

Packen einer 10 mm ID-Säule mit BioPro IEX SmartSep S30

Für das Packen von BioPro IEX SmartSep S30 in eine 10 mm ID-Säule wurde eine Packvorschrift im Flussverfahren entwickelt. Hierzu wurden die Einflüsse verschiedener Parameter wie Flussrate, Packfaktor und Packmedium untersucht.

Als Resultat ergibt sich eine zweistufige Methode mit Wasser als Packeluent. Die Methode wurde mit unterschiedlichen Bettlängen erfolgreich getestet. Die Methodenparameter sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1: Parameter der Packmethode

Bettlänge	10 cm ± 20%	20 cm ± 10%
Slurry- / Packeluent	Wasser	
Slurrykonzentration	30 %	
Verfahrensstufen	2	
Stufe 1	Konsolidierung mit 76 cm/h (1 mL/min) für 25 Minuten	Konsolidierung mit 76 cm/h (1 mL/min) für 45 Minuten
Stufe 2	Mechanische Komprimierung des Säulenbetts um den Packfaktor 1,05	Mechanische Komprimierung des Säulenbetts um den Packfaktor 1,05

Typische Ergebnisse für diese Packmethode mit Wasser als Packmedium sind:

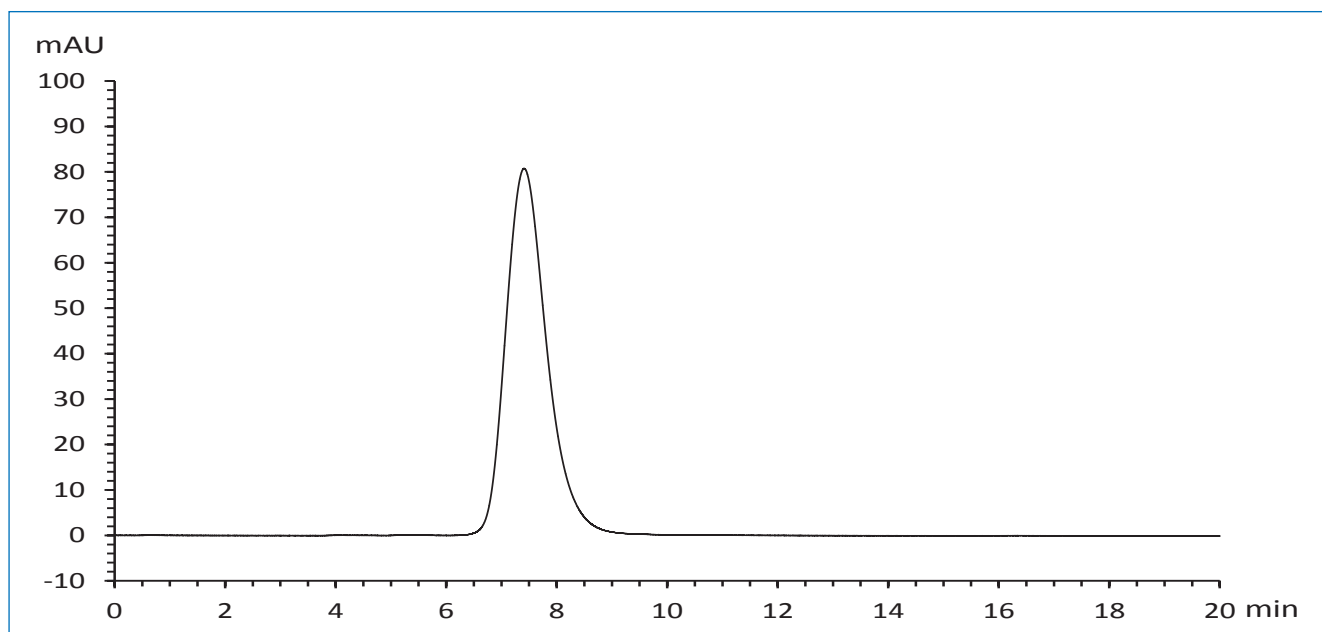
Asymmetrie = 1,1–1,4

Bodenzahl pro Meter = 9.000–15.000

Diese bestätigen die allgemeinen Zielspezifikationen für BioPro IEX SmartSep S30:

Asymmetrie = 0,7–1,4

Theoretische Bodenzahl pro Meter ≥ 7.000



Druck-Fluss-Beziehung:

Zur Evaluierung von Packbedingungen wurde der Druckabfall einer Säule mit 10,5 cm konsolidierter Bettlänge über einen Flussratenbereich von 0 cm/h bis 3.300 cm/h aufgezeichnet.

Durch Messung der Bettlänge unter Fluss wurde zudem die erreichte Komprimierung in Form der Packfaktoren bestimmt.

Die Ergebnisse zeigt Abbildung 1.

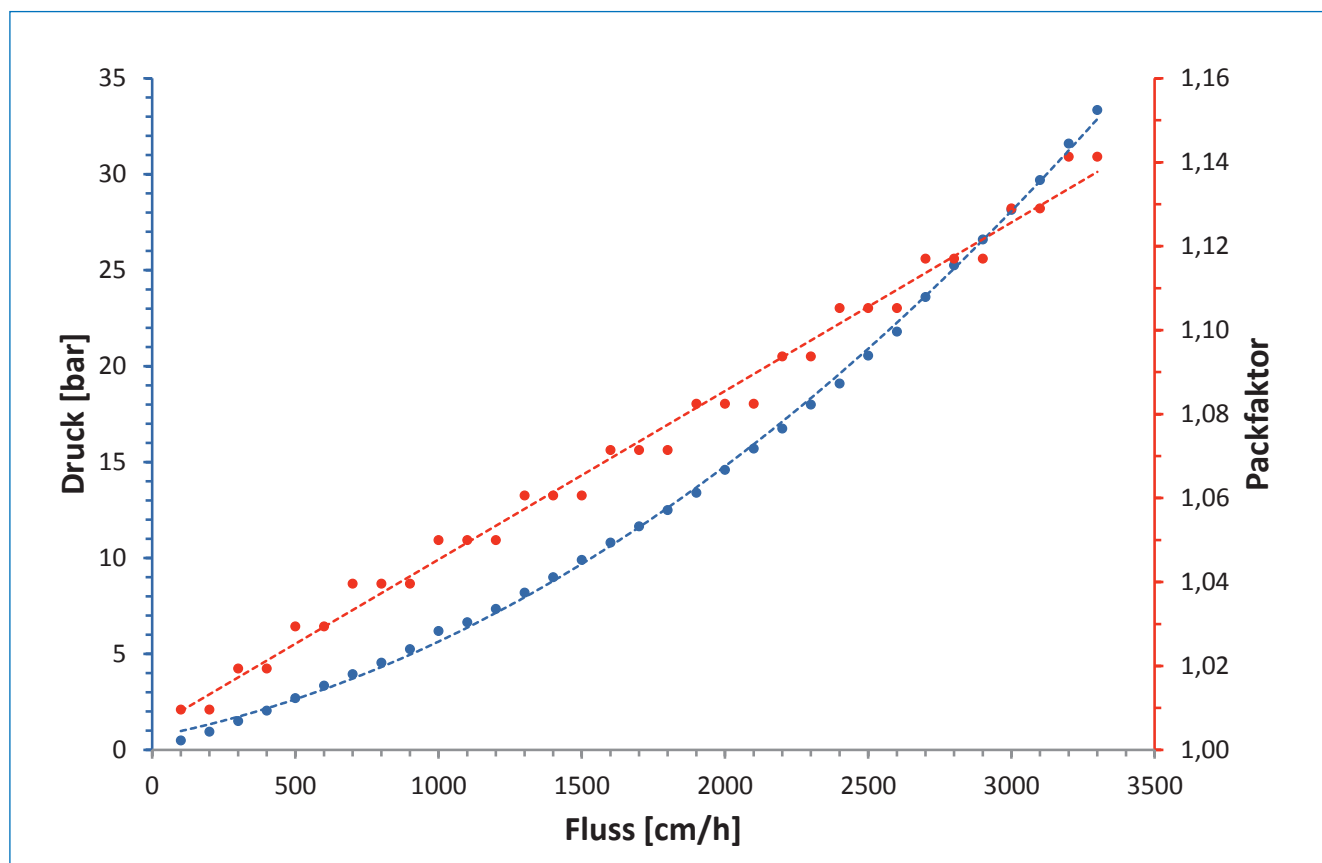
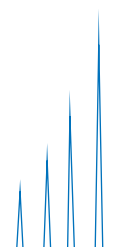


Abbildung 1: Druck-Fluss-Beziehung für BioPro IEX SmartSep S30 in einer 10mm ID-Säule.



Allgemeine Beschreibung der verwendeten Packmethoden

Der vorbereitete Slurry einer bestimmten Konzentration wurde in die Säule gegeben. Um auch geringe Slurrykonzentrationen einsetzen zu können, wurde ein Packadapter zur Erhöhung des Füllvolumens eingesetzt. Anschließend wurde das Säulenbett im Flussverfahren mit verschiedenen Packmedien gepackt (Ziel: 10 cm \pm 20%), wobei sowohl ein- als auch zweistufige Verfahren eingesetzt wurden:







- Beim einstufigen Verfahren wurde mittels nur einer Flussrate komprimiert. Die Flussrate wurde für verschiedene Versuche variiert.
- Beim zweistufigen Verfahren wurde zunächst eine Konsolidierung des Säulenbetts mit einer geringen Flussrate durchgeführt. Anschließend wurde mechanisch mit einem variierenden Packfaktor komprimiert.

Die gepackten Säulen wurden anschließend qualifiziert (siehe Methodendetails in Tabelle 7). Als Maß für die Qualität gelten dabei die Asymmetrie und die Bodenzahl pro Meter (N/m). Ausgewählte Trends der durchgeführten Studie werden im Folgenden dargestellt.

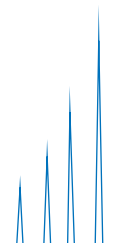
A) Variation der Flussrate im einstufigen Verfahren

Konstante Bedingungen: Slurrykonzentration = 30 %
Slurry- und Packmedium = 1 M NaCl

Tabelle 2: Variation der Flussrate.

Flussrate [cm/h]	N/m	Asymmetrie
153		
688		
1.528		

Fazit: Durch Verwenden einer höheren Flussrate konnte eine stärkere Komprimierung erreicht werden. Daraus resultieren sowohl eine höhere Bodenzahl als auch eine geringere Asymmetrie.



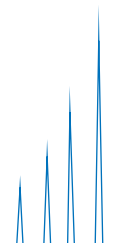
B) Variation des Packfaktors im zweistufigen Verfahren, Packmedium 1 M NaCl

Konstante Bedingungen: Slurrykonzentration = 30 %
 Slurry- und Packmedium = 1 M NaCl
 Konsolidierungsflussrate = 76 cm/h

Tabelle 3: Variation des Packfaktors, Packmedium 1 M NaCl.

Packfaktor	N/m	Asymmetrie
1,00	± 0 %	± 0 %
1,05	+ 6 %	- 9 %
1,10	- 6 %	± 0 %
1,15	- 15 %	± 0 %
1,20	- 40 %	+ 22 %

Fazit: Zu starke Komprimierung führt zu Inhomogenität des Säulenbetts, die sich nachteilig auf Bodenzahl und Symmetrie auswirkt. Mit einer geringeren Komprimierung von 1,05 werden die besten Ergebnisse erzielt.



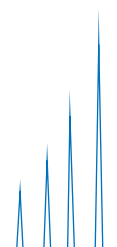
C) Variation der Salzkonzentration im zweistufigen Verfahren

Konstante Bedingungen: Slurrykonzentration = 30 %
 Konsolidierungsflussrate = 76 cm/h
 Packfaktor = 1,05

Tabelle 4: Variation der Salzkonzentration.

Packmedium	N/m	Asymmetrie
1 M NaCl	± 0 %	± 0 %
2 M NaCl	- 53 %	+ 55 %
Wasser	- 10 %	- 35 %

Fazit: Die Erhöhung der Salzkonzentration wirkt sich negativ auf die Symmetrie aus. Bei deutlich erhöhter Salzkonzentration sinkt zudem die Bodenzahl. Eine hohe Symmetrie konnte dagegen durch Verwendung von reinem Wasser erzielt werden.



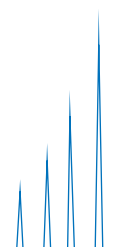
D) Variation des Packfaktors im zweistufigen Verfahren (Packmedium Wasser)

Konstante Bedingungen: Slurrykonzentration = 30 %
Slurry- und Packmedium = Wasser
Konsolidierungsflussrate = 76 cm/h

Tabelle 5: Variation des Packfaktors, Packmedium Wasser.

Packfaktor	N/m	Asymmetrie
1 M NaCl	± 0 %	± 0 %
2 M NaCl	± 10 %	+ 13 %
Wasser	-11 %	- 19 %

Fazit: Wie auch unter B) führt zu starke Komprimierung zu verringerter Bodenzahl und erhöhter Asymmetrie. Mit einer geringeren Komprimierung von 1,05 werden die besten Ergebnisse erzielt.



E) Variation der Slurrykonzentration im zweistufigen Verfahren

Konstante Bedingungen: Slurry- und Packmedium = Wasser
Konsolidierungsflussrate = 76 cm/h
Packfaktor = 1,075

Tabelle 6: Variation der Slurrykonzentration.

Slurrykonzentration	N/m	Asymmetrie
50 %	± 0 %	± 0 %
30 %	+12 %	- 5 %

Fazit: Mit einer geringeren Slurrykonzentration wird ein homogeneres Säulenbett erreicht, was sich insbesondere durch eine höhere Bodenzahl bemerkbar macht.

Tabelle 7: Chromatographische Bedingungen für die Säulen-Qualifizierung.

Mobile Phase	Natriumphosphatpuffer, 20 mM, pH 7
Flussrate	1 mL/min
Detektion	UV, 220 nm
Probe	Formamid, 2µL/mL, gelöst in mobiler Phase
Injektion	80 µL

