen, bis die Bettlänge konstant ist.
- Oberen Stempel bis zur letzten Markierung (Markierung unter Fluss) herunter drehen. Das Bett ist nun komprimiert.
- Die Säule ist nun fertig gepackt.

Qualifizierung

- Säule mit 5 Säulenvolumina äquilibrieren.
- Qualifizierung entsprechend den Herstellerangaben oder eigenen Vorgaben durchführen.
- Qualitätskontrolle 3x durchführen.
- Qualifizierung auswerten. Falls notwendig, Säule entpacken und den Packprozess wiederholen.



Welchen Einfluss hat die Säulenpackung auf die chromatographischen Ergebnisse?

Die Basis einer jeden chromatographischen Trennung ist eine geeignete stationäre Phase, da nur so eine optimale Auflösung erzielt werden kann. Um robuste und reproduzierbare Ergebnisse zu erreichen, muss die Stationärphase selbstverständlich sehr gut in die Säule gepackt werden.

Die Wichtigkeit einer optimalen Säulenpackung ergibt sich aus der van Deemter-Gleichung. Durch eine sehr homogene Säulenpackung verringert sich die Peakverbreiterung. Die Eddy-Diffusion ist damit ein direktes Maß für die Packqualität einer Säule.

