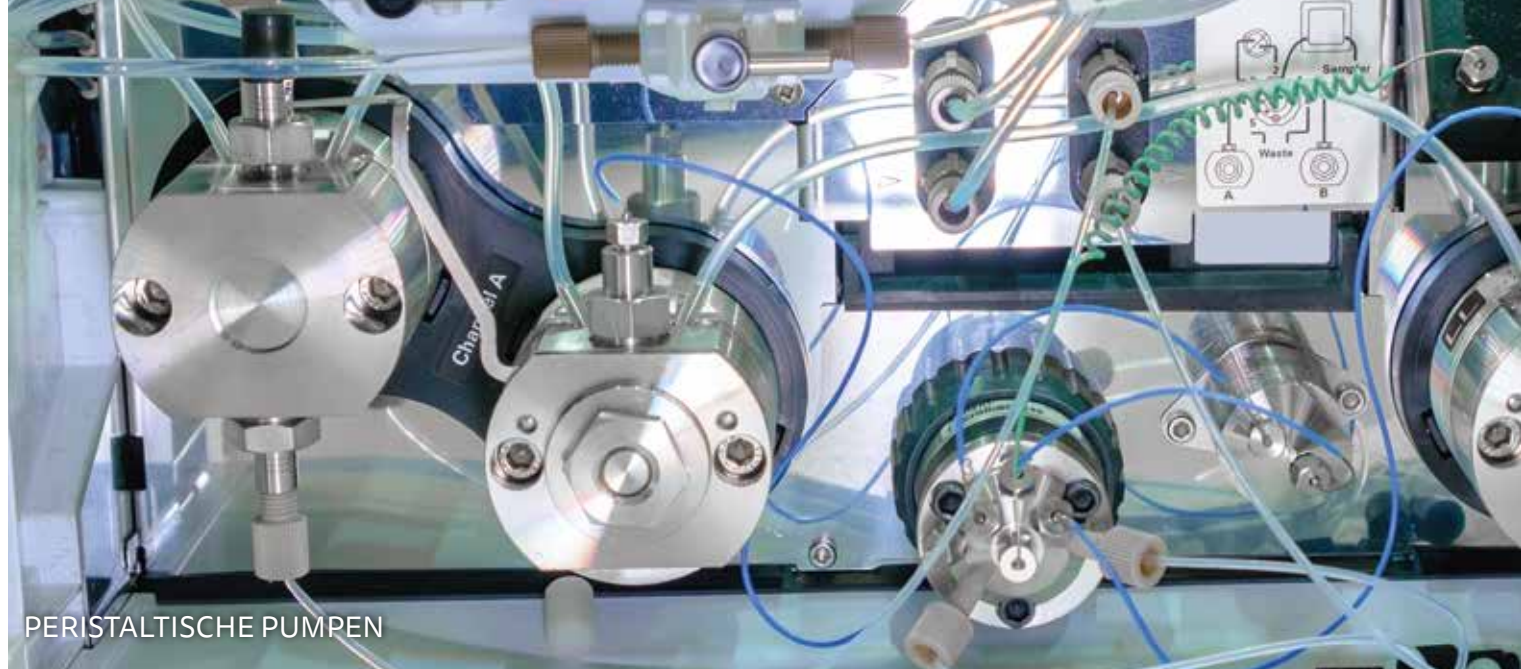


1 Die HPLC ist ohne den Einsatz von Pumpen nicht denkbar. Gase in den Lösemitteln können die Ergebnisse allerdings verfälschen.



PERISTALTISCHE PUMPEN

Gefahr erkannt, Gefahr gebannt

Der Feind peristaltischer Pumpen sind Gasblasen. Welchen Einfluss gelöstes und ungelöstes Gas auf die Leistung dieser Pumpen hat und damit auf HPLC, GPC & Co. und was sich dagegen unternehmen lässt, erfahren Sie in diesem Beitrag

Ob HPLC, GPC/SEC, Strömungschemie oder Flüssigkeitsdosierung – peristaltische Pumpen sind aus dem Labor nicht wegzudenken. Allgemein bekannt ist, dass gelöste Gase die Leistung von Peristaltikpumpen beeinträchtigen können. Eine gängige Lösung für dieses Problem bei HPLC-Systemen ist der Einsatz eines Vakuumentgasers an der Einlassseite der Pumpe. Ein Vakuumentgaser ist im Grunde eine Kammer, die unter Vakuumdruck gehalten wird und einen gasdurchlässigen Schlauch enthält, der das Lösungsmittel zur Pumpe führt. Mit dieser Technologie wird jedes im Lösungsmittel gelöste Gas in der Vakuumkammer abgesaugt, bevor es die Pumpe erreichen kann. Vakuumentgaser haben sich bei der Entfernung von gelöstem Gas als sehr effizient erwiesen, jedoch nicht, wenn ungelöste Gasblasen durch die Schläuche transportiert werden.

In diesem Szenario passieren ungelöste Gasblasen die Entgasungsvorrichtung weitgehend unbeeinflusst vom Vakuum und gelangen unglücklicherweise in die HPLC-

Pumpe, was zu Unzuverlässigkeit und den daraus resultierenden Fehlern in den Analyseergebnissen führt. Dies führte zu der Frage, wie sich gelöstes Gas auf die Leistung von peristaltischen Pumpen auswirken kann.

In dieser Studie wurde zunächst untersucht, ob sich gelöstes Gas auch auf peristaltische Pumpen auswirkt und die Ursache für Ungleichheiten in der Leistung von Doppelkartuschensystemen [1] sein könnte. In weiteren Untersuchungen wurde die Auswirkung von ungelösten Gasblasen auf die Pumpenleistung gezeigt und ein neuartiges Gerät zur Überwachung der Lösemittelleitung vorgestellt, das eine einfache Möglichkeit zur Beseitigung der aus diesem Effekt resultierenden Probleme bietet.

■ Pumpenkanäle vergleichen

In dieser Studie zum Einsatz kam eine Doppelkartuschen-Peristaltikpumpe (ISMATEC, Deutschland), die mit zwei neuen Tygon-Schläuchen mit einem nomina-

VERFASST VON
Carlo Dessy
Funktion
Testa Analytical
Solutions e.K.

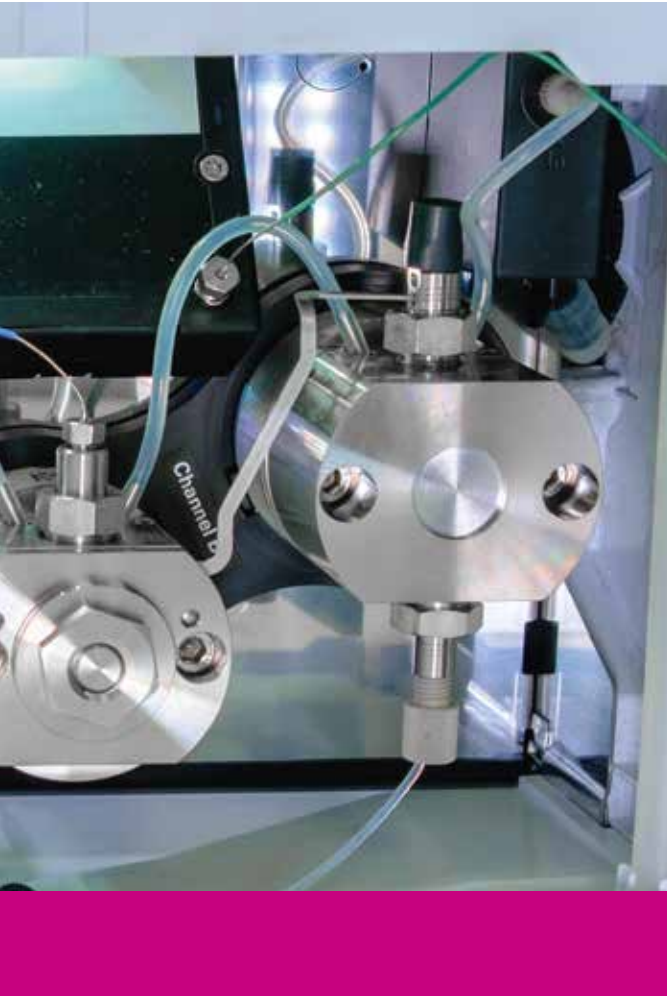


Bild: © vladim_ka - stock.adobe.com

len Innendurchmesser von 0,76 mm ausgestattet war, um Durchflussraten zwischen 0,1 und 5 mL/min zu erzielen. Die Durchflussrate wurde mit zwei Flüssigchromatographie-Durchflussmessern (Testa Analytical, Deutschland) gemessen, um Echtzeit-Durchflussraten von 0,01 bis 5 mL/min präzise zu messen. Für die Experi-

mente wurde deionisiertes Wasser als Testflüssigkeit verwendet.

Nach der Konditionierung der Peristaltikpumpe bei einer nominalen Flussrate von 1 ml/min für einige Minuten wurde ein Rampenexperiment gestartet mit inkrementellen Erhöhungen in Schritten von 0,5 ml/min von 0,5 ml/min bis 5,0 ml/min nominaler Flussrate. Bei jedem Schritt wurden Daten für etwa 120 Sekunden erfasst. Zwischen den einzelnen Schritten wurde die Durchflussrate auf Null gesetzt, um für das gesamte Rampenexperiment die gleichen Bedingungen zu gewährleisten.

Mit diesem Experimenten sollten die unterschiedlichen Auswirkungen von gelösten Gasen und ungelösten Gasblasen im Zusammenhang mit der peristaltischen Zweikanal-Förderung einer Flüssigkeit in ein Durchfluss-Chemiesystem oder ähnliche Anwendungen untersucht werden.

Das erste Experiment untersuchte den vergleichenden Durchfluss aus den beiden Kanälen der Schlauchpumpe bei verschiedenen Durchflussraten (s. Abb. 2).

Die Ergebnisse zeigen, dass die beiden peristaltischen Pumpenkanäle, von denen man annahm, sie seien identisch, da sie von einer gemeinsamen Welle angetrieben werden und mit genau der gleichen Schlauchlänge ausgestattet sind, recht unterschiedlich arbeiteten. Wobei der Unterschied im tatsächlichen Durchfluss zwischen den beiden Kanälen deutlich zunahm.

Problem: Gelöste Gase

Im zweiten Experiment wurden die Auswirkungen des Anschlusses eines Zweikanal-Vakuumentgasers von Degasi (Biotech AB, Schweden) an die Einlassleitungen zwischen dem Lösungsmittelreservoir und der Pumpe untersucht. Diese Anordnung wird in der Flüssigkeitschromatographie häufig verwendet, um gelöste Gase zu entfernen.

Wie in Abbildung 3 deutlich zu sehen ist, sind die gemessenen Durchflussergebnisse jetzt für beide Kanäle sehr ähnlich, ein völlig anderes Ergebnis als bei Versuch 1.

Dies zeigt, wie wertvoll der Einsatz eines Entgasers in Verbindung mit einer Peristaltikpumpe ist, die einem

LP TIPP

Mehr Informationen rund um das Thema finden Sie auch auf www.laborpraxis.de, Stichwort **Flüssigkeitsdosierung**

LP INFO

Wenn Überwachung schützt

Es ist allgemein anerkannt, dass **Schlauchpumpen mit mehreren Kanälen** für viele Anwendungen von großem Wert sind. Der Betrieb von Schlauchpumpen in der Flüssigkeitschromatographie, Strömungschemie und Dosierung kann leicht durch gelöste Gase beeinträchtigt werden. Die Verwendung eines **Vakuumentgasers** hat sich als äußerst wirksam erwiesen, um dieses Problem zu beheben. In der vorliegenden Arbeit wurde gezeigt, dass das **Erkennen von ungelösten Gasblasen**, die von Vakuumentgasern nicht entfernt werden, für den sicheren und störungsfreien Betrieb eines Flüssigkeitspumpensystems entscheidend ist. Der Solvent Line Monitor ist ein wertvolles **neues Überwachungsgerät**, das ein HPLC-, Durchflusschemie- oder Flüssigkeitsdosiersystem vor den vielen Problemen schützt, die durch ungelöste Gasblasen verursacht werden. Um zuverlässige und optimierte Ergebnisse zu erhalten, wird die Verwendung eines **nicht-invasiven Durchflussmessers** empfohlen, um die effektive Durchflussrate jedes Kanals von Zweikanalpumpen in Echtzeit genau zu messen und den Durchfluss von Einzelpumpenkanälen kontinuierlich zu überwachen

2 Vergleich der Durchflussrate einer Schlauchpumpe mit zwei Kartuschen.

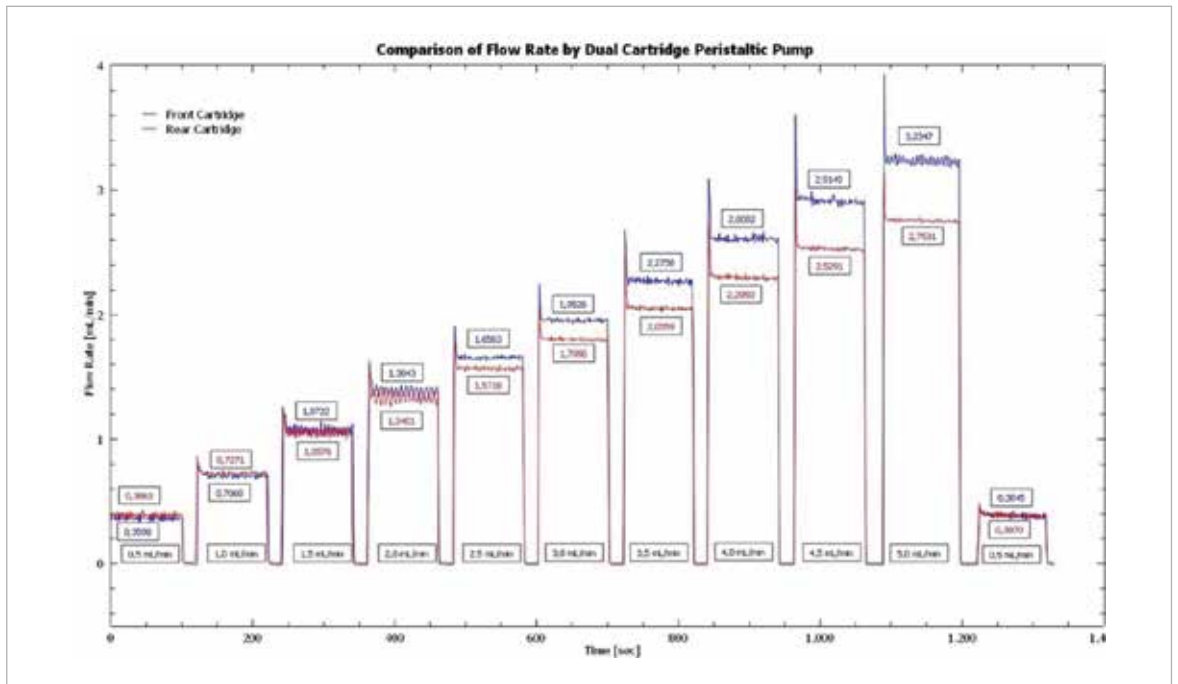


Bild: Testa Analytical Solutions

3 Vergleich der Durchflussrate einer Doppelkartuschen-Schlauchpumpe mit Vakuum-Entgaser.

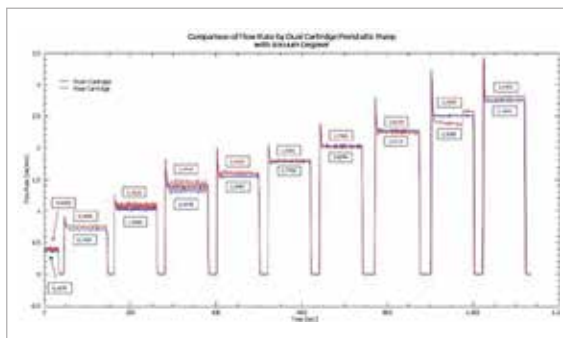


Bild: Testa Analytical Solutions

Flüssigkeitschromatographen oder einem Durchflusssystem Lösungsmittel zuführt. Zweifellos hat der Entgaser seine Aufgabe erfüllt, indem er gelöste Gase entfernt und damit die Gesamtleistung der Schlauchpumpe verbessert hat.

Problem: Ungelöste Gasblasen

In einem dritten Experiment wurde die Auswirkung einer ungelösten Gasblase auf die Durchflussrate von Flüssigkeiten untersucht, die von einer peristaltischen Pumpe gefördert werden. Um die Wirkung von ungelöstem Gas zu demonstrieren, wurde eine kleine Gasblase in die Einlassleitung eines der Kanäle der Peristaltikpumpe eingeführt und dabei die Durchflussrate (s. Abb. 4 unten) überwacht.

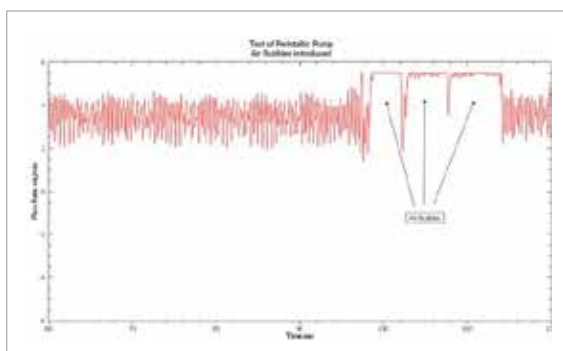
Die Daten zeigen, dass die ungelösten Gasblasen den Vakuumentgaser ungestört passiert. Dies führte zu einer Kavitation der Schlauchpumpe, die auf dem angeschlossenen Durchflussmesser als Perioden mit sehr hoher Durchflussrate angezeigt wird.

Der Grund für diesen Effekt ist, dass eine ungelöste Gasblase in der Pumpe komprimiert wird und sich nach dem Austritt aus dem angetriebenen Teil des Schlauchs ausdehnt, wodurch die Flüssigkeit beschleunigt wird und eine Periode mit hoher Durchflussrate entsteht.

Abbildung 3 zeigt, dass peristaltische Pumpen (selbst bei Verwendung von Entgasern) anfällig für ungelöste Gasblasen sind, die bei jedem angeschlossenen Flüssigkeitssystem zu falschen Ergebnissen führen, ohne dass es einen Hinweis auf ein Problem mit dem Pumpensystem gibt.

Bild: Testa Analytical Solutions

4 Test einer peristaltischen Pumpe mit eingeführten Luftblasen.



5 Untersuchung einer peristaltischen Pumpe mit leerem Reservoir.

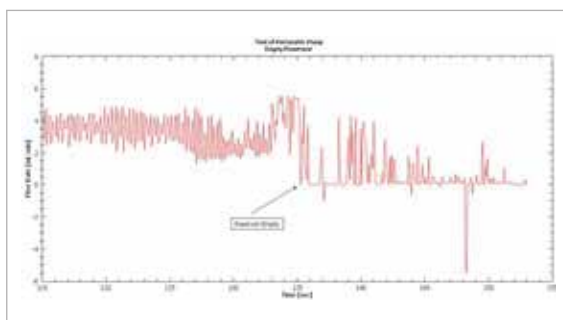


Bild: Testa Analytical Solutions

Problem: Trockenlaufen

Das vierte und letzte Experiment diente dazu, das Verhalten einer Schlauchpumpe zu untersuchen, wenn das Lösungsmittel im Kolben des Zuführungsreservoirs trocken läuft. Dies wurde simuliert, indem der Einlass-

schlauch vorübergehend aus dem Kolben gezogen wurde, während die Schlauchpumpe lief, und der Durchfluss überwacht wurde. Die Ergebnisse dieses Versuchs sind in Abbildung 5 dargestellt.

Wie zu erwarten war, sank die gemessene Durchflussmenge schnell auf Null. Die gezeigten Spitzen des scheinbaren Durchflusses sind auf kleine Tröpfchen von Restlösungsmittel zurückzuführen, die durch das System gepumpt werden.

! Lösung: Solvent Line Monitor

Die Experimente 3 und 4 zeigen, dass selbst ein Vakuumentgaser machtlos ist, wenn sich in den von der Peristaltikpumpe kommenden Lösungsmittelzufuhrleitungen ungelöste Gasblasen befinden. Um das Problem der ungelösten Gasblasen in der Lösungsmittelzufuhr zu Flüssigchromatographie- und Flow-Chemie-Systemen zu lösen, hat Testa Analytical den Solvent Line Monitor entwickelt (s. Abb. 6 unten). Der Solvent Line Monitor ist ein Gerät, mit dem sich ungelöste Gasblasen in einem durchsichtigen Schlauchstück in Echtzeit erkennen lassen. Das kleine, eigenständige System erkennt in Echtzeit ungelöste Gasblasen in Lösungsmittelflussleitungen. Es wurde entwickelt, um Labore vor dem oben beschriebenen Problem der ungelösten Gasblasen in Ihrer gepumpten Flüssigkeitszufuhr oder dem Auslaufen von Lösungsmittel in kritischen Anwendungen zu schützen. Durch die Lösung dieser Probleme verhindert der Solvent Line Monitor fehlerhafte Analyseergebnisse, Systemausfallzeiten oder sogar eine umfangreiche Wartung der Geräte. Der Solvent Line Monitor ist so eingerichtet, dass er automatisch die Abschaltung einer Pumpe oder eines Schaltventils auslöst, wenn eine Lösungsmittelleitung leer wird oder zu viele Mikroblasen enthält. Damit stellt er eine wertvolle neue Sicherheitseinrichtung dar, die für jede Art von Pumpe (Peristaltik-, Spritzen- oder Membranpumpe) eingesetzt werden kann, die der HPLC, der Durchflusschemie oder dem Flüssigkeitsdosiersystem dient. (ott)

Literatur

- [1] The importance of understanding pump flow, International Labmate, July 2022, C.Dessy et al. (see <https://www.labmate-online.com/article/chromatography/1/testa-analytical-solutions-ek/the-importance-of-understanding-pump-flow/3163>)



Bild: Testa Analytical Solutions

6 Um das Problem der ungelösten Gasblasen in der Lösungsmittelzufuhr zu Flüssigchromatographie- und Flow-Chemie-Systemen zu lösen, hat Testa Analytical den Solvent Line Monitor entwickelt.

LP INFO

Funktionsweise eines Vakuumentgasers

Beim Einschalten eines Vakuumentgasers schaltet eine eingebaute Steuerung die Vakuumpumpe ein. Diese erzeugt ein **Vakuum im Vakuumbehälter**. Der Druck wird über einen **Drucksensor** gemessen. Der Vakuumentgaser hält das Vakuum durch Ein- und Ausschalten der Pumpe, in Abhängigkeit vom Sensorsignal, aufrecht. Die Pumpe saugt die Lösungsmittel aus den Vorratsflaschen durch spezielle **Kunststoffmembranen** im Vakuumbehälter. Dabei diffundieren die im Lösungsmittel gelösten Gase durch die Membran in den Vakuumbehälter. Die Lösungsmittel werden dabei nahezu vollständig entgast, bis sie den Ausgang des Vakuumentgasers erreichen.