

Alles über Fittings

Jetzt inklusive
Informationen zu
UHPLC-Fittings
& Verbindungen



Ein praktischer Leitfaden zu
Verständnis und Verwendung
von Fittings im Labor

Copyright © 2011 IDEX Health & Science LLC

Alle Rechte vorbehalten.

Der Nachdruck oder die Übersetzung dieses Buches, auch von Auszügen, ist ohne schriftliches Einverständnis des Rechteinhabers nicht gestattet. Für ein entsprechendes Einverständnis kontaktieren Sie IDEX Health & Science unter www.idex-hs.com.

Gedruckt in Deutschland.
Erste Auflage der deutschen Übersetzung, April 2012

Auflagen der Originalausgabe:
Erste Auflage, Juli 2003 (USA)
Zweite Auflage, August 2004 (USA)
Dritte Auflage, März 2011 (USA)

**Die untenstehenden Marken
und eingetragenen Markenzeichen
sind in diesem Buch aufgeführt:**

Upchurch Scientific® ist ein eingetragenes
Markenzeichen von IDEX Health & Science LLC

Delrin® ist ein eingetragenes Markenzeichen
von E.I. du Pont de Nemours and Company

PEEK™ Polymer ist eine Marke
von Victrex, plc.

NanoPort™ ist eine Marke
von IDEX Health & Science LLC

Halar® ist ein eingetragenes Markenzeichen
von Solvay Solexis S.p.A.

Radel® ist ein eingetragenes Markenzeichen
von BP Amoco Polymers

Ultem® ist ein eingetragenes Markenzeichen
von General Electric Corporation

Alles über Fittings

Inhaltsverzeichnis

- 2** **Zum Geleit**
- 3** **Vorwort**
- 4** **Einleitung**
- 6** **Was genau sind Fittings?**
Fittings spielen eine entscheidende Rolle im Labor
- 16** **Wie funktionieren Fittings?**
Grundlagen zu Fittings
- 24** **Welches Fitting habe ich?**
Wie Sie herausfinden, welches Fitting Sie benutzen
- 28** **Kunststoff oder Metall — die Qual der Wahl?**
Welches Fitting für Ihre Anwendung?
- 32** **Was ist HPLC?**
Wenn wir schon soviel darüber sprechen ...
- 40** **Populäre „Apps“ ...**
*Tipps zum Herstellen sicherer Verbindungen
in der mikroskalierten Flüssig-Chromatographie
und UHPLC*
- 49** **Einige zusätzliche Hinweise**
Nützliche Tipps...
- 54** **Anhang**
„Extras“ über die Sie Bescheid wissen sollten

Vorwort

Diese neue Auflage des Handbuchs „All about Fittings - Alles über Fittings“ begeistert mich. Seit meinem ersten Kontakt mit Paul Upchurch in den Achtzigern bis zur Zusammenarbeit mit den heutigen IDEX Health & Science Mitarbeitern war ich immer vom technischen Know-How dieses Unternehmens beeindruckt. Viele Unternehmen haben technisches Fachwissen. Doch nur sehr wenige lassen die Welt so erfolgreich daran teilhaben, wie es mit diesem kleinen Handbuch getan wird. Dabei ist nicht nur der technische Standard hoch, Sie werden auch Spaß haben, es zu lesen – und das ist eine ziemlich seltene Kombination in der heutigen HPLC-Literatur.

HPLC-Fittings, Schläuche und ähnliche Produkte werden in der Diskussion um das HPLC-Zubehör häufig übersehen. Dennoch stellen gerade diese Teile kritische Positionen dar, wenn es um die optimale Leistung Ihres Systems geht. Die Probleme vergrößern sich wenn wir mit Trennsäulen mit kleineren Partikeln arbeiten, was zu schmaleren

Peaks führt. Ein schlecht eingesetztes Fitting kann eine insgesamt exzellente Separation verfälschen. Die in diesem Buch enthaltenen Erklärungen und Anweisungen helfen Ihnen zu verstehen, was wichtig ist, wenn Sie verschiedene Teile Ihres HPLC-Systems miteinander verbinden. Dinge wie Drehmoment und Ferrule-Geometrie mögen etwas abgehoben erscheinen, aber suchen Sie sich besser die richtigen Komponenten aus bevor Sie es später bereuen!

Also nehmen Sie sich jetzt etwas Zeit und machen Sie sich mit dem Inhalt dieses Buches vertraut – zehn Minuten Durchblättern wird Ihnen die wichtigsten Punkte näher bringen. Anschließend werden Sie wissen, an welcher Stelle Sie bei Fragen bezüglich Fittings nachlesen müssen. Selbst wenn Sie ein Profi sind, werden Sie, wenn Sie diese Broschüre von vorne bis hinten lesen, etwas Nützliches lernen. Dies war jedenfalls meine Erfahrung beim Lesen dieses Handbuchs.

John W. Dolan, Ph.D. *LC Troubleshooting Editor, LC/GC Magazine*



Trotz hoher Investitionen in Zeit und Geld für Laborgeräte sowie in die Ausbildung wird dem Verständnis, wie man gute Verbindungen mit Fittings herstellt, nur sehr wenig Aufmerksamkeit entgegengebracht.

Vor einigen Jahren entstand das ursprüngliche „All about Fittings“-Handbuch mit der Absicht, einige der Trends in der instrumentellen Analytik zu beschreiben. Seit dieser Zeit haben sich die Techniken in der analytischen Chemie weiterentwickelt: Druckverhältnisse in UHPLC-Systemen wurden zum neuen Standard, das Zubehör musste standhalten und Mikro- und Nano-Flow-Anwendungen halfen, einen neuen Standard für Volumenströme zu entwickeln. Zudem wurde das Augenmerk verstärkt auf IVD und andere Life-Science-Techniken gelegt.

Diese Broschüre enthält grundlegende Informationen zur Auswahl der passenden Fittings für die meisten Labor-Anwendungen. Sie beinhaltet weitergehende Informationen für das Erstellen guter Verbindungen bei UHPLC, mikro- und nanoskalierten Anwendungen und bietet gleichzeitig nützliche Hinweise für Anwendungen mit niedrigerem Druck.

Sollten Sie Anregungen für zukünftige Ausgaben haben oder zusätzliche Hilfe bei der Wahl Ihres benötigten Fittings benötigen, können Sie sich gerne jederzeit an uns wenden.

Frohes Verbinden!

John W. Batts, IV *IDEX Health & Science*

Vorwort

Einleitung

Willkommen bei „**Alles über Fittings**“! Sie sind dabei, auf eine spannende Reise zu gehen. Auf dieser Reise wird Ihnen das Grundverständnis für Fittings und anderes Zubehör näher gebracht und gleichzeitig einige Grundlagen der Flüssigkeits-Chromatographie näher beschrieben.

Sicher wurden Sie bereits in einige der in dieser Broschüre vorgestellten Themen eingeführt. Dennoch haben wir festgestellt, dass viele grundlegende Informationen über Fittings und über das Herstellen guter Verbindungen nicht allgemein bekannt sind.

Oft, weil diese Informationen durch die meisten Anwender-Kurse nicht abgedeckt werden.

Erschwerend kommt hinzu, dass die meisten Firmen, die Fittings und das entsprechende Zubehör herstellen, ihr eigenes Vokabular verwenden. Dieses besteht oftmals aus technischen Begriffen, mathematischen Einheiten sowie einer riesigen Bandbreite von Materialbezeichnungen – und von Ihnen wird erwartet, deren Terminologie zu verstehen.

Und genau hier wird Ihnen dieses Buch helfen!

Wir informieren mit diesem Handbuch über die Grundlagen von Fittings: Wie beschreibt man Fittings? Wie kann man feststellen, an welcher Position in Ihrem System welche Art von Fittings gebraucht wird? Wie steht es mit der Austauschbarkeit verschiedener Arten von Fittings?

Diese Punkte stehen neben einer Vielzahl weiterer Themen.

Wir stellen außerdem eine Diskussion über spezielle Terminologien und Fähigkeiten vor, die nötig sind, um mit kombinierten Chromatographie-Systemen wie LC-MS und auch UHPLC Systemen zu arbeiten.

Durch das vorliegende Handbuch erlangen Sie das notwendige Selbstvertrauen, um bestimmen zu können, welches Fitting Sie für welchen Laboreinsatz benötigen.

Symbole

Die unten aufgeführten Symbole finden sich an den Seitenrändern dieses Buches, um Sie auf besonders wichtige Informationen aufmerksam zu machen:



GRUNDLAGEN

Grundlagen

Hier ist Ihre besondere Aufmerksamkeit gefordert... Es ist wichtig, das beschriebene Konzept zu verstehen.



HILF MIR!

Hilf mir!

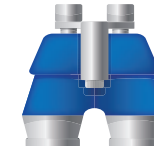
Macht auf Informationen aufmerksam, welche ein bestimmtes Themengebiet erläutern oder eine Verständnis-Hilfe sind.



DIES ODER DAS?

Dies oder Das?

Lenkt Ihre Aufmerksamkeit auf Details, die Ihnen bei der Entscheidung helfen, wo Sie welches Produkt einsetzen können.



BESONDERHEIT

Besonderheit

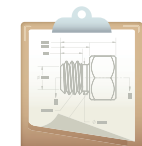
Zeigt, dass es hier etwas Interessantes gibt, das einen zweiten Blick rechtfertigt.



HEUREKA!

Heureka!

Erscheint immer wenn ein „Geheimnis“ aufgedeckt wird – etwas, was Ihr Leben leichter machen kann oder verständlicher formuliert ist.



HOW IT'S MADE

How It's Made

Bietet Details darüber, wie derzeitige Geräte konfiguriert sind – das könnte Ihnen die Produktauswahl erleichtern.



PARDON MOI?

Pardon Moi?

Markiert häufig gestellte Fragen, die ein Rätsel für Anwender auf der ganzen Welt darstellen.

Was sind eigentlich Fittings?



PARDON MOI?

Das ist eine der bedeutendsten, jedoch nie gestellten, Fragen! Tatsächlich ist diese Fragestellung solange nicht üblich, bis Ihr

System zusammenbricht und Sie erkennen müssen, an wie vielen Stellen Fittings im Einsatz sind!

Also... was sind eigentlich Fittings?

Geht man nach dem Lexikon, ist ein Fitting...

...ein kleines Teil zum Verbinden, Justieren oder zum Anpassen anderer Teile in Schlauchsystemen.

In anderen Worten, überall dort, wo Sie Schlauchverbindungen befestigen, anpassen oder justieren ist ein Fitting involviert. Tatsächlich sind alle Arten von Fittings in einem Labor im Einsatz: geflanscht und flanschlos; metallisch und nicht-metallisch; für Hoch- und Niederdruck; mit flachem Boden und kegelförmig; intern und extern; für Schraubenschlüssel- und Fingerfest-Montage.

Wie Paul Upchurch in seinem Buch „HPLC Fittings“ erklärt:



GRUNDLAGEN

„... jeder Anwender weiß, dass beim Einsatz von HPLC-Systemen viel Zeit für die Arbeit mit Fittings notwendig ist. Für die Vorbereitung auf die praktische HPLC-Arbeit müssen Sie sich zunächst über die Leitungen und Verbindungen kundig machen.“

Fittings haben Einfluss auf so gut wie alles, was Sie mit Ihrer Ausrüstung machen. Gerade deshalb raten wir: Investieren Sie lieber etwas Zeit in das Verständnis zu Fittings und wie sie richtig eingesetzt werden.

Also, reden wir über einige Grundlagen...

Eigentlich bezieht sich das, was wir als „Fitting“ bezeichnen, in der Welt der Instrumentellen Analytik auf ein **System** bestehend aus einer **Nut** (Mutter) und einer **Ferrule** (sprich: „FÄR-ruhl“).



GRUNDLAGEN

Die Entscheidung, welche Nut und welche Ferrule systembedingt gebraucht werden, ist abhängig von:

- ▶ Gewinde des Eingangs-Ports
- ▶ Geometrie des Eingangs-Ports
- ▶ Größe und Art der Schläuche
- ▶ Material des Anschlusses
- ▶ Höhe des zu erwartenden Drucks

...und vielen anderen Parametern.

Angesichts der Zahl der Faktoren, die die Wahl der Fittings für eine bestimmte Anwendung beeinflussen, lassen Sie uns mal schauen, ob wir etwas Licht ins Dunkel bringen können wenn es um das Herstellen guter Verbindungen geht.

Ahhh, Nuts!

Die erste der zwei Hauptkomponenten eines Fitting-Systems wird Nut (Mutter) genannt. Die Nut ist verantwortlich dafür, die Kraft bereitzustellen, die die Ferrule zum Abdichten bringt.

Es gibt einige Charakteristika, die zur Unterscheidung verschiedener Nuts hilfreich sind. Eines der offensichtlichsten ist die Kopf-Geometrie (z.B. mit Rand, sechseckig, quadratisch, mit Flügeln). Aber das wohl wichtigste Merkmal sind deren Gewinde, die eine Verbindung mit den Anschlüssen herstellen. Lassen Sie uns nun genauer besprechen, welche Produkte Sie einsetzen sollten und welche Alternativen es gibt.

Gewinde

Die meisten Nuts verfügen über External Threads (Außengewinde), was bedeutet, dass die Windungen an der Außenseite der Nut liegen. Andere Nuts dagegen haben Internal Threads (Innengewinde), bei denen die Windungen in der Innenseite der Nut liegen – gemeinhin als Cap Nut oder Female Nut (Überwurfmutter) bezeichnet. (Siehe Abb. 1 auf Seite 8)



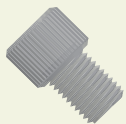
DIES ODER DAS?

Da die meisten Nuts ein Außengewinde haben, werden wir uns nun auf deren Geometrie konzentrieren.

Um ein Gewinde für ein Fitting zu beschreiben, wird ein sogenannter Thread Call-Out, bestehend aus zwei Zahlen, verwendet. Die erste gibt Auskunft über den Durchmesser des Gewindes, die zweite Zahl beschreibt, wie eng das Gewinde ist. Hierzu ein einfaches Beispiel:

Eines der am meist verbreiteten Gewinde für den Niederdruck-Transfer ist 1/4"-28. Beachten Sie die beiden Zahlen, hier getrennt durch einen Bindestrich. Nun wenden wir die oben stehende Beschreibung an und sehen, ob wir einige grundlegende Informationen über diese Art von Gewinde bestimmen können.

Abb. 1 Nuts mit Gewinde



Nut mit Außengewinde



Nut mit Innengewinde

Die erste Zahl des Thread Call-Out ist „1/4“. Wie wir wissen, beschreibt diese Zahl den Durchmesser des Gewindes – wir haben unseren ersten Anhaltspunkt. In diesem Fall ist die Call-Out-Maßeinheit Inch. Dies bedeutet also ein Gewindedurchmesser von einem Viertel Zoll (Inch)! Der Durchmesser des Gewindes wurde von der einen Gewinde-Krone bis zur gegenüberliegenden gemessen. Mit anderen Worten: wir identifizieren den maximalen Durchmesser des Gewindes.

Die Bedeutung der anderen Zahl ist nicht so offensichtlich. Was glauben Sie, könnte sie bedeuten? Erinnern Sie sich: Die Zahl gibt uns Auskunft über die Weite des Gewindes.

Irgendwelche Ideen? Nun, falls Sie dachten, es bedeutet, dass es 28 Windungen auf dem Fitting gibt, würden Sie in guter Gesellschaft sein... aber leider ist das nicht die richtige Antwort. Was diese Zahl aussagt, ist in diesem Fall, wie viele Windungen es pro Inch auf der Nut gibt. (Für nähere Informationen, wie Sie diese wichtigen Eigenschaften auf jedem Ihrer Fittings messen können, lesen Sie Seite 24 dieses Handbuchs mit einer tiefgehenden Diskussion bezüglich der Bestimmung des Thread Call-Outs Ihres Fittings.)



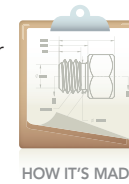
Wieso sagt man nicht, wie viele Windungen auf einer Nut sind?

Ganz einfach, weil es bei weitem nicht so universell gilt. Jedes Mal, wenn sich die Länge der Nut ändert, würde auch die Spezifizierung der Windungen verändert werden müssen. Das würde eine Standardisierung wesentlich erschweren. Dementsprechend macht es nichts, wenn die Windungen in „Windungen pro Inch“ gemessen werden, denn dann spielt es keine Rolle, ob die Nut 1/2“ oder 5 Fuß lang ist... sie hat immer noch denselben „Namen“.



PARDON MOI?

Lassen Sie uns einen Blick auf eine andere Option für Windungen werfen – das „Arbeitspferd“ für HPLC-Anwendungen: das 10-32 Gewinde. Was sagt uns dieser Thread Call-Out?



Wieder wissen wir, dass die erste Zahl etwas über den Gewindedurchmesser aussagt. Doch in diesem Fall bedeutet es nicht, dass es sich um einen Durchmesser von 10 Inches handelt!

In der „Fitting-Welt“ werden die Nummern der Spurweite für die Bestimmung des Gewindedurchmessers bestimmt, sobald das englische Gewinde einen Durchmesser von 1/4“ unterschreitet. Deshalb bezieht sich die „10“ im Call-Out auf die Spurweite (Gauge) „10“ – was fast genau 3/16“ (4,7625 mm) bedeutet. In mikro- und nanoskalierten Anwendungen wird häufig eine Spurweite von 6 Windungen



verwendet. Diese Windung ist im Durchmesser beinahe genau 3,5 mm oder auch 9/64“. Nähere Informationen über verschiedene Gewindedurchmesser und Pitches finden Sie in den Tabelle auf Seite 25 und Informationen zum Herstellen guter Kapillar-Verbindungen finden Sie auf Seite 41.

Aber was machen wir mit der „32“? Laut dem 1/4"-28 Beispiel bedeutet diese Zahl: **32 Windungen pro Inch**.

Wenn Sie also ein 10-32 Gewinde-Fitting mit einem 1/4-28 vergleichen, von welchem würden Sie erwarten, dass es engere Windungen hat? Das wäre das 10-32 Gewinde, da es über mehr „Windungen pro Inch“ oder eine feinere **Gewindesteigung** verfügt.

DENKANSTOSS

Wieso werden anstelle von 1/4"-28 Gewinde-Nuts 10-32 Gewinde-Nuts in den meisten Hochdruck-Anwendungen genutzt? Ein Grund dafür ist, dass engere Gewinde mehr Windungen bedeuten, die sich die „Last teilen“, um dem Druck innerhalb des Anschlusses stand zu halten.

...JETZT WISSEN SIE ES.

Vielleicht haben Sie bemerkt, dass der Ausdruck „Englisches Gewinde“ bereits früher erwähnt wurde. Dies geschah, um Ihnen zu verdeutlichen, dass der Thread-Call-Out dem englischen System folgt, das „Inch“ als allgemeine Maßeinheit verwendet. Zudem hilft es bei der Unterscheidung zwischen Nuts, die Inch verwenden und Nuts mit metrischen Gewinden welche „Millimeter“ als Maßeinheit verwenden.

Das in der Labor-Ausstattung wohl am häufigsten verwendete metrische Gewinde ist M6 x 1 (Sie werden sicher häufiger nur den Ausdruck M6 gelistet finden). Lassen Sie uns versuchen, die gleichen Prinzipien, die wir bei den Fittings mit englischem Gewinde gelernt haben, auf diese metrischen Fittings anzuwenden.

Erinnern Sie sich zunächst daran, dass die erste Zahl den Durchmesser des Gewindes beschreibt. Da dies ein

metrisches Fitting ist, beträgt dieser 6 Millimeter!

Der erste Teil des Gewindenamens bezeichnet den Abstand benachbarter Windungen! Daher beträgt der **Abstand zwischen jeder Windung 1 mm** – die Umkehrung dessen, wie ein englisches Gewinde gemessen wird. Während dieses (beispielsweise 10-32 und 1/4-28) die Anzahl der Windungen pro Inch misst, wird beim metrischen System die Zahl der Millimeter pro Windung gemessen.

Trotz der Unterschiede beider Systeme existieren auch große Ähnlichkeiten. Mit Hilfe dieser Information werden Sie besser verstehen, wie und warum die jeweiligen Gewinde so benannt werden!



Kopf Geometrie

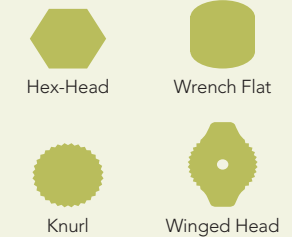
Wie wir wissen, werden Fittings durch mehr als nur ihre Gewinde beschrieben. Ein wesentlicher Faktor, der uns bei der Entscheidung hilft, welche Nut zu benutzen ist, ist die Geometrie des Kopfes.

Viele Nuts lassen sich nur mit einem Schraubenschlüssel befestigen. Bei diesen Nuts müssen Sie wissen, ob diese über eine „Hex“ (Sechskant)-Geometrie oder eine „Wrench-Flat“ (Gabelschlüssel)-Geometrie verfügen. Der Durchmesser von einer zur anderen flachen Seite gibt dabei Auskunft über den Schraubenschlüssel, den Sie verwenden sollten.

Andere Nuts dagegen können ohne Schraubenschlüssel befestigt werden - alles, was Sie zum Festziehen brauchen, sind Ihre Finger! Im Gegensatz zu „Hex“- oder „Wrench-Flat“-Geometrien, die schwer per Hand anzuziehen sind, verfügen diese „Fingerfest“-Fittings (Fingertights) über einen „gerändelten“ Kopf. Sie sind manchmal sogar mit „Flügeln“ ausgestattet, um Ihren Fingern mehr Grifffläche und Halt zu geben. *Hinweis: Bei mikroskalierten Anwendungen, bei denen die Fittings oft schmaler als Standard-Fittings sind, ist es üblich, die Köpfe mit einem „Micro-Rändel“-Muster auszustatten. Dennoch benötigt man für diese Fittings*



Abb. 2



wegen ihres Gesamtdurchmessers maßgeschneiderte Werkzeuge, um sie so festzuziehen, dass die Schlauchverbindungen auch bis zu ihrem ausgewiesenen Höchstdruck halten. Achten Sie darauf, mit Ihrem Lieferanten weitere Informationen über das korrekte Anziehen dieser kleineren Fittings zu besprechen.

Weitere Elemente

Neben der Gewinde-Größe und der Kopf-Geometrie gibt es noch andere Faktoren, welche die Auswahl der benötigten Nut bestimmen. Ein wichtiger Punkt ist die gesamte Länge der Nut. Lange Nuts sind großartig für den Einsatz bei Winkel-Anschlüssen, weil sie den Abstand zwischen den benachbarten Fittings vergrößern. Die Anwendung langer Nuts könnte jedoch bei Anschlüssen enger Bauart schwierig sein, so dass dort nur kürzere Nuts in Frage kommen.



Testen wir Ihr Wissen...

Nun, da Sie wissen, was die Namen der Gewinde bedeuten, lassen Sie uns das auf ein anderes Gewinde anwenden.

Das Gewinde ist 5/16-24.

- ▶ Welchen Durchmesser hat das Gewinde?
- ▶ Wie hoch ist die Gewindesteigung?
- ▶ Wie viele Windungen existieren bei dieser Gewindesteigung auf 1/4"?

Die Lösung finden Sie kopfüber am Ende dieser Seite.

Die Abmessungen Ihrer Schläuche verdienen besondere Beachtung, denn die meisten Nuts haben eine genau tolerierte Bohrung (genannt: „Thru-Hole“), die dem Außendurchmesser der Schläuche entspricht. Daher werden Sie sich, bei der Auswahl der Nut für Ihr Fitting-System auf den äußeren Durchmesser Ihrer Schläuche beziehen müssen.

Ein wesentlicher Unterscheidungs-faktor zwischen Fittings ist das Herstellungs-material der Nut. Ursprünglich war das nicht so entscheidend, da die meisten Nuts aus Edelstahl gefertigt wurden. Als sich nun die Technologie der Fittings weiterentwickelte, wurden Nuts auf Polymer-Basis entwickelt. Delrin, PFA, ETFE, Polypropylen, PCTFE, PEEK und PPS bilden neue Optionen und mit jedem weiteren Material müssen gleichzeitig dessen Vor- und Nachteile abgewogen werden (z.B. chemische Verträglichkeit, Gewindestärke... sogar die Farbe!). Beziehen Sie sich auf die Polymer Referenz-tabelle und andere Quellen im Anhang oder beraten Sie sich mit dem Fitting-Lieferanten Ihres Vertrauens, um das beste Fitting für Ihre Anwendung auszuwählen.

Abb. 3 Verschiedene Ferrulen



Ferrulen

Nun, mit all diesem „Nut-Wissen“, vergessen Sie nicht, dass dies nur die Hälfte der Fittings-Story ist.

Tatsächlich ist die Nut nicht das „letzte Glied“ eines Fitting-Systems. Es ist die Ferrule, welche die wesentliche Arbeit verrichtet.

Die meisten Fittings für Standard-Laborsysteme wirken durch externe Kompression (oder „Gripping“) auf die Außenwand der Schläuche. Und während die Nut die Kraft für die Kompression verteilt, ist es die Ferrule, die gegen den Schlauch drückt und diesen damit fixiert.

Ferrulen sind nicht annähernd so kompliziert wie ihre Gegenspieler, die Nuts. Aber auch sie haben einige Unterscheidungsmerkmale, die Ihnen bei der Auswahl der richtigen Ferrule helfen.

Wie sehen sie aus?

Ferrulen kommen in allen Formen und Größen vor (siehe Abb. 3), haben aber eine Gemeinsamkeit – ihre konische Nase. Es ist das Ende dieser Nase, wofür sie konstruiert wurden... Sie sollen die Schlauch-Wand fixieren!



GRUNDLAGEN



HEUREKA!

Allerdings bedeutet das nicht, dass Ferrulen austauschbar sind! Schlauch-Größe, Druck-Anforderungen, passende Nuts und – am allerwichtigsten – die Geometrie des Ports müssen bei der Wahl der richtigen Ferrule für jede Anwendung berücksichtigt werden.

Wo werden sie verwendet?

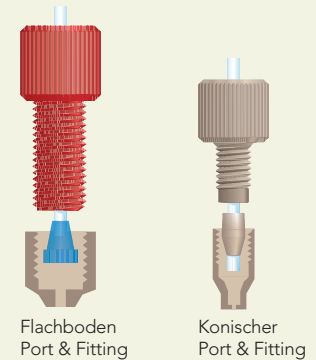
Wie bereits diskutiert, können Gewindeanschlüsse als „Hochdruck“ und „Niederdruck“ klassifiziert werden. Während die Definition von „Hoch-“ oder „Niederdruck“ immer davon abhängt, wen man fragt, ist ein (echtes) Unterscheidungsmerkmal die Geometrie des Eingangs-Ports (siehe Abb. 4).

Generell enden Hochdruck-Anschlüsse in einer Flat Bottom (Flachboden)-Konfiguration. In anderen Worten, wenn die Windungen auslaufen, wird der Boden des Anschlusses mit einem kleinen „Thru-Hole“ in der Mitte im gesamten Durchmesser flach. Ferrulen, die an diesem Anschluss verwendet werden, richten ihre konische Nase hin zur Nut und weg vom flachen Boden des Eingangs-Ports. Bei diesen Fitting-Systemen ist der gewundene Lauf der

Ein kleiner Ferrule-Reim

Hoher Druck – die konischen Nasen zeigen hin zum Port.
Niedriger Druck – die konischen Nasen zeigen fort vom Port.

Abb. 4



Innenfläche der Nut oft konisch. Die konische Nase der Ferrule dient dabei als Schnittfläche und trägt dazu bei, eine Dichtung gegen die Wand des Schlauchs zu schaffen. (Für weitere Informationen bezüglich Niederdruck-Fittings lesen Sie bitte die Diskussion auf Seite 22)

Hochdruck-Anschlüsse hingegen verfügen über einen Innenkonus direkt hinter dem Gewindeabschnitt des Anschlusses. Hinter diesem Innenkonus befindet sich eine kleine Tasche, Tubing-Pocket genannt. Dieses Tubing-Pocket ist eine Schlauch-Aussparung mit beinahe dem gleichen Durchmesser wie der in ihr verlaufende Schlauch. Bei dieser Anschlussart zeigt die konische Nase weg von der Nut und in Richtung des Ports.

Herstellungsmaterial

Ein wesentliches Merkmal jeder Ferrule ist das Material, aus dem sie hergestellt wurde..

Ferrulen werden oft aus Edelstahl, PEEK, ETFE, Polypropylen und PCTFE hergestellt. Materialien wie PEEK Polymer (ein beige-farbener Kunststoff), PCTFE und Edelstahl werden oft zur Herstellung von Ferrulen für Hochdruck-Anwendungen verwendet. Weichere Polymere, einschließlich ETFE und Polypropylen werden vorwiegend (aber nicht ausschließlich) für Niederdruck-Anwendungen eingesetzt.

Andere Faktoren

Das Herstellen einer guten Verbindung, wird durch mehr als nur das Fitting beeinflusst. Andere Faktoren, die zu beachten sind:

Schläuche: Es gibt zwei primäre Funktionen Ihrer Schläuche, die einen dramatischen Einfluss auf die Qualität Ihrer Verbindung haben können. Es ist wichtig zu wissen, aus welchem Material die Schläuche hergestellt wurden. Einige Materialien – wie FEP und PFA – bieten eine optimale Beständigkeit gegen ein weites Spektrum chemischer Lösungen; als Kompromiss büßt man hier allerdings Druckresistenz ein. Materialien wie PEEK und Edelstahl bieten hingegen hervorragende Druckresistenz, sind

aber nicht so chemisch beständig wie einige der weicheren Fluorpolymer-Varianten. Die Kenntnis über das Herstellungsmaterial, wird Ihnen bei der Entscheidung helfen, den passenden Schlauch für Ihre Verbindung zu finden.

Da die meisten Fitting-Systeme den Schlauch an der Außenseite greifen, ist es wichtig, den äußeren Durchmesser Ihres Schlauchs zu kennen. Diese beiden Informationen helfen Ihnen, die passenden Fittings auszuwählen und ebenso sicherzustellen, dass der Schlauch in den Port passt.

Eingangs-Port: In den Hochdruck-Bereichen Ihres Systems kommen typischerweise konische Anschlüsse zur Anwendung. Vor allem ist bei der Auswahl passender Fittings wichtig, das Material des Eingangs-Ports zu kennen. Als Faustregel gilt, dass der Anschluss aus einem Material bestehen sollte, das mindestens genauso hart ist wie das Material des Fittings. Zudem verfügen konische Anschlüsse über eine Schlauch-Aussparung mit einem Durchmesser, der so gewählt ist, dass er mit einem spezifischen Schlauch-Außendurchmesser zusammenpasst. Besonders wichtig ist dies, wenn Kapillar-Verbindungen hergestellt werden. Bei diesen haben die Kapillare oft eine andere Größe als der Eingangs-Port, weshalb zur Sicherstellung einer guten Verbindung ein spezielles Zubehör verwendet werden muss. (Weitere Informationen

über Kapillar-Verbindungen finden Sie im Abschnitt „Kapillar-Verbindungen herstellen“ auf Seite 41)

Und jetzt zusammen!

Wie Sie sich vorstellen können, sind Nut und Ferrule gleichermaßen wichtige Komponenten eines Fitting-Systems, ein zusammenhängendes Set. Entwickelt, um zusammen zu funktionieren.



GRUNDLAGEN

Sie können von keinem Verbindungssystem erwarten, ausschließlich die Nut zu verwenden. Denn dann wäre nichts da, was den Schlauch greifen könnte. Auf der anderen Seite kann die Ferrule die Schlauchwand nur richtig greifen, wenn die treibende Kraft der Nut zur Verfügung steht. Das gesamte System muss also zusammen arbeiten, um einen beständigen Halt und eine Dichtung zur Außenseite der Schlauchwand bieten zu können.

... Was uns zu unserem nächsten Kapitel führt

In einigen Polymer-Fitting-Systemen bilden Nut und Ferrule ein einziges Stück. Diese Ein-Teil-Fittingsysteme haben immer noch die gleichen Eigenschaften wie andere mehrteilige Systeme; durch die Kombination der Komponenten ist ein Ein-Teil-Fittingsystem in der Regel bequemer und einfacher zu handhaben.

Wie funktionieren Fittings?

Wir haben uns etwas Zeit genommen, um einige Grundlagen über Fittings kennen zu lernen, und sogar ein neues Vokabular erlernt. Lassen Sie uns mal sehen, ob wir herausfinden, wie sie tatsächlich funktionieren.

Zunächst müssen wir aber einige Grundlagen schaffen. Wann immer wir von nun an von „Fittings“ sprechen, beziehen wir uns auf das kombinierte System von Nut und Ferrule. (Seien Sie sich darüber bewusst, dass einige Fittings Nut und Ferrule in einem einzigen Bauteil vereinen, wie auf der vorherigen Seite erwähnt.)

Lasst uns in die Tiefe gehen!

Um zu verstehen, wie Fittings arbeiten, ist es wichtig, zu wissen, was Fittings LEISTEN!



GRUNDLAGEN

Fittings haben vor allem zwei grundlegende Aufgaben:

► Austritt von Flüssigkeit (oder Gas) aus dem Strömungspfad verhindern

► Das Fixieren der Schläuche trotz Gegendruck

Diese Aufgaben mögen etwas banal klingen; wenn Sie aber die Art der Chemikalien bedenken, die häufig diesen Strömungspfad mit hohem Druck entlang fließen, sollte klar werden, welche schwierige Aufgabe Fittings bewältigen müssen!

Wie tun nun Fittings das, was sie tun?

Eine Vielzahl der Fittings in Laborgeräten funktionieren in der Regel durch **Externe Kompression**.



HILF MIR!

In anderen Worten: Damit ein Fitting einen Schlauch fixieren kann, komprimiert es die äußere (oder externe) Wand des Schlauches. Je nach Material des Fittings wirkt diese Externe Kompression entweder dauerhaft, durch ein sogenanntes Verpressungsverfahren, oder besteht temporär, indem der Schlauch durch simple Reibung an der Schlauch-Wand gehalten wird.

Was bewirkt nun diese Kompression? Es hat mit einem Konzept namens „Interferenzwinkel“ zu tun. An dieser Stelle wird es etwas technischer; lassen Sie uns deshalb dieses Thema für ein besseres Verständnis vertiefen.



Wir wissen bereits, dass Ferrulen meist an mindestens einem Ende konisch sind und dass in der Regel die Ausrichtung der Ferrule vom Druck abhängt, dem das Fitting Stand halten soll (natürlich auch von der inneren Geometrie des Ports!). Der konische Teil der Ferrule zeigt immer zum konischen Gegenstück. Daraus ergibt sich eine Verbindung, bei der zwei schräge Flächen aufeinandertreffen (siehe Abb. 5).

Schauen wir uns die drei Möglichkeiten aufeinander treffender schräger Flächen an:

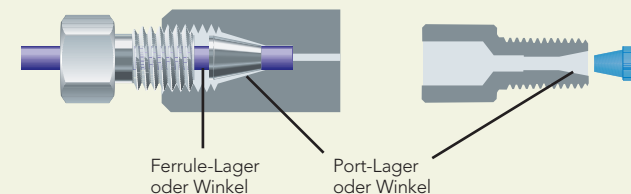
1. Die Ferrule hat einen weiteren Winkel als der Eingangs-Port

Bei diesem Szenario berührt die Spitze der konischen Ferrule-Nase nicht den aufnehmenden Port, wenn das Fitting fest montiert ist. Vielmehr entsteht der Kontakt teilweise an der Wand der Ferrule. So entsteht eine unwirksame Kompression der konischen Ferrule-Nase auf die Schlauch-Wand, was eine undichte Verbindung oder mangelnde Festigkeit der Ferrule zur Folge haben könnte.

2. Ferrule und Eingangs-Port haben den gleichen Winkel

In diesem Beispiel stimmen die Winkel überein, und die gesamte konische Ferrule-Nase hat gleichzeitig Kontakt

Abb. 5 Ausrichtung der Ferrule



mit dem Eingangs-Port. Egal wie sehr Sie die entsprechende Nut festziehen, die zwei Kontaktflächen werden zwar enger eingeklemt, bringen aber keine Kompression auf die Schlauchwand. Wieder würde eine fehlerhafte Verbindung entstehen.

3. Die Ferrule hat einen engeren Winkel als der Eingangs-Port

Hier hat die Spitze der Ferrule zunächst Kontakt mit dem Eingangs-Port. Wenn das Fitting festgezogen wird, passt es sich dem Winkel des Ports an und übt Druck auf die Schlauchwand aus. Genau das, was Sie wollen!



(Abbildung 6 illustriert jedes dieser Szenarien.)

Neben der Dichtung und dem Halt, der an der äußeren Schlauchwand bestehen muss, benötigen Sie ebenfalls eine Abdichtung zwischen der Außenseite der Ferrule und der Innenfläche des Eingangs-Ports. Die Qualität dieser Dichtung hängt einzig von der Oberflächenbeschaffenheit beider, Eingangs-Port und Ferrule, ab. Jede Unebenheit einer der beiden Oberflächen könnte eine Undichtigkeit hervorrufen.

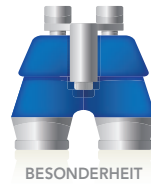
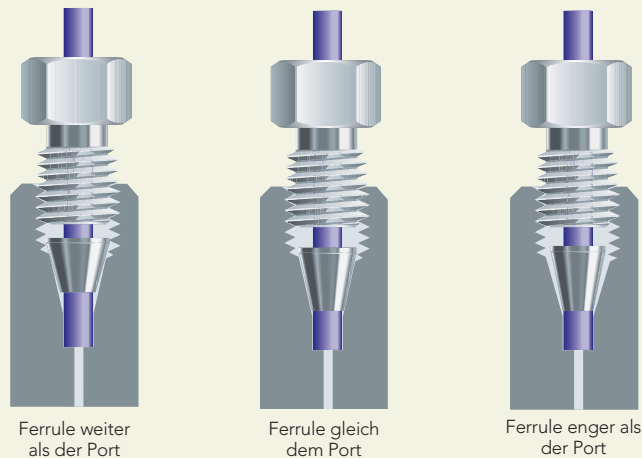


Abb. 6 Drei Ferrule-Schnittstellen



Hochdruck-Verbindungen

Die anspruchsvollsten Fluidik-Verbindungen sind in der Regel in den Hochdruck-Bereichen eines Systems zu finden. Tatsächlich ist nicht unüblich, dass in der HPLC der Druck 4.000 psi (276 bar) erreicht und übersteigt, in der UHPLC sogar 15.000 psi (1.034 bar) und mehr! Da diese Verbindungen am meisten beansprucht werden, werden wir uns zunächst damit befassen, wie man gute Hochdruck-Verbindungen herstellt.

Eine der beliebtesten Arten von Verbindungen in der HPLC und UHPLC für Hochdruck-Fließpfade ist eine „Quetsch-Verbindung“.

Wir haben das Konzept vom „Verpressen“ an früherer Stelle bereits kurz erwähnt. Lassen Sie uns nun diesen Prozess etwas näher betrachten. Was ist es, wie funktioniert es und wieso ist es heute immer noch so beliebt.

Zunächst zur Erinnerung: „Quetschen“ bedeutet dauerhaftes Anliegen einer Ferrule an einen Teil des Schlauches, typischerweise in einer Hochdruck-Anwendung. Häufig werden sowohl Fitting als auch Schläuche aus Edelstahl hergestellt, was aber nicht immer der Fall sein muss. Allerdings wird „Quetschen“ niemals mit einer Voll-Polymer-Ferrule durchgeführt. Die meisten Menschen verwenden hierfür

Edelstahl-Ferrulen als Teil des Fitting-Systems.

Um eine Ferrule auf einen Teil des Schlauchs zu pressen, schieben Sie die Nut über den verbundenen Schlauch und anschließend die Ferrule über denselben, direkt unterhalb der Nut. Versichern Sie sich dabei, dass die konische Nase der Ferrule nicht in Richtung der Nut zeigt (Erinnern Sie sich an den kleinen Reim auf Seite 13?). Wenn Nut und Ferrule erst einmal platziert sind, führen Sie den Schlauch in den Eingangs-Port ein, bis er gegen den Boden stößt.

Bitte beachten Sie: Dieses Verfahren funktioniert bei den meisten Ports. Manche verfügen jedoch nicht über einen festen Anschlag. Bei diesen ist besondere Vorsicht nötig, um sicherzustellen, dass der Schlauch hinter der Ferrule-Nase ausgedehnt bleibt - jedoch nicht zu weit! Ziehen Sie nun die Nut und den positionierten Schlauch mit Ihren Fingern vollkommen fest. Anschließend drehen Sie sie mit einem Schraubenschlüssel eine weitere ¼ Umdrehung. Das vervollständigt meist das Verquetschen; die Ferrule wird auf die Oberfläche des Schlauches gedrückt. Um sicher zu sein, lösen Sie die Einheit, entfernen diese vom Eingangs-Port



und überprüfen, ob die Ferrule fest sitzt. Falls sie locker ist, setzen Sie die Fitting- und Schlauch-Baugruppe erneut in den Eingangs-Port ein und ziehen diese mit einer ¼-Drehung fest. Dabei kontrollieren Sie nach jeder Vierteldrehung, ob die Ferrule fest am Schlauch sitzt. *Bitte beachten Sie: Oben genannte Fixierungs-Empfehlungen beziehen sich auf den Einsatz traditioneller HPLC-Systeme und der dazugehörigen Ausrüstung. Sollten Sie mit UHPLC-Systemen oder mit Ultra-Hochdruck arbeiten, könnten zusätzliche Fixierungen notwendig sein, um den entsprechenden Druckwiderstand zu erreichen.*

Quetsch-Fittings stellen permanente Verbindungen her. Dieser Umstand hilft, sie immer mit einem bestimmten Schlauch zu nutzen - sie können nicht versehentlich abrutschen. (Das ist eine große Hilfe, wenn Sie dazu neigen, mit kleinen Dingen „herausgefordert“ zu sein!)

Leider stellt diese permanente Verbindung auch einem wesentlichen Nachteil dar! Warum? **Weil Sie das Fitting nur in dem Port benutzen können, in den es gepresst wurde.**



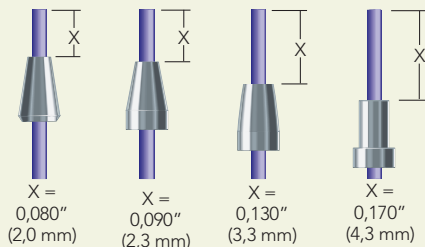
Sobald ein Fitting verpresst ist, ragt der Schlauch etwas über die Ferrule hinaus. Das muss so sein, sonst hätte dieses keinen Platz, um sich während des Einpressvorgangs nach unten auszudehnen. Das Problem ist, dass jeder Hersteller die Länge etwas anders wählt (siehe Abbildung 7). Einmal in einen Eingangs-Port gepresst, sollte ein Fitting für korrekte Analyse-Ergebnisse auch nur in diesem einen Port eingesetzt werden! Der Versuch, ein bereits verpresstes Fitting in einem anderen Port zu verwenden, kann entweder zu einem Totvolumen (siehe Seiten 51 – 53 für die Diskussion über „Totvolumen“) oder zu einem Leck führen – insbesondere, wenn das eingesetzte Zubehör von verschiedenen Herstellern stammt!

DENKANSTOSS

Quetsch-Fittings bieten wesentliche Vorteile. Einer ist, dass sie permanent in Kontakt mit dem Schlauch verbleiben. Diese Eigenschaft ermöglicht Quetsch-Fittings, hohem Druck stand zu halten – fast immer über dem Nenndruck der Ausrüstung, in welcher das Fitting verwendet wird.

... JETZT WISSEN SIE ES!

Abb. 7 "Dimension X" von verschiedenen Herstellern



Dimension X kann je nach Hersteller von 0,080" (2,0 mm) bis 0,170" (4,3 mm) variieren

Der Problem-Löser

Eine häufiges Problem bei Fittings ist das chemische Leck (z.B. beim Austauschen von HPLC-Säulen verschiedener Hersteller). Tritt ein Leck auf, sollte man das Fitting auf ordnungsgemäße Festigkeit hin überprüfen. Oft ist aber die Positionierung der Ferrule an der Schlauch-Wand Auslöser für eine Undichtigkeit. Beim Einsatz gepresster Fittings wird die Ferrule permanent gegen den Schlauch gedrückt, daher kann sie weder neu positioniert noch verändert werden (zumindest nicht, ohne den Schlauch und/oder die Ferrule zu beschädigen). Das endet zumeist damit, dass Sie das gesamte Schlauchstück mitsamt zwei Ferrulen und Nuts wegwerfen – diese Option ist zu teuer.

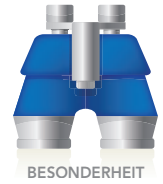
Die andere Option: Das Fingertight-Fitting

Fingertight-Fittings (auch Fingerfest-Fittings genannt) sind zumeist Polymer-Fittings, die in den gleichen Eingangs-Ports funktionieren, wie ihre Gegenspieler aus Metall. Da sie aus hochwertigen Polymeren und nicht aus Edelstahl hergestellt werden, können Sie von einem Fingertight-Fitting gute Leistungen erwarten, ohne andere Hilfsmittel als Ihre Hände zu gebrauchen. Sie werden aus Polymer-



Materialien hergestellt und sind nicht permanent mit der Schlauchoberfläche verbunden, so dass sie neu positioniert werden können. Dadurch werden Undichtigkeiten und Totvolumina vermieden.

Neben dem offensichtlichen Nutzen gibt es noch weitere Vorteile, die Fingertight-Fittings zum wesentlichen Equipment jedes Labors machen:



Biokompatibilität

Viele biologische Proben sind dafür bekannt, mit Eisen zu reagieren, eines der Hauptkomponenten von Edelstahl. Polymere dagegen enthalten kein Eisen.

Universell

Während viele Anwender dazu gezwungen sind, systemspezifische Metall-Fittings zu verwenden, genügt in vielen Fällen nur eine Art Fingertight-Fittings, um Verbindungen im gesamten System herzustellen.

Austauschbarkeit

Da Fingertight-Fittings mit der Schlauchwand nicht permanent verbunden sind, können sie meist von einem zum anderen Port versetzt werden. Dabei erlauben sie Ihnen

dennoch, gute Verbindungen herzustellen und dabei sicherzustellen, dass der Schlauch vollkommen in den Eingangsport eingeführt ist.

Der Gebrauch von Fingertight-Fittings ist in analytisch-skalierten Anwendungen genauso üblich, wie in Anwendungen mit Kapillaren. Wenn aber Fingertight-Fittings mit Kapillar-Schläuchen verwendet werden, verfügen diese Fittings oft über besondere Zusätze – wie „maßgeschneiderte Ferrulen“ oder „Tubing Sleeves“ (Schlauchmanschetten) – um gute Verbindungen zu ermöglichen. Für nähere Informationen lesen Sie bitte die Diskussion über Kapillar-Verbindungen, beginnend auf Seite 41. Natürlich gibt es auch bei Fingertight-Fittings Einschränkungen. Eine von ihnen ergibt sich direkt aus einem ihrer entscheidenden Vorteile – nämlich, dass die Schlauchwand nicht permanent berühren. Während das vorteilhaft für das Neu-Positionieren in Verbindungen und die absolute Austauschbarkeit ist, bedeutet es

Abb. 8

Geflanschte Fitting-Verbindung



gleichzeitig, dass Fingertight-Fittings meist nur einem niedrigeren Druck standhalten können als vergleichbare Quetschfittings. Weitere Einschränkungen ergeben sich aus ihrem Verhalten bei höheren Temperaturen oder in einigen wenigen Fällen auch bei chemischen Wechselwirkungen. Nichtsdestotrotz bieten Fingertight-Fittings erhebliche Vorteile, die im Verhältnis diese Einschränkungen deutlich überwiegen. Deshalb sind sie in der ganzen Welt so weit verbreitet!

Was ist mit Niederdruck-Fittings?

Natürlich sind nicht alle Fluidik-Anschlüsse in Ihrem System Hochdruck-Verbindungen. Tatsächlich handelt es sich bei den meisten Verbindungen eher um Niederdruck-Verbindungen. Typischerweise unterscheiden sich Fittings aus Niederdruck-Anwendungen von traditionellen Hochdruck-Fittings. Zunächst haben die meisten Niederdruck-Eingangsport keine konischen Innenflächen. Stattdessen verfügen sie meist über einen direkten Übergang vom Innengewinde zum Flachboden. Wie Sie vielleicht erwarten, verlangt dieser Port andere Fittings. Fittings, die für eine Abdichtung am Flachboden sorgen.

Die ursprüngliche Art des Niederdruck Flachboden-Fittings war das Flansch-Fitting (Flanged Fitting) – eine Art,

die heute noch im Einsatz ist. Beim Herstellen einer Flanschfittings-Verbindung wird der Schlauch des Strömungswegs am Ende aufgeweitet und das unterstützende Fitting drückt dieses gegen den Boden des Eingangsport. Flansch-Fittings werden wegen ihrer geringen Kosten und ihrer einfachen Anwendung immer noch gerne eingesetzt. Falls hier jedoch etwas schief geht, kann die Instandsetzung schwierig werden. Deshalb entscheiden sich viele Anwender gegen Flansch- und für die flanschlosen Verbindungen.

Bei einer flanschlosen Verbindung wird anstelle eines aufgeweiteten Schlauchs für die Abdichtung am Boden des Eingangsport typischerweise ein separates Fitting und eine externe Kompressions-Ferrule verwendet. Anstelle der dem Fitting abgewendeten konischen Ferrule-Spitze, verfügt dieser Fitting-Stil über eine konische Spitze, die dem Fitting zugewandt ist (siehe Abb. 5, Seite 17, rechts als Beispiel eines typischen Flanschlos (flangeless)-Fitting-Systems).

Niederdruck-Anwendungen benötigen meist keine Werkzeuge – einfaches Festziehen der Verbindungen per Hand genügt. Niederdruck-Komponenten teilen bei Einsatz von Flanschlos-Fitting-Systemen (oder ähnlichen) viele Vorteile von Fingertight-Fittings, einschließlich

Abb. 9 Schlauchverbinder



Biokompatibilität, Austauschbarkeit und den universellen Einsatz in den meisten Eingangsporten!

Schlauchverbinder

Viele Niederdruck-Verbindungen verwenden starre oder halbstarre Schläuche mit herkömmlichen äußeren Kompressions-Fittings. Allerdings existieren Verbindungen, für welche äußere Kompressions-Fittings nicht geeignet sind. Insbesondere, wenn weichere Schläuche verwendet werden, beispielsweise bei Schlauchpumpen, sind äußere Kompressionsfittings in der Regel nicht die beste Option. Für diese Anwendungen wird häufig ein gerippter Schlauchverbinder verwendet.

Ein gerippter Schlauchverbinder funktioniert, indem er einen weichen Schlauch aufweitet und über eine Rippung drückt. Die Rippung sorgt dafür, dass der Schlauch am Anschluss haftet und nicht verrutscht. Diese Verbindung ist in der Regel nur für Niederdruck-Anwendungen geeignet, denn bei steigendem Druck kann der weiche Schlauch so sehr geweitet werden, dass er vom eingesetzten Verbinder abrutscht.

Welches Fitting habe ich?

Es kann sehr frustrierend sein, aktuell verwendete Fittings nur anhand Ihres Aussehens zu identifizieren. Dies ist beispielsweise notwendig, wenn Sie eine Alternative zu den verwendeten Fittings finden müssen.

Wir haben bereits einige Charakteristika von Fittings diskutiert, die Ihnen bei der Identifizierung Ihres Fittings behilflich sind. Nun unterstützen wir Sie bei der Entscheidung, welche Fittings am besten zu Ihren Bedürfnissen passen:

► Gewinde des Fittings

► Geometrie des Fittings (konisch oder Flachboden)

► Größe und Art des verbundenen Schlauches

► Material, aus dem das Fitting hergestellt ist

► Höhe des zu erwartenden Druckes

Ein Gewinde unter einem anderen Namen...

Wir sprachen bereits über das Gewinde eines Fittings und darüber, was der Thread Call-Out genau darüber aussagt. Er besteht zumeist aus zwei wesentlichen Zahlen – beide sagen Ihnen etwas über das Gewinde. Sieht man sich beispielsweise das Thread Call-Out 1/4-28 an, verweist „1/4“ auf einen maximalen Gewindedurchmesser von 1/4“(Inch), die „28“ sagt uns, wie viele Windungen pro Inch sich auf dem Schaft dieses Fittings befinden.

Aber wie können Sie beschreiben, welche Art von Fitting Sie haben? Wenn Sie keine Informationen über das Fitting haben, dann ist die Bestimmung seiner Gewinde-Beschreibung eine der wichtigsten.



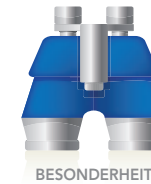
Glücklicherweise können Sie in der Regel mit einem herkömmlichen Lineal und gutem Auge das vorliegende Gewinde bestimmen. Hierzu sollte ihr Lineal allerdings auch die Maßeinheit Inch angeben - falls nicht müssen Sie umrechnen: 1 Zoll/Inch = 25,4 mm. Legen Sie zunächst den gewundenen Abschnitt Ihres Fittings an die Kante

des Lineals an, wie es in Abbildung 10a auf der folgenden Seite beschrieben ist. Dazu ist es hilfreich, wenn Sie mindestens einen 1/4“ (Inch) Abschnitt des Gewindes für die Messung verwenden. Nun zählen Sie die Anzahl der Windungen entlang des Fitting-Laufs, bis zur Markierung 1/4“ auf Ihrem Lineal.

DENKEN SIE DARAN: DIE ERSTE WINDUNG IST IHRE NULLMARKE. LASSEN SIE DIESE BEI IHRER ZÄHLUNG AUSSER ACHT!

Wenn Sie ein englisches Gewinde haben, sollte eine der Windungen auf Ihrem Fitting mit der 1/4“ Markierung abschließen (In Abbildung 10a finden sich 7 Windungen auf 1/4“). Dann müssen Sie nur noch das Ergebnis mit vier multiplizieren, um die Anzahl der Windungen per Inch zu erhalten – auch bekannt als **Gewindesteigung!** (Wenn Sie ein metrisches Gewinde haben, funktioniert diese Beschreibung nicht! Wir kommen darauf aber noch zurück...).

Sobald Sie die Anzahl der Windungen pro Inch auf Ihrem Fitting errechnet haben, ist die Ermittlung des Durchmessers des Gewindeabschnitts wesentlich leichter.



Legen Sie einfach den Gewindelauf Ihres Fittings auf ein Lineal und messen Sie den größten Abstand zwischen der Gewindespitze auf der einen Seite der Nut und der Gewindespitze auf der anderen Seite der Nut, wie in der rechten Abbildung 10b. Hier beträgt der Abstand 1/4“.

Abb. 10A

Zähle die Windungen

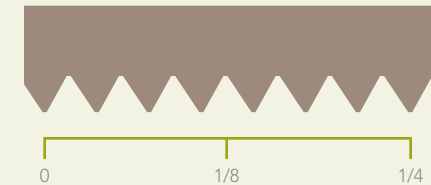
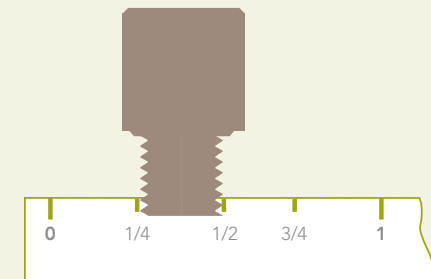


Abb. 10B

Gewinde-Durchmesser



Für die meisten in der Chromatographie eingesetzten englischen Gewinde-Fittings, entspricht der Durchmesser oft der Gewindesteigung nach folgender Tabelle:

Windungen pro Inch	Durchmesser
20	1/2" (12,7 mm)
24	5/16" (7,9 mm)
28	1/4" (6,4 mm)
32	3/16" (4,8 mm) Gauge 10, 9/64" (3,6 mm) Gauge 6
40	9/64" (3,6 mm) Gauge 6

Diese Tabelle dient, auch wenn es sicherlich Abweichungen gibt, als guter Ausgangspunkt.

Bei der Arbeit mit metrischen Gewinde-Fittings unterscheidet sich die manuelle Messung etwas. Das Konzept ist aber das gleiche.

Erinnern Sie sich daran, dass das gängigste metrische Gewinde-Fitting in der Chromatographie und verwandten



Anwendungen die Bezeichnung „M6“ trägt. Technisch ist das unvollständig; die eigentliche Bezeichnung für dieses Gewinde ist M6 x 1. Das bedeutet, dass das Gewinde einen Durchmesser von sechs Millimetern (der „M6“-

Teil) und eine Steigung von einem Millimeter pro Windung (der „x 1“-Teil) hat. Beachten Sie, dass sich das Prinzip der Englischen Gewinde umkehrt, denn jenes beschreibt, wie viele Windungen pro Inch existieren. (Siehe Seite 10 für nähere Informationen)

Um die Gewindesteigung eines metrischen Gewinde-Fittings zu messen, vergleichen Sie den Gewinde-Abschnitt Ihres Fittings an einem Lineal mit Millimereinteilung. Halten Sie den Rand einer Windung nahe der Fitting-Spitze an die Millimereinteilung des Lineals. Prüfen Sie anschließend, auf welche Markierung der Rest der Gewinde-Ränder fällt. Bei den gebräuchlichsten metrischen Gewinden wird jeder Windungsrand EXAKT auf einer Millimeter-Markierung ihres Lineals liegen. Andere metrische Gewinde-Fittings verfügen möglicherweise nicht über einen Windungsabschnitt von einem Millimeter; dennoch folgen sie demselben Muster (beispielsweise zehn Windungen auf sieben Millimetern – verwendet für ein M4 x 0,7 Gewinde).

Zur Messung des Durchmessers Ihres metrischen Gewinde-Fittings wenden Sie die gleiche Methode wie zur Messung englischer Gewinde-Fittings an. Hierbei verwenden Sie als Bezugspunkt jedoch die metrische Skalierung Ihres Lineals.

Falls Sie es leichter haben wollen...

Jetzt, da Sie die Gewinde-Messübung absolviert haben, können Sie die Diagramme in der Tabelle unten verwenden, um das Gewinde Ihres Fittings leichter zu bestimmen.

Zur Nutzung dieser Quelle halten Sie Ihr Fitting einfach über jede der Silhouetten um zu sehen, ob Ihr Fitting mit einer von ihnen über-

einstimmt. Jede Schattenabbildung ist eine genaue Kopie des entsprechenden Gewindes. Deshalb können die Diagramme entweder dazu verwendet werden, ein Gewinde schnell zu bestimmen oder Ihre Messung zu überprüfen.



Welches Gewinde habe ich?

Halten Sie Ihr Fitting zur Identifikation über die Gewinde-Silhouetten unten.

U.S. Standard-Gewinde

6-40	
6-32	
10-32	
1/4-28	
5/16-24	
1/2-20	

Metrische Gewinde

M4 x 0.7	
M6 x 1	

Kunststoff oder Metall – wofür entscheide ich mich?

Die Entscheidung zwischen Fittings aus Kunststoff oder Metall ist für Fitting-Anwender oft ein Dilemma. Diese und weitere Fragen tauchen häufig auf:

- ▶ **In meinem System sind Edelstahl-Fittings in Gebrauch, deshalb muss ich sie auch weiterhin verwenden... Ist das so richtig?**
- ▶ **Reagieren meine Chemikalien oder Proben mit dem Fitting?**
- ▶ **Wenn ich Metall-Verbindungen verwende, kann ich keine Nuts oder Ferrulen aus Kunststoff einsetzen... oder?**
- ▶ **Welches Fitting hält dem von mir benötigten Druck stand?**

An dieser Stelle behandeln wir die häufigsten Fragen und Anliegen.

Kann ich mein Fitting wirklich austauschen?

Man denkt üblicherweise, dass nur ein Fitting desselben Typs wie das ursprünglich eingesetzte verwendet werden kann. Tatsächlich ist das einer der entscheidenden Gründe, weshalb Edelstahl-Fittings derart beliebt sind!

Glücklicherweise hängt die Leistung eines Instruments selten von einem bestimmten Fitting ab. Das wiederum gibt Ihnen die Freiheit, für Ihre Anwendung und Bedürfnisse das am besten geeignete Fitting auszuwählen. Um diese Entscheidung zu erleichtern, bedenken Sie zunächst, was das Fitting leisten soll. Liegt hoher oder niedriger Druck an? Wie ist die

chemische Umgebung? Wie hoch ist die Betriebstemperatur?

Ein weiterer Faktor bei der Wahl des passenden Fittings ist, wie dieses gebraucht werden soll. Wenn Sie planen, einen Schlauch mit einem Eingangs-Port zu verbinden und ihn selten entfernen, dann ist ein Edelstahl-Fitting meist eine gute Wahl. Wenn Sie allerdings häufig Verbindungen wechseln, oder der Schlauch an verschiedenen Stellen zum Einsatz kommen soll (beispielsweise bei mehreren Säulen in Ihrem HPLC-System), dann ist tatsächlich ein Polymer-Fitting die beste Option.

Nachdem diese Fragen beantwortet sind, suchen Sie nach dem Fitting-System, das eine Kombination aus guter Leistung und allgemeinen Design-Merkmalen bietet, welches leicht zu gebrauchen und zuverlässig ist - also am besten zu Ihren Anwendungen passt.

Denken Sie daran, dass es viele Anwendungen gibt, bei denen Metall-Fittings verwendet werden können, Polymer-Fittings aber unabhängig von der Art

des Schlauches die bessere Wahl für diese Anwendungen sind. Ironischerweise gilt aber nicht der Umkehrschluss – Edelstahl-Fittings können an vielen Stellen nicht eingesetzt werden, an denen Polymer-Fittings in Gebrauch sind. Insbesondere in Anwendungen, in denen ein Polymer-Fitting den Schlauch an einem Kunststoff-Port befestigt. Hier kann der Einsatz eines Edelstahl-Fittings Ihren Eingangs-Port beschädigen.

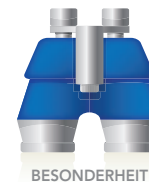
Was ist mit der chemischen Umgebung?

Das ist eine berechtigte Frage, die, unabhängig davon, welche Art Fitting Sie auswählen, gestellt werden muss. Wenn unverträgliche Chemikalien mit einem Fitting in Berührung kommen, könnte dessen Dichtungsfähigkeit und Gewindeintegrität beeinträchtigt werden.

Anwendung herstellen möchten bei der eine niedrige Konzentration von TFA (Trifluoressigsäure) verwendet wird, funktioniert diese Kombination. Falls aber die Lösung länger Kontakt mit der Nut hat (z.B. wenn ein Teil der chemischen Lösung auf das Gewinde des Ports gelangte, als das Fitting gelockert wurde), könnte das Polymer zum Zeitpunkt des Kontaktes erodieren. Die Integrität des Fittings wäre dann gefährdet – das Ergebnis wäre ein Leck! Viele Quellen bieten aktuelle Informationen über chemische Verträglichkeit (eine Zusammenfassung chemischer Kompatibilitäten finden Sie im Anhang auf Seite 61), einschließlich der Fitting Hersteller die Sie für Ihren Gebrauch ausgewählt haben. Auch im Internet finden sich hierzu Informationen. Wir empfehlen Ihnen, diese Quellen vor Ihrer endgültigen Fitting-Wahl zu nutzen.

Eine wichtige Regel:

DENKEN SIE IMMER AN DIE CHEMISCHE UMGEBUNG!



Da die meisten Fittings aus zwei Komponenten bestehen – Nut und Ferrule – sollten Sie auch die chemische Kompatibilität

beider Materialien beachten. Wenn Sie z.B. ein Fingerfest-Fitting mit einer PEEK-Polymer-Ferrule und einer Delrin-Nut haben und eine Schlauch-Verbindung in einer LC-MS-

Welches Material für welchen Schlauch?

Vielleicht haben Sie inzwischen bemerkt, dass Sie für jede Schlauchart – Polymer oder Metall – fast immer Kunststoff-Fittings verwenden können. Solange das Fitting mehr als dem erwarteten Druck Ihrer Anwendung standhält und solange Ihr Schlauch für die Art der hergestellten Verbindung geeignet ist (z.B. externe Kompression, interne Expansion, usw.), sollten Sie keine Probleme mit der Verbindung haben.

Andererseits kann es gefährlich – oder sogar unmöglich – werden, ein Metall-Fitting mit einem Kunststoff-Schlauch zu verwenden. Wenn ein Metall-Fitting auf einen Kunststoff-Schlauch drückt, quetscht es die Schlauchwand, da Metall viel härter ist als das Material des Schlauchs. Dabei könnte die Schlauchwand so sehr gequetscht werden, dass der Schlauch beschädigt,

Welches Material? – ein Reim

„**Plastik auf Stahl, welche Qual!**
Stahl auf Plastik, that's fantastic!“

dessen Innendurchmesser zerstört und so für Ihre Anwendung unbrauchbar wird. Um Ihnen die Auswahl der möglichen Fitting-Optionen zu erleichtern – vorausgesetzt, der verwendete Fließweg-Schlauch ist ziemlich starr – können Sie den Reim oben sowie die folgende Tabelle als Richtlinien verwenden:

Tabelle 1 — Anwendungs-Kombinationen bei Fittings

Fitting	Schlauch	Port	Empfohlen
Kunststoff	Kunststoff	Kunststoff	Ja
Kunststoff	Stahl	Kunststoff	Ja
Kunststoff	Stahl	Stahl	Ja
Kunststoff	Kunststoff	Stahl	Ja
Stahl	Stahl	Stahl	Ja
Stahl	Kunststoff	Stahl	Nein
Stahl	Kunststoff	Kunststoff	Nein
Stahl	Stahl	Kunststoff	Nein

Was ist mit dem Druck?

Eines der Vorurteile, die man mit dem Gebrauch von Polymer-Fittings anstelle von Metall-Fittings assoziiert, ist ihre geringere Druckresistenz. Tatsächlich halten die meisten Metall-Fittings einem höheren Druck stand als ihre Polymer-Fitting-Vertreter. Doch die eigentliche Frage ist, wie viel Druck das Fitting tatsächlich aushalten muss. Wenn Ihre Anwendung nur 1.000 Pfund pro Quadratzoll (psi) verlangt und Sie haben die Wahl zwischen einem Edelstahl-Fitting (psi - pounds per square inch), welches 10.000 psi (689 bar) standhält und einem Polymer-Fitting, das bis zu 6.000 psi (414 bar) verträgt, spielt es keine Rolle, für welches Fitting Sie sich entscheiden - beide werden funktionieren.

Für Ultra-Hochdruck-Anwendungen wie UHPLC, bei denen der System-Druck 15.000 psi (1.034 bar) übersteigen kann, bevorzugen die meisten Anwender den Einsatz von Metall-Nuts und Ferrulen oder andere spezielle Fittings, die für Anwendungen mit derartigem Druck entwickelt wurden. Aber für niedrige, mittlere oder Standard-Hochdruck-Anwendungen existiert in der Regel auch die Option eines Polymer-Fittings. Achten Sie auf die Herstellerangaben bezüglich der Fähigkeit des Fittings, Ihrem Anwendungsdruck standzuhalten.

Fassen wir zusammen

Insgesamt können Kunststoff-Fittings als Verbindung für eine große Mehrheit der Schlauchverbindungen dienen. Die folgenden Gründe zeigen, warum:



- ▶ Es gibt eine große Vielfalt von Kunststoff-Fittings
- ▶ Polymer-Fittings bieten eine höhere Kompatibilität gegenüber Chemikalien
- ▶ Polymer-Fittings halten den meisten benötigten Drücken stand
- ▶ Mit Polymer-Fittings ist eine nahezu universelle Funktionalität möglich
- ▶ Polymer-Fittings sind mehrfach wiederverwendbar

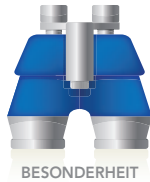
Unter dem Strich

Polymer-Fittings sind oft besser als vergleichbare Fittings aus Edelstahl oder anderen Metallen.

Was ist HPLC?

Eine der wichtigsten Flüssigkeits-Transfer-Anwendungen, bei der die von uns besprochenen Fittings zum Einsatz kommen, ist die HPLC. Weil es ein so bekanntes Analyseverfahren ist, scheint es nur angemessen, etwas Zeit darauf zu verwenden.

HPLC ist eine Abkürzung, welche für „High Performance Liquid Chromatography“ steht. (Viele Leute denken, das „P“ steht für „Pressure“, da der Betriebsdruck bei HPLC-Anwendungen ziemlich hoch ist; das „P“ steht aber tatsächlich für „Performance“, also Leistung.)



BESONDERHEIT

Der Gebrauch von HPLC begann in den 1960ern. Die Technik ermöglicht es Analytisten, eine Probe mit bekannter oder unbekannter Zusammensetzung in ihre Bestandteile zu trennen und anschließend die Menge aller ihrer Komponenten zu quantifizieren. Da diese Technik im Allgemeinen nicht destruktiv wirkt, ist die HPLC ein sehr nützliches Werkzeug im Labor. Es erlaubt dem Wissenschaftler weiterführende Analysen an Proben durchzuführen nachdem sie durch das HPLC-System separiert wurden.

Die Trennung erfolgt durch Zugabe der Probe in einen flüssigen Chemikalien-Strom, bekannt als **mobile Phase**, welche wiederum die Probe zu einem speziellen Rohr transportiert, der sogenannten Säule. In dieser befinden sich kleine, chemisch aktive Teilchen: Die **stationäre Phase**. Innerhalb dieser **Säule** tritt die Probe in Wechselwirkung sowohl mit der mobilen, als auch mit der stationären Phase und beginnt, sich chemisch in ihre Bestandteile zu trennen. Andere Komponenten dieses Systems erstellen und sammeln Daten aus dieser Analyse, die dann in einer graphischen Darstellung, dem **Chromatogramm**, zusammengefasst werden. (WOW!)



GRUNDLAGEN

Was beinhaltet ein HPLC-System?

Bevor wir hier weitermachen, ist es wichtig, zu verstehen, welche Komponenten Teil eines Standard-HPLC-Systems sind.

Ein HPLC-System beinhaltet sieben grundlegende Komponenten; jedes mit einer wichtigen Funktion:

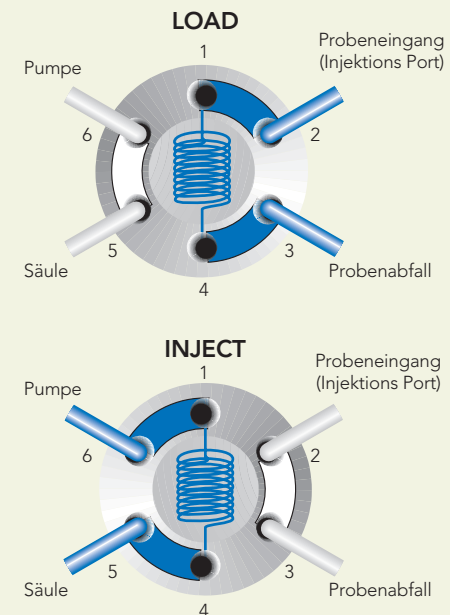
Lösemittel-Vorrat: Der Lösemittel-Vorrat enthält die chemische Lösung, die durch das System fließt. Da diese Lösung während der Analyse fließt, wird sie mobile Phase genannt.

Pumpe: Die Pumpe zieht die mobile Phase aus dem Vorratsbehälter und drückt sie durch den Rest des Systems. Die gebräuchlichste Pumpe ist die Zwei-Kolben-Pumpe – fähig, eine stabile Fließrate bei hohem Druck zu bewerkstelligen.

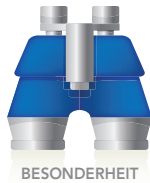
Injektionsventil: Das Injektionsventil bringt die Probe in die mobile Phase. Das Standard-Ventil ist ein 2-Position, 6-Port-Ventil (siehe Abb. 11). Diese Ventilart ermöglicht es, eine kontrollierte Probenmenge reproduzierbar in den Fließweg der mobilen Phase des System einzuleiten ohne das restliche System zu stören.

Abb. 11

Typisches Injektionsventil
Ansicht auf den Rotationshebel



Die Erfindung des Injektionsventils revolutionierte die Chromatographie, denn es automatisierte die Proben-



Analyse. Waren in den Anfängen der Chromatographie 20-24 Proben am Tag möglich, so können heutige HPLC-Systeme hunderte Proben am Tag analysieren (sofern Sie mit dem nötigen Equipment ausgestattet sind). Das ermöglicht die schnelle Entwicklung von Medikamenten und ebenso High-Throughput Genomik und Proteomik.

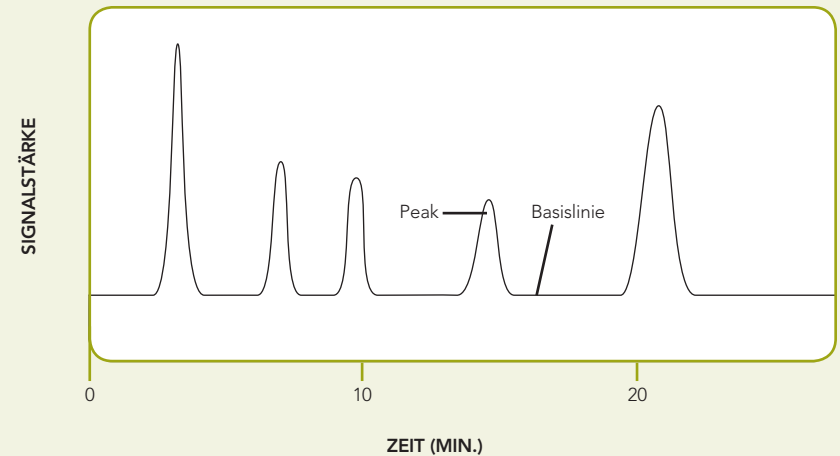
Säule: Wird oft als das „Herz des HPLC-Systems“ bezeichnet. Stellen Sie sich die Säule als chemischen „Trenn-Filter“ vor. Die Säule ist ein Rohr einer bestimmten Länge und Innendurchmessers und beinhaltet in der Regel winzige Perlen. Typischerweise sind diese Perlen mit einer chemischen Substanz beschichtet, um mit den Komponenten der Probe zu reagieren und die Trennung zu verbessern. Am häufigsten sind die Perlen – vormals als **stationäre Phase** beschrieben, da sie sich innerhalb des Systems nicht bewegen – aus Silicagel-Partikeln sehr geringen Durchmessers. Diese verfügen zumeist über eine chemische Oberfläche mit C18-Endgruppen. Anstelle von Silicagel werden manchmal allerdings auch

andere, speziellere Materialien verwendet. Zudem gibt es zusätzlich zu dem an der Oberfläche der Perlen gebundenen C18 weitere Endgruppen, um eine Verbesserung der Trennung innerhalb der Säule zu erreichen.

Detektor: Der Detektor ist dafür verantwortlich, die Komponenten der Probe, die innerhalb der Säule voneinander getrennt werden, zu „sehen“, während sie durch die mobile Phase fließen. Der am häufigsten verwendete Detektor sendet einen Strahl ultravioletten Lichts durch ein spezielles Fenster (bekannt als **Durchflussküvette oder Fließzelle/flow cell**). Da die Probenkomponenten die Fließzelle durchlaufen, verändert sich die Menge des die Fließzelle durchstrahlenden Lichts. Die Elektronik des Detektors wandelt dann die Veränderung der übertragenen Lichtintensität in ein Signal um.

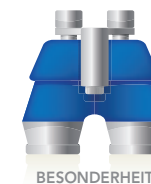
Da die technologischen Kosten immer weiter sinken werden nun auch andere Detektor-Typen häufiger eingesetzt. Massenspektrometer (MS) und Kernresonanzspektroskopie (NMR) Detektoren kommen in vielen Laboren vermehrt zum Einsatz. Durch die verbesserten in der Chromatographie verfügbaren Detektionsmöglichkeiten, findet die HPLC – in vielen Laboren bereits ein wichtiges Standbein – als analytische Technik zunehmend Verwendung.

Abb. 12 Beispiel eines Chromatogramms



Rekorder: Der Rekorder dient als Auswerte-System. Er übersetzt das Signal, das durch den Detektor generiert wurde, in ein Diagramm – das so genannte **Chromatogramm** (siehe Signal/Zeit-Diagramm, oben).

Anfangs war diese Vorrichtung nicht mehr als ein Strip-Chart-Schreiber mit einem beweglichen Stift,



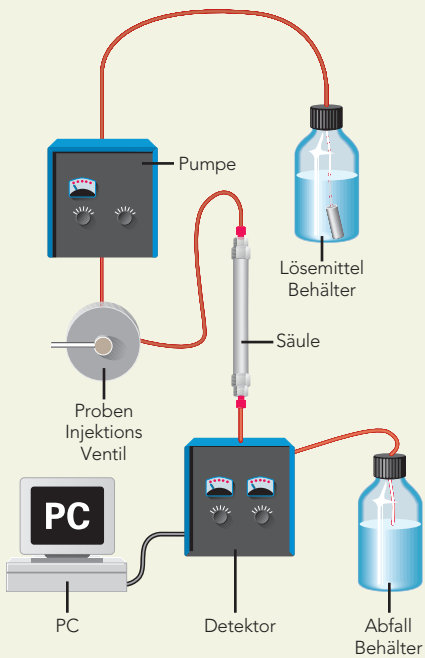
der auf das Signal des Detektors reagierte, und bei kontrollierter Vorschubgeschwindigkeit auf ein Stück Millimeterpapier schrieb. Dann wurden die Spitzen sorgfältig ausgeschnitten und das Papier wurde auf einer Waage gewogen (richtig...

gewogen), um semi-quantitative Daten zu erhalten. Heute besteht das Auswerte-System in der Regel aus einem Computer mit entsprechender Software. Diese übersetzt nicht nur das Signal des Detektors, sondern verarbeitet gleichzeitig die Daten digital, was weitaus mehr reproduzierbare Informationen ermöglicht und den Einsatz immer kleiner werdender Proben erleichtert.

Abfall-Behälter: Die letzte Komponente eines einfachen HPLC-Systems, der Abfall-Behälter, sammelt alle mobilen Phasen- und Probenkomponenten, nachdem sie das System durchlaufen haben und lagert sie sicher bis zur Entsorgung.

Betrachten wir die Einzelkomponenten im System

Abb. 13 Typisches HPLC System



Nun, da Sie die Grundlagen der wichtigsten HPLC-System-Komponenten kennen, lassen Sie uns den gesamten Prozess noch einmal betrachten. Zunächst wird eine mobile Phase vorbereitet, die die Pumpe dann durch das System bewegt. Dabei trifft sie auf die Probe und transportiert letztere zur Säule. Innerhalb der Säule reagieren die Bestandteile der Probe selektiv mit der mobilen und der stationären Phase und diese trennt sich in Molekülgruppen, die sich weiter durch die Säule bewegen. Wenn die Bestandteile der Probe die Säule verlassen, durchlaufen sie den Detektor, der die Komponenten „sieht“ und ein Signal an das Auswertesystem sendet. Dieses verarbeitet und speichert wiederum die Daten. Im Abfallbehälter sammelt sich nun die Flüssigkeit für die Entsorgung.

Anderes „System-Zeug“

Während ein HPLC-System nicht ohne die sieben Grundkomponenten auskommen kann, so funktioniert es ganz sicher mit mehr als diesen sieben Komponenten. Tatsächlich gibt es häufig verwendetes Zubehör und Komponenten, die die Leistung eines Standard-HPLC-Systems optimieren, einschließlich der Folgenden:



GRUNDLAGEN

Filter: Filter, die sich im Lösemittelvorrat und entlang des Fließwegs an zahlreichen Stellen befinden, spielen eine wichtige Rolle für die Aufrechterhaltung der Systemleistung. Sie verhindern, dass feste Partikel das System durchlaufen. Der fehlerhafte Gebrauch von Filtern kann die Beschädigung von System-Komponenten, erhöhten Zeitaufwand und schlechte chromatographische Ergebnisse nach sich ziehen. (Für nähere Informationen über Filter siehe Anhang ab Seite 54.)

Vorsäulen: Vorsäulen (Guard Columns) schützen die eigentliche analytische Säule. Sie sind kleine Ausführungen der Trenn-Säule und fangen Probenbestandteile ab, die sich ansonsten irreversibel an deren Innenseite binden würden. Die Vorsäule wirkt wie eine Versicherung für die primäre analytische Säule. Sie hilft, den meist kostspieligen Austausch zu verzögern.

Rückdruckregler (BPR): Ein Rückdruckregler (Back pressure regulator - BPR) wird meist zwischen Detektor und Abfall-Behälter positioniert. Er schafft einen definierten Rückdruck,

um ein Ausgasen der in der Flüssigkeit gelösten Gase zu verhindern. So wird Blasenbildung entlang des Fließpfades der mobilen Phase vermieden. (Blasenbildung in der Messzelle verursacht, das als Rauschen auf der Grundlinie des Chromatogramms bekannte Phänomen, welches die Genauigkeit der Analyse beeinflusst.) (Für weitere Informationen über Rückdruckregler siehe Anhang, Seite 57)

Vakuumentgaser: Ein Vakuumentgaser wird häufig zwischen dem/ den Lösungsmittel-Vorrat(en) und der Pumpe positioniert. Dieses Gerät wurde entwickelt, um gelöstes Gas aus der mobilen Phase zu extrahieren, bevor es die Pumpe erreicht. Auf diese Weise hilft es, die Gaskonzentration in der Lösung ausreichend niedrig zu halten, sodass beim Übergang der mobilen Phase vom Hochdruckbereich der Säule zum Niederdruckabschnitt der „Nachsäulen-Zone“ keine Blasenbildung entsteht. Wie bei Rückdruckreglern wird dadurch Basislinienrauschen vermieden und somit sowohl die chromatographischen Ergebnisse als auch die Reproduzierbarkeit verbessert.

Was gehört wohin?

Fittings sind Standard-Artikel zum Verbinden von Systemkomponenten. Sie können überall eingesetzt werden.



Wohl deshalb ist eine der am häufigsten gestellten Fragen „Wohin gehören all diese Fittings in meinem System?“ Mit anderen Worten: Woher weiß ich, was ich wo einsetzen soll?

Eine gängige Methode, zwischen Fittings zu unterscheiden, ist die Klassifizierung in ihre jeweilige Druckbeständigkeit. Das schränkt die Auswahl der Fittings basierend auf ihren Einsatzort im System ein.

Generell werden Fittings in „Niederdruck“ oder „Hochdruck“ unterteilt. Entsprechend verweist „Niederdruck“ meist auf Anwendungen oder Stellen in Ihrem System, bei denen der Druck des Fließweges 1.000 psi (ca. 70 bar) nicht übersteigt. „Hochdruck“-Bereiche können einen Fließweg-Druck aufweisen, der 6.000 psi (ca. 400 bar) übersteigt! (Einige Unterschiede zwischen Hoch- und Niederdruck-Fittings wurden bereits an früherer Stelle in diesem Handbuch behandelt.)

In einem HPLC-System gibt es in der Regel drei Druck-Zonen - jede davon mit ihrer Familie von Fittings. Die erste Zone befindet sich zwischen dem

Lösemittelvorrat und dem Einlass der Pumpe. Das ist typischerweise eine Niederdruck-Zone. Da die Pumpe die mobile Phase aus dem Vorrat in diesen Abschnitt zieht, entsteht dabei gewöhnlich etwas Unterdruck. Die Fittings, die in dieser Zone eingesetzt werden, sind im Allgemeinen kostengünstige Niederdruck-Fittings. Sie haben meist eine 1/4"-28 Flachboden-Geometrie und sind für 1/8"-OD-Schläuche ausgelegt. (OD = outer diameter, Außendurchmesser)

Die zweite Zone des Systems findet sich zwischen dem Auslass der Pumpe durch das Einspritzventil und die HPLC-Säule hindurch. In dieser Zone wird dem Flüssigkeitsstrom durch die stationäre Phase innerhalb der Säule entgegengewirkt. In der Folge erfährt die Pumpe höhere Gegendrucke genauso wie die Fittings.

In dieser zweiten Zone werden Fittings grundsätzlich als Hochdruck-Fittings klassifiziert. Sie verfügen meist über eine konische 10-32-Geometrie und sind mit Schläuchen von 1/16" OD (oder kleiner) anzuwenden. Da die Leistungsanforderungen an die Fittings in dieser Zone höher sind, sind die Herstellungskosten und der Anschaffungspreis in der Regel höher.

In der dritten Zone schließlich - vom aus der Säule austretenden Schlauch durch den Detektor bis hin zum Abfallbehälter - ist der Systemdruck in der

Regel nahe dem Umgebungsdruck. Leicht erhöhter Druck entsteht, wenn zusätzliche Komponenten verwendet werden (wie beispielsweise Rückdruckregler).

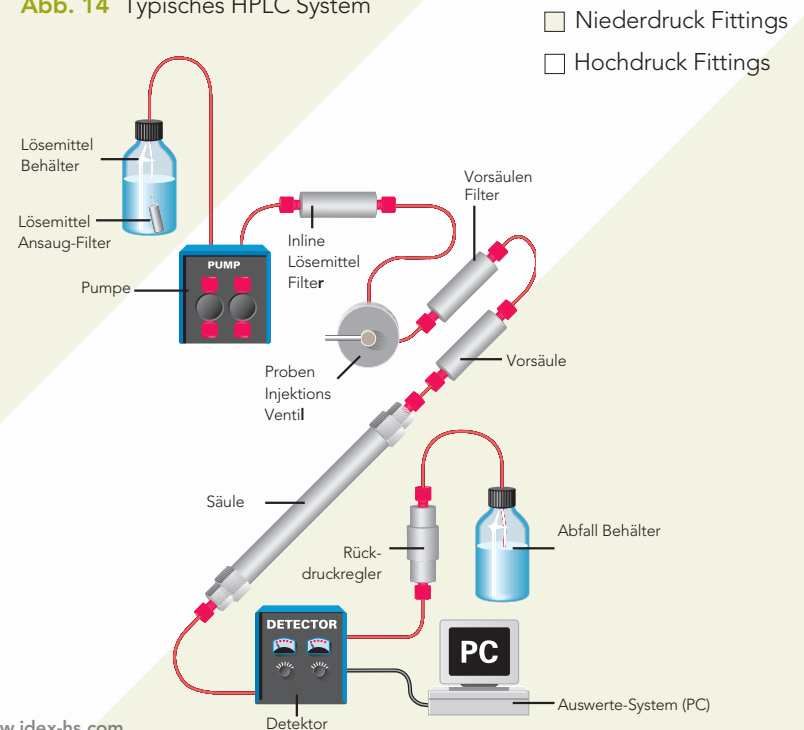
Da der Systemdruck in dieser dritten Zone generell gering ist, kann man bei diesen Fittings erneut von einer Standard 1/4"-28 Flachboden-Geometrie ausgehen. Sie werden mit 1/16" OD-Schläuchen verwendet.

Selbst wenn diese dritte Zone eine Zone niedrigeren Druckes ist, stellen viele Hersteller von HPLC-Systemen einen höheren Bedarf an Fittings mit

konischer 10-32-Geometrie für 1/16"-OD fest. Mehr als für jede andere Art von Fitting. Daher könnten die für diese Zone im Equipment verfügbaren Eingangsports den Gebrauch von „Hochdruck“-Fittings erfordern, selbst wenn der Innendruck niedrig ist.

Das folgende Diagramm zeigt ein „ausgestattetes“ HPLC-System, um zu veranschaulichen, wie sich ein System zusammensetzt - einschließlich der Information, welches Fitting an welche Stelle gehört.

Abb. 14 Typisches HPLC System



Populäre „Apps“ ...

Die klassische HPLC hat in den vergangenen Jahren technologische Fortschritte gemacht, welche die Welt der Chromatographie in verschiedene Richtungen verändert hat. Zwei dieser Techniken zählen zu den populärsten: mikroskalierte Chromatographie sowie UHPLC (Ultra High Performance Liquid Chromatography).

Große Dinge kommen in kleinen Paketen

Eine wichtige Weiterentwicklung waren mikro- und nanoskalierte Chromatographie-Methoden. Während in der HPLC 1/16" OD-Schläuche, Fließraten von 1 ml/min und Probengrößen von 20 µL gebräuchlich sind, ist die „kleinere“ Chromatographie für ganz andere „Standards“ bekannt: 360 Mikrometer (µm) OD-Schläuche, Fließraten von wenigen Mikrolitern oder darunter sowie Probengrößen im Nanoliter-Bereich.

Diese kleinere Skalierung erfordert eine erhöhte Aufmerksamkeit hinsichtlich der Qualität der Verbindungen. Bereits kleine Totvolumen

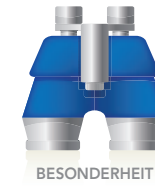
haben unter diesen Bedingungen enorme Auswirkungen auf Ihre Ergebnisse. Stellen Sie sicher, dass Ihr Schlauch gut geschnitten und vorbereitet ist (siehe Seite 44, Ausführung über die richtige Vorbereitung von Schläuchen). Auch vergewissern Sie sich, dass Sie die für diese Anwendung optimalen Fittings verwenden (siehe Seite 41, Anmerkungen zu Tücken beim Anschließen von Kapillar-Schläuchen sowie Tipps zur Herstellung guter Verbindungen mit Kapillar-Schläuchen). All dies wird die Qualität Ihrer chromatographischen Ergebnisse erheblich verbessern.

Kapillarschlauch-Verbindungen herstellen

Ein weiteres wichtiges Thema ist das rasant wachsende Gebiet der Kapillarschlauch-Verbindungen.

Da analytische Techniken und Anwendungen stetig geringer werdende Flüssigkeits-Volumen erfordern, muss auch der für den Fließweg vorgesehene Schlauch kleiner werden. Einige Richtlinien helfen bei Wahl und Verwendung der optimalen Konnektoren für Kapillarschlauch-Anwendungen.

Kapillarschläuche sind Schläuche mit einem Außendurchmesser von weniger als 1/16" OD (diese Schlauchgröße wurde ursprünglich in vielen HPLC-Systemen verwendet). Wenn die Fließraten sinken, wird häufig auch der Schlauch-Außendurchmesser (OD) und Innendurchmesser (ID) abnehmen, um eine konstant lineare Geschwindigkeit aufrecht zu halten.



Schlauchgrößen wie 1/32" OD und 360 µm OD werden mit zunehmender Häufigkeit in der Chromatographie und verwandten Methoden eingesetzt. Die Verwendung dieser Schlauchgrößen erfordert einige Überlegungen, die bei 1/16" OD-Schläuchen unnötig wären. Das wird besonders deutlich, wenn die kleineren Schläuche für Eingangs-Ports verwendet werden, die eigentlich für die größeren 1/16" OD-Schläuche ausgelegt sind.

Häufig versuchen Anwender, die vorhandene Hardware (z.B. Pumpen, Injektionsventile, sogar Säulen) an die Kapillarschläuche anzupassen. Das führt allerdings aufgrund der Geometrie und der Gesamtgröße der Eingangs-Ports zu unzähligen Problemen.

Abb. 15 Mögliches Tot-Volumina in Kapillar-basierten Anwendungen

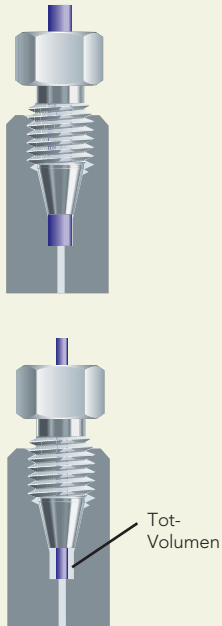
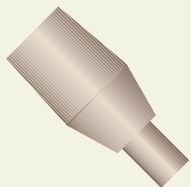


Abb. 16 Beispiel einer individuellen Ferrule



Wie bereits erwähnt, verfügen die Hochdruck-Eingangsports der meisten analytisch-skalierten Geräte über eine innere Geometrie, die 1/16" OD-Schläuche unterstützt. Das bedeutet, dass der Port eine innenliegende Tasche besitzt, in welche der 1/16" OD-Schlauch passt. Solange ein Schlauch mit demselben Durchmesser verwendet wird, ist ein von dieser Verbindung potentiell ausgehendes Totvolumen gering. Ist aber der eingesetzte Schlauch kleiner als der für den Eingangs-Port vorgesehene, kann sehr leicht ein Totvolumen entstehen. Dies ist gerade bei kapillar-basierten Anwendungen äußerst problematisch (siehe Abb.15). Es wurden zahlreiche Methoden entwickelt, kleinere Kapillarschläuche an den für größere OD-Schläuche bestimmten Eingangs-Port anzupassen. Die folgenden beiden Optionen gelten als die beliebtesten. Die erste Option beinhaltet maßgeschneiderte Ferrulen, die den für größere Schläuche eingesetzten Ferrulen ähneln. Sie verfügen über einen kleineren Loch-Querschnitt, wodurch der Kapillar-Schlauch besser aufgenommen werden kann. Zudem bieten die meisten für diesen Zweck genutzten Ferrulen eine in der Länge festgelegte Nase, die sich über den konischen Abschnitt der Ferrule erstreckt, um das Totvolumen in der Verbindung zu verringern. Allerdings müssen einige Nachteile beachtet werden.

Erstens: Individuell gebohrte Ferrulen können ziemlich teuer sein. Diese Produkte bestehen im Allgemeinen aus teuren Materialien und werden als Werkstücke gefertigt und nicht im Spritzgussverfahren hergestellt. Beides treibt die Kosten in die Höhe.

Zweitens – und weitaus wichtiger – schränkt ihre festgelegte Geometrie ihr Einsatzspektrum ein. Da die meisten Ports über voneinander abweichende innere Geometrien verfügen, kann der Einsatz von Ferrulen mit festgelegter Geometrie entweder eine gute Abdichtung verhindern oder leere Taschen im Eingangs-Port hinterlassen, in denen sich die mobile Phase und/oder die Probe sammeln könnten. Diese Totvolumen-Taschen führen zu Verschleppungen, „Split Peaks“ und Bandenverbreiterung. Bei derart kleinen Probenmengen und Fließraten, die in kapillar-basierten Anwendungen die Regel sind, spielen Totvolumen-Taschen eine große Rolle für die Qualität der Ergebnisse.

Glücklicherweise überwindet die zweite Option – der Einsatz einer speziellen Schlauchmanschette – beide durch die maßgeschneiderten Ferrulen hervorgerufenen Nachteile.

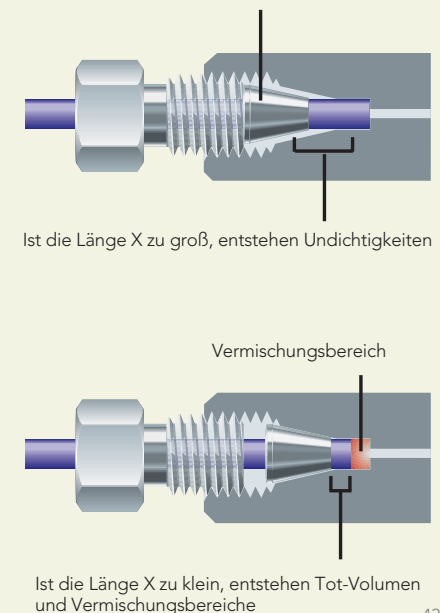
Schlauchmanschetten, auch „Tubing Sleeves“, haben generell einen festgelegten äußeren Durchmesser (in der Regel 1/16"), damit sie in Standard-Gewindeports passen. Da

die Manschette durch eine Ferrule geführt wird, bis sie an den Eingangs-Port stößt, wird die Schlauch-Tasche über der Ferrule vollständig ausgefüllt und Tot-Volumen vermieden.

Schlauchmanschetten bieten gleichzeitig verschiedene positive Nebeneffekte. Einer ist die strukturelle Unterstützung, welche die Manschetten der Außenseite des Kapillar-Schlauches liefern und damit eine Beschädigung der Kapillare vermeiden, wenn diese das Fitting verlässt. Weil Schlauchmanschetten aus extrudiertem Material hergestellt sind, können sie in einer Vielzahl



Abb. 17 Ferrule-Passung nicht korrekt



von Materialien angeboten werden. Darüber hinaus ermöglicht der Prozess des Extrudierens eine eher konzentrische Verbindung als präzises Bohren. Es findet eine genauere Ausrichtung von Schlauch und Durchgangsbohrung statt, wodurch weniger innere Turbulenzen und Vermischungsvorgänge entstehen. All dies auch noch zu geringeren Kosten.

Aus all diesen Gründen ist die Verwendung von Schlauchmanschetten die bevorzugte Methode um Kapillarschläuche an einen Eingangs-Port anzuschließen. Es sei denn, der Eingangs-Port ist speziell für die von Ihnen verwendete Schlauchgröße konzipiert!



Aber was ist mit den Fällen, in denen nicht einmal genug Platz für

Gewinde-Ports vorhanden ist, wie bei „Lab-on-a-Chip“ Methoden? Viele Anwender sind gezwungen, ihren Schlauch mit Klebstoff anstelle eines Fittings zu fixieren. Das führt zu einigen Problemen, einschließlich schwachem Halt des Schlauches sowie Wechselwirkungen zwischen der zu analysierenden Probe und dem Klebstoff (oftmals Epoxidharz).

Eine mögliche Lösung für dieses Problem ist das direkte Verbinden eines Gewinde-Ports mit der Oberfläche des Substrats. Dadurch wird das Klebemittel von der mobilen Phase oder der Probe isoliert. So kann das Schlauchmaterial zuverlässig mit einem Fitting verbunden werden - ganz ohne die Verwendung von Epoxidharz. IDEX Health & Science NanoPorts™ wurden speziell für diese Aufgabe entwickelt.

Quarzglas und Polymer-Kapillarschläuche schneiden

Neben der Auswahl der passenden Fittings müssen für das Herstellen zuverlässiger Verbindungen und für das Erzielen guter chromatographischer Ergebnisse noch weitere Dinge bedacht werden, insbesondere wenn Kapillarschläuche zur Anwendung kommen.

Das korrekte Zuschneiden der Kapillare ist ein zentrales Thema. Abhängig von der Art der Kapillare und dem verwendeten

Schneidewerkzeug kann der Effekt außerordentlich groß sein.

Nehmen wir als erstes Beispiel Quarzglas-Kapillarschläuche. Eine Methode, diese Schläuche zu schneiden ist, einen Glas-Keramik Schneider zu verwenden. Dieses Werkzeug besteht aus einem scharfkantigen Stück Keramik, das die Oberfläche des Quarzglas-Schlauches einkerbt. So kann die Kapillare an dieser

Einkerbung leicht abgeknickt werden. In der Theorie führt das zu einer guten Schnittqualität. In der Praxis aber zeigt sich oft ein anderes Bild. Bisweilen wird, wenn der Keramikschneider über die Kapillare gezogen wird, die Polymer-Hülle so beschädigt, dass das Quarzglas unter der Kraft der Klinge zerbricht. Zunächst sieht die Kapillare akzeptabel aus. Ist sie aber erst einmal in Gebrauch, könnten das Hüllenmaterial oder Teile des Quarzglases abbrechen und wichtige interne Durchgänge verstopfen. Zudem kann mit beschädigten Kapillarenden die Verwendung von Standard-Kompressions-Fittings zum totalen Zersplittern der Kapillare führen und in einem Leck, einer verstopften Systemkomponente oder einer Kombination aus beidem enden.

Eine gute Idee ist, den Schlauch im Gesamtumfang anzuschneiden, um eine gute, reproduzierbare Schnitt-Qualität auf dem



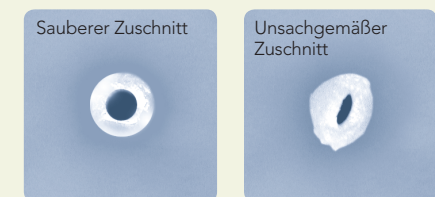
Quarzglas zu erreichen. Auch wenn das dafür benötigte Zubehör recht teuer ist, wiegen die Ergebnisse (und das Fehlen täglich auftretender Kopfschmerzen!) in der Regel die Kosten des Schneidegeräts auf. Außerdem ist es recht einfach zu bedienen. Interessanterweise gilt das Konzept, Schläuche im Gesamtumfang zu schneiden, auch für Polymer-Kapillaren. Allerdings aus anderen Gründen als bei Quarzglas-Kapillaren. Häufig sind die Innendurchmesser sehr klein, wenn eine

Polymer-Kapillare eingesetzt wird, – in einigen Fällen so klein wie 0,001“ (25 µm)! Bei solch kleinen Innendurchmessern ist es wichtig, die Durchgangsbohrung im Schlauch offen und mit dem Durchgang zentriert im Eingangsport zu halten, um einen Überdruck in der Verbindung zu vermeiden. Deshalb ist hier akkurates Schneiden besonders wichtig.

Wenn Sie die Kapillare schneiden, indem Sie diese einfach mit einer Klinge abtrennen, wird die Kraft die Klinge durch den Kunststoff drücken und damit den Innendurchmesser aus der Mitte verschieben oder reduzieren. Das Schneiden auf diese Art verursacht an Polymerkapillaren technisch keinen Schaden wie bei der Quarzglas-Variante. Es kann diese aber, abhängig vom Grad der Abweichung des Innendurchmessers, nahezu unbrauchbar machen. Um dieses Risiko zu vermeiden, ist es am besten, auch die Polymer-Kapillaren im gesamten Schlauchumfang zu schneiden. Die Vorteile der hierfür erforderlichen Werkzeuge wiegen, wie bei den Werkzeugen für Quarzglas-Kapillaren, die höheren Kosten auf.



Abb. 19 Zuschnitt von Polymer-Kapillaren



Den Druck erhöhen

Eine weitere wichtige chromatographische Entwicklung war die Einführung der UHPLC. Seit den Anfängen der UHPLC im Jahr 2004 haben zahlreiche Hersteller passende Ausrüstung und unterschiedliche Hardware sowie Zubehör für UHPLC-Anwendungen entwickelt.

Ein wichtiges Merkmal von UHPLC ist, dass die Ausrüstung bei sehr hohem Druck betrieben wird. Viele Systeme arbeiten bei einem Druck von oder

nahe 15.000 psi (~1.034 bar) – und einige Geräte überschreiten diese Grenze sogar! Natürlich belastet solcher hoher Druck die Verbindungen im System außerordentlich – besonders in der „Hochdruck“-Zone, wo der Systemdruck an seinem Maximum ist. Aufgrund des in der UHPLC anliegenden Drucks können bestimmte Probleme auftreten wenn Fittings und Schlauchverbindungen nicht so gut sind, wie sie sein sollten:

1) Rutschen des Schlauches

Bei minderwertigen Verbindungen mit sich bewegenden Kapillaren unterliegen Teile des UHPLC-Fließpfads einem enormen Stress. Dies sind z.B. Fittings, welche die Probenschleife mit dem Injektionsventil verbinden. Ist die Verbindung schlecht, werden in diesen Bereichen die Kapillarverbindungen nicht halten. Bei Rutschen der Kapillare tritt das Problem oft nicht

unmittelbar in Form eines Lecks auf – es handelt sich hierbei vielmehr um ein schleichendes Problem. Das sich stetig vergrößernde Totvolumen, welches durch langsames Herausrutschen der Kapillare aus dem Halt des Fittings entsteht, führt zu sich stetig verschlechternden chromatographischen Ergebnissen.

2) Ferrul-bezogene Schwierigkeiten

Durch den hohen Druck in UHPLC-Anwendungen, wurde wieder vermehrt auf Edelstahl-Fittings zurückgegriffen. Doch mit dem Einsatz von Edelstahl-

Fittings, treten auch ganz typische Probleme dieser Fittings-Art auf. Eines dieser Probleme ist die Höhe des Druckes auf die Schlauchwand

bei Verwendung von Metall-Fittings. Abhängig vom Drehmoment welches beim Anlegen der Verbindung angewendet wurde, drückt die Ferrule so stark auf die äußere Schlauchwand, dass der Innendurchmesser ebenfalls zusammen gepresst wird. Dadurch wird der Fließpfad eingeschränkt, was zu einer Drosselung der mobilen Phase und einer erhöhten Vermischung führen kann.

Ein weiteres Problem ist das Überdrehen einer Metall-Ferrule in einem metallischen Eingangsport. Aufgrund der wirkenden Kräfte kann die Ferrule etwas Metall von der Oberfläche des inneren Eingangs-Ports abhobeln. Dies

führt zu einem beschädigten Port, der undicht oder schwierig zu reparieren sein wird.

Probleme ergeben sich auch aus dem unsachgemäßen Gebrauch von Edelstahl-Fittings und zu festem Anziehen. All dies hat Auswirkungen auf die Qualität der Oberfläche des Eingangs-Ports. Das ist nicht nur ärgerlich, auch kann der Eingangs-Port durch die von der Ferrule bewirkten Kräfte verformt werden. Resultat kann ein Grat entlang der Innenoberfläche des Ports sein, aufgrund dessen darauf folgende Ferrulen nicht korrekt abdichten.

3) Personenschäden

So merkwürdig es auch klingt: durch unsachgemäße Verbindungen können Personen verletzt werden. Löst sich eine Kapillarverbindung unter UHPLC-Druck plötzlich, kann die unter enormen Druck austretende Flüssigkeit

Haut- und Gewebeverletzungen hervorrufen. Das Tragen von Schutzkleidung und die Einhaltung von Vorsichtsmaßnahmen helfen, unnötige Verletzungen zu vermeiden.

Aufgrund dieser Problemquellen in UHPLC-Anwendungen ist es wichtig, dass Sie Zeit, Aufwand und Ressourcen investieren, um zu gewährleisten, dass Sie in Ihrem gesamten System hochwertige Verbindungen hergestellt haben. Das Arbeiten mit den richtigen Fittings und deren ordnungsgemäßes Festziehen wird von unschätzbarem Wert für Ihre analytischen Ergebnisse sein.

Aber ich habe immer noch einige Fragen!

UHPLC ist eine sehr junge Technik. Daher gibt es einige recht häufig auftretende Fragen bezüglich des Herstellens hochwertiger Verbindungen. Gönnen wir uns eine Pause um die häufigsten anzusprechen:

Ich möchte für meine HPLC-Verbindungen Fingertight-Fittings (Fingerfest-Fittings) verwenden – kann ich diese auch für UHPLC-Verbindungen einsetzen?

Im Allgemeinen werden Standard-Fingertight-Fittings aufgrund des hohen System-Drucks in UHPLC-Anwendungen typischerweise nicht funktionieren. Gute Verbindungen in UHPLC-Anwendungen brauchen gewöhnlich entweder herkömmliche Edelstahl-Fittings oder Spezial-Fittings, die für UHPLC entwickelt wurden.

Kann ich Polymer-Kapillaren (z.B. aus PEEK-Polymer) in UHPLC-Anwendungen einsetzen?

Die meisten PEEK-Kapillargrößen (und Kapillaren aus anderen Polymer-Materialien) weisen Druck-Grenzen auf, die weit unter dem typischen Betriebsdruck von UHPLC liegen. Die an sich bekannteste und zugleich

gebräuchlichste Kapillarart für UHPLC sind Edelstahl-Kapillaren. Andere spezielle Kapillaren könnten ebenfalls funktionieren. Sichern Sie sich beim Hersteller sowie Ihrem Händler dahingehend ab, dass die Kapillaren für die Drücke Ihres UHPLC-Systems geeignet sind.

Benötige ich in meinem gesamten UHPLC-System spezielle Fittings?

Die Antwort ist komplizierter, da sich die meisten UHPLC-Systeme ausschließlich in der Hochdruck-Zone unterscheiden (für weitere Informationen bezüglich der verschiedenen Verbindungszonen siehe Ausführung auf Seite 46). Das bedeutet wahrscheinlich, dass Sie für den Übergang in die Hochdruck-Zonen der UHPLC spezielle Fittings benötigen. In Zonen niedrigeren Drucks werden die Fittings sehr wahrscheinlich Fittings der herkömmlichen HPLC ähneln.

Einige zusätzliche Tipps

Hier ein paar weitere Tipps zum Herstellen guter Verbindungen.

Welche Adapter kann ich verwenden?

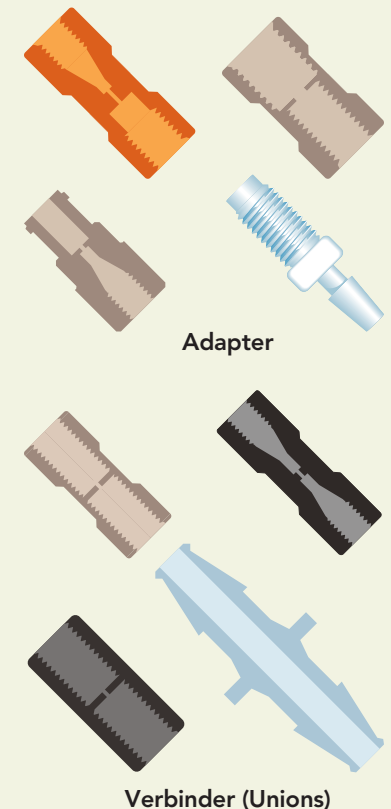
Bei der langen Liste der Ausstattungshersteller und mit all den verschiedenen Schlauchgrößen-Ausführungen sowie Gewindeport-Konfigurationen müssen Anwender häufig Adapter finden, um eine spezielle Schlauchverbindung herzustellen.



Bevor wir fortfahren, ist es wichtig, eine allgemeine „Faustregel“ zu etablieren: Verbinder sind in der Regel preiswerter als Adapter, obwohl sie zumeist ebenso wirksam funktionieren. Würde es daher nicht also Sinn machen, wo immer es möglich ist, Verbinder (Unions) einzusetzen?



Abb. 18 Adapter und Verbinder (Unions)



Oder doch nicht?

Oft werden Adapter zum Herstellen von Verbindungen verwendet. Ironischerweise sind diese häufig unnötig. Zum besseren Verständnis lassen Sie uns zwischen Adaptern und ihren Pendanten – den Verbindern (Unions) unterscheiden.

Grundsätzlich passen Adapter zwei verschiedenen Gewindearten/Port-Konfigurationen an, während Verbinder auf beiden Seiten über das gleiche Gewinde/die gleiche Port-Konfiguration verfügen.

Abbildung 18 zeigt verschiedene Verbindungstypen und klassifiziert diese in Adapter oder Verbinder.

Die eigentlich zu prüfende Frage ist:

Woher wissen Sie, wann Sie einen Verbinder (Union) einsetzen können?

Zunächst prüfen Sie, ob es sich um eine Nieder- oder Hochdruck-Verbindung handelt. Manchmal ist das nicht sofort offensichtlich, aber Sie können einige Annahmen machen.

Wollen Sie beispielsweise 1/16" OD PEEK-Schläuche mit einem Teil eines 1/8" OD FEP oder PFA-Schlauches verbinden, kann man sicher sagen, dass Sie eine Niederdruck-Verbindung herstellen. Tatsächlich spielt es nicht wirklich eine Rolle, welchem Druck der PEEK-Schlauch standhalten wird – die Verbindung ist durch die Höhe des Druckes begrenzt, den der weichere Schlauch halten kann.

Sobald Sie wissen, wie Sie den Druck Ihrer Verbindung einordnen, finden Sie heraus, was in dieser Klassifikation bei Ihrem Fitting-Lieferanten verfügbar ist. (Für Niederdruck-Verbindungen beispielsweise gibt es eine Reihe von Niederdruck-Verbindern (Unions) mit einer inneren 1/4"-28-Flachboden-Geometrie auf beiden Seiten. Sie werden auch auf andere verfügbare Optionen mit passendem M6 und 5/16-24 Innengewinde stoßen.)

Mit diesen Informationen im Hinterkopf finden Sie die Fittings, die zu Ihren Schlauchgrößen passen und außerdem mit den gegenüberliegenden Seiten eines verfügbaren Verbinders überein-

stimmen. Sind diese Fittings vorhanden, können Sie einen Verbinder verwenden, selbst wenn die Außendurchmesser Ihrer Schläuche unterschiedlich sind!

Lassen Sie uns das vorige Beispiel weiterführen: Eine Niederdruck-Verbindung zwischen 1/16" und 1/8"-Schläuchen. Die meisten Anwender, die diese Verbindung herstellen wollen, würden instinktiv nach einem Adapter suchen. Natürlich stellen viele Anbieter Adapter, für diesen Zweck her. Allerdings gibt es Anbieter, die 1/4-28-Flachboden-Fittings sowohl für 1/16" OD als auch 1/8" OD-Schläuche anbieten.



kostengünstiger Verbinder verwendet werden.

Das bedeutet, selbst bei verschiedenen Schlauchgrößen kann ohne Kompromisse bezüglich der Leistungsfähigkeit ein

Natürlich gibt es eine Reihe von Fällen, in denen ausschließlich ein Adapter funktionieren wird. Es ist allerdings die Mühe wert, verfügbare Produkte zu recherchieren, um zu ermitteln, ob ein Verbinder für Ihre Bedürfnisse in Frage kämen.

Was ist der große ID?

Ein weiteres Problem, ist die Wahl des richtigen Innendurchmessers für Ihre Anwendung. Da Anwendungen, die Kapillarschläuche nutzen, generell niedrige Fließraten und unglaublich geringe Probenmengen verwenden, besteht ein allgemeines Bestreben, den Innendurchmesser auf die kleinstmögliche Größe zu reduzieren. Während diese engen Wege der Flüssigkeit erlauben, so schnell wie möglich von Punkt A nach Punkt B zu gelangen, ist der Gegendruck entlang des Fließ-Pfades ein oft übersehener Punkt. Das ist wichtig, denn wenn der Systemdruck beim Einsatz von Polymer

Fittings zu groß wird, könnte der Schlauch entgegen der Haftreibung des Fittings herausspringen. Dies führt zu einem Leck und anderen unerwünschten Konsequenzen (z.B. System-Ausfall, Probenverlust). Auch wenn viele Faktoren zum Systemdruck beitragen können, hat der ID des Schlauches oft die größten Auswirkungen. Bitte beachten Sie den Abschnitt „Über den Druck sprechen“ auf Seite 58 im Anhang. Die nützliche Formel dort erlaubt Ihnen, den erwarteten Gegendruck in Ihrem Fließpfad zu berechnen.

Hohlraum-, Tot- und Hubvolumen... ein interessantes Konzept

Beim Herstellen von Verbindungen wollen Anwender oft Näheres bezüglich der Größe des „Totvolumens“ der Verbindung erfahren. Allerdings wollen die meisten mit der Frage nach dem Totvolumen tatsächlich nur wissen, wie viel Innenvolumen innerhalb einer Verbindung besteht. Und nicht, wie viel dieses Innenvolumens als „tot“ erachtet wird. Insbesondere drei Begriffe beschreiben das Innenvolumen eines Produktes: Totvolumen, Hubvolumen und Hohlraumvolumen.

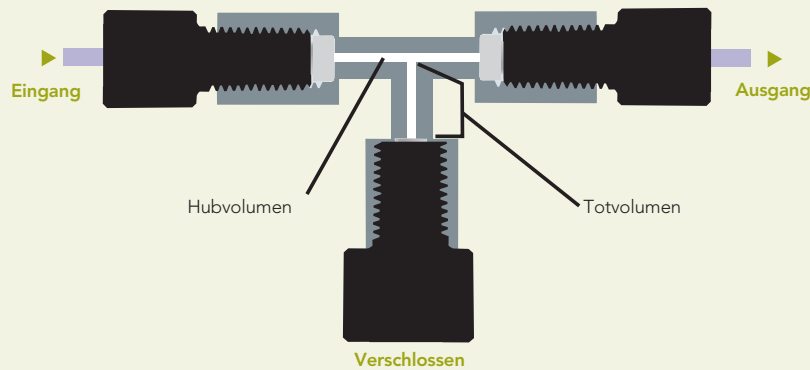
Aber was bedeuten diese Begriffe?

Totvolumen ist der Teil des Hohlraumvolumens, der außerhalb des Fließweges liegt. (Siehe Abb. 20, Seite 52.)

Hubvolumen ist der Teil des Hohlraumvolumens einer Verbindung, der direkt im Fließweg liegt. (Siehe Abb. 20.)

Hohlraumvolumen ist lediglich ein anderer Weg, das gesamte Innenvolumen zu beschreiben. Es wird als der Raum innerhalb einer Verbindung definiert, in welchem Flüssigkeit fließen kann.

Abb. 20 Interne Volumen-Definition



Mathematisch ausgedrückt: Addiert man Totvolumen und Hubvolumen, entspricht die Summe dem Hohlraumvolumen.

Hohlraumvolumen = Totvolumen + Hubvolumen

Totvolumen kann jedoch – vor allem in Kapillar-Verbindungen – einige absolut unerwünschte chromatographische Effekte zur Folge haben. Unter anderem:



GRUNDLAGEN

▶ Analyse-Verzögerung

▶ Verbreiterte Banden

▶ Schlechte Auflösung

▶ Proben-Verschleppung

▶ Geteilte Peaks (split peaks)

▶ Gasansammlung

Auch wenn Ihre Anwendung nicht Chromatographie-bezogen ist, kann Totvolumen zu Problemen führen, einschließlich:

▶ Proben Kontamination (Verschleppung)

▶ Auswertungs-Unschärfe

▶ Ausfällungs-Bereiche

Mit anderen Worten: Unabhängig von der Analysenmethode hat Totvolumen wahrscheinlich immer negative Auswirkungen.

Deshalb sollte man, zusätzlich zu den Anstrengungen das Volumen innerhalb der Verbindung auf einem Minimum zu reduzieren, auch das gesamte

Totvolumen aus der Verbindung eliminieren (sofern möglich).

Hohlraumvolumen = Hubvolumen (beides sollte SEHR klein sein!)

Ein hilfreicher Hinweis: Ein guter Weg, den größten Teil des Hohlraumvolumens auch als Hubvolumen zu behalten, ist, den Schlauch-Innendurchmesser so genau wie möglich an die Durchmesser der „Thru-holes“ in Ihrem Equipment anzupassen. Dadurch wird sichergestellt, dass die Flüssigkeit, wenn sie den Schlauch verlässt, komplett durch den gesamten inneren Durchgang fließt. Die Übereinstimmung im Durchmesser hilft auch dabei, Turbulenzen der durchströmenden Flüssigkeit zu verringern.

Das Ende der Geschichte

Es ist nicht einfach, all das, was man über Fittings wissen sollte, in ein kleines Buch zu packen. Wir hoffen aber, dass dieses Büchlein Ihnen bereits jetzt hilfreich war und künftig sein wird. Und zwar dann, wenn Sie in Zukunft etwas nachschlagen möchten.

Bei weiteren Fragen wenden Sie sich bitte an unsere Mitarbeiter im Kundenservice von IDEX Health & Science. Wir freuen uns auch auf Ihre Kommentare zu diesem Handbuch. Diese aktuelle Ausgabe enthält viele Verbesserungen, die aufgrund der Kommentare und Anregungen von interessierten Menschen wie Ihnen eingearbeitet wurden.

Anhang

Ich weiß, es ist kein Fitting, aber...

Während sich dieses Handbuch auf Fittings sowie das Herstellen hochwertiger Verbindungen konzentriert, gibt es weiteres nützliches Zubehör, das in der Chromatographie und verwandten Anwendungen eingesetzt werden kann. Zwei der gebräuchlicheren Accessoires sind Filter und Rückdruckregler (BPRs).

Filter, überall Filter!

„Wieso sollte ich überhaupt jemals einen Filter brauchen?“ könnten Sie sich fragen... und damit wären Sie nicht allein. Viele Anwender nehmen an, dass ihr Fließweg sauber ist, auch wenn das eigentlich nicht der Fall ist. Es gibt Bereiche, in denen der Einsatz von Filtern wichtig ist.



Partikel aller Art können in einen Flüssigkeitsstrom gelangen. (Nur, weil man sie nicht sehen kann, heißt das nicht, dass sie nicht da sind!) Staub, Feststoffe einer Probe und Dichtungsverschleiß sind Gründe, warum Filter wichtig sind!

Um zu verstehen, an welchen Stellen Ihres Systems Sie den Gebrauch von Filtern erwägen können, lassen Sie uns einen Blick auf die Bereiche werfen, in denen Filter in HPLC-Systemen verwendet werden:

Lösemittel-Inlet-Filter: Der erste Bereich, für Verunreinigungen im Flüssigkeitsstrom, ist das Lösemittel selbst. Ob es das biologische Material, das in Lösung geht, oder im Abfallbehälter gesammelte äußere Staubpartikel sind, es gibt zahlreiche Wege, wie große Partikel in den Lösemittelbehälter gelangen können. Schon im Vorratsbehälter selbst hilft ein Lösemittelmittel-Einlassfilter am Ende des Einlass-Schlauchs den Flüssigkeitsstrom frei von physikalischen Verunreinigungen zu halten. Das schützt die gesamte nachgelagerte Ausrüstung.

Ein weiterer nützlicher Bereich eines Lösemittel-Filters befindet sich am Ende eines Zuführungsschlauches für Helium-Begasung. (Begasung ist eine Technik, gelöste Gase aus der mobilen Phase zu entfernen.) Wenn ein Inlet-Filter zu Begasungszwecken eingesetzt wird, tut er zwei Dinge: Er verteilt das Helium effektiver während

er gleichzeitig von der Gasquelle stammende Partikel daran hindert, in die mobile Phase zu gelangen.

Inline-Filter: Partikel aus dem Dichtungsverschleiß der Pumpe und den Ventilmechanismen, können Verstopfungen und Fehlfunktionen verursachen, wenn sie im System verbleiben. Inline-Filter sind effektive „Versicherungen“ gegen solche Probleme. Wie ihr Name vermuten lässt, werden Inline-Filter „innerhalb“, also entlang des Fließwegs, eingesetzt, wo sie alle im Lösungsmittelstrom schwimmenden Partikel erfassen können. Dadurch werden oben genannte Schäden vermieden.

Neben dem Dichtungsverschleiß kann die Verunreinigung des Fließweges auch aus der Probe stammen. Zum Schutz gegen Partikel, die sich in der Probenmatrix befinden, wird häufig eine spezielle Form von Inline-Filter, ein sogenannter „Vorsäulenfilter“, eingesetzt. Unmittelbar vor der Säule platziert, kombiniert dieser eine effektive Filterung mit einer gleichzeitigen Minimierung möglicher Bandenverbreiterung, die manchmal in chromatographischen Anwendungen auftreten kann. Eine andere Art der aus der Probe stammenden Verunreinigung ist die chemische Verunreinigung, welche durch einen

speziellen chemischen Filter, die Vorsäule (Guard Column), entfernt werden muss. (Für weitere Informationen siehe Seite 37.)

In der Regel verwenden sowohl Inline- als auch Vorsäulenfilter Filtrationsscheiben, so genannte „Fritten“ (Frits). Diese sind in einer Vielzahl von Porositäten und Materialien erhältlich. Es gibt zahlreiche Möglichkeiten, den Filter für Ihre ganz bestimmte Anwendung zu spezifizieren.

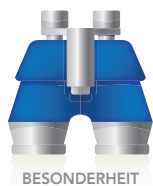
Ein wichtiges Kriterium bei der Auswahl einer geeigneten Vorsäule oder eines Inline-Filters – besonders wenn Sie mit mikro- oder nanoskalierten Anwendungen arbeiten – sind die Auswirkungen, die das Volumen des Filters auf die erzielten Ergebnisse hat. Durch ihren Aufbau sind Fritten sehr porös. Sie verfügen über relativ viel Volumen – zwischen 18% und 30%, abhängig von ihrer Porosität. Auch bei der Auswahl der richtigen Fritte und der richtigen Filter-Montage sollten Sie kritisch sein, denn sowohl die Verweilzeit der Probe im Fließweg als auch die vermehrte Neigung zu Turbulenzen beeinflussen sowohl Peakform als auch die Auflösung.

Schauen Sie sich für weitere Informationen über Entgasungsprozesse "Mobile Phase Degassing — Why, When, and How" von Dr. John W. Dolan, LC-GC Volume 17 Nummer 10, Oktober 1999 an.

Wie lange halten Filter?

Das ist eine oft gestellte Frage in Bezug auf den Einsatz von Filtern.

Leider gibt es keine Standard-Lebenszeit für Filter. Sie könnten über Monate sehr saubere Proben und mobile Phasen haben, ohne Ihre Filter zu wechseln - manchmal halten sie auch nur nur ein paar Tage. Alles hängt davon ab, wie sauber Ihre Flüssigkeiten sind und in welchem Zustand sich die in Ihrem System eingesetzten Dichtungen befinden.



Ein guter Tipp für die Laborpraxis ist, Ihre Filter und Fritten routinemäßig etwa alle sechs bis 12 Monate zu warten.

Es wird auch Zeiten geben, in denen Sie Ihre Filter oder Fritten zusätzlich zu den regulären Wechseln tauschen müssen. Aber woher wissen Sie, wann es an der Zeit ist, sie zu ersetzen? Hier bekommen Sie einige hilfreiche Tipps:

► **Wenn Sie bemerken, dass die Peaks später als erwartet kommen, könnte das der Indikator dafür sein, dass Ihre Pumpe nicht die richtige Menge dosiert.** Wenn die Pumpe ordnungsgemäß funktioniert und es keinen Hinweis auf ein Leck gibt, könnte der Lösemittel-Inlet-Filter verstopft sein und den Fluss zur Pumpe einschränken. Um das herauszufinden, entfernen Sie vorübergehend den Lösemittel-Ansaugfilter und wiederholen

einige Standard-Proben. Sollten die Analyse-Ergebnisse wieder normal ausfallen, ist wahrscheinlich, dass die Pumpe mit dem vorhandenen Filter nicht genügend Flüssigkeit ansaugt. Ersetzen Sie den Filter und beginnen Sie erneut mit Ihrer Analyse. Betreiben Sie Ihr System nicht zu lange ohne Lösemittel-Einlassfilter, denn dadurch könnten System-Schäden entstehen. Lösemittel-Filter sind in der Regel preiswert, zögern Sie also nicht mit dem Erneuern. (Erinnern Sie sich an das Sprichwort „Vorsicht ist besser als Nachsicht!“)

► **Ein erhöhter Systemdruck ist ein sicherer Indikator dafür, dass die Fritte Ihres Inline-Filters oder Ihres Vorsäulen-Filters ausgetauscht werden muss.**

Sowohl die Fritten Ihres Inline- als auch Ihres Vorsäulen-Filters sammeln Partikel aus dem Fließpfad. Je mehr Partikel sich angesammelt haben, desto weniger Raum steht dem Flüssigkeitsdurchfluss zur Verfügung. Möglicherweise muss die Pumpe für die gleiche Flüssigkeitsmenge stärker pumpen. Dadurch erhöht sich der Druck. Um tatsächlich feststellen zu können, ob ein Inline-Filter gewartet werden muss, prüfen Sie beginnend vom Ende Ihres Systems bis hin zur Pumpe die Fittings im Fließweg. Demontieren Sie diese nach und nach und beachten Sie dabei den Systemdruck. Fällt dieser plötzlich, suchen Sie nach dem beschränkenden Faktor, der sich als letztes im Fließweg befand. War es direkt vor einem Filter, ersetzen Sie die Fritten innerhalb des Filtergehäuses. (Lassen Sie Vorsicht bei der Durchführung dieses Tests walten, damit keine Chemikalien austreten.)

Reguliere mich!

Aufbauender Systemdruck erfordert Inline-Druckregelung. An dieser Stelle kommen Rückdruckregler (Back Pressure Regulators = BPRs) ins Spiel. Ein BPR schafft einen gleichbleibenden Innendruck, der unabhängig von der Fließrate oder Viskosität ist.

Warum benutzt man BPRs?

Es gibt zwei wesentliche Anwendungen, bei denen BPRs in HPLC-Systemen eingesetzt werden.

Erstere hilft dabei, Grundlinienrauschen im Chromatogramm vorzubeugen.

(Rauschen bezeichnet erratische Schwankungen der Basislinie.) Wenn Flüssigkeit durch Ihr System strömt, wird es in geringen Zeitabständen einige prägnante Druckänderungen durchlaufen. Gelöstes Gas kann im Fließweg Blasen bilden, wenn die mobile Phase dekomprimiert. Gelangen diese Blasen in die Fließzelle des Detektors, verursachen sie eine unregelmäßige Signaländerung im Detektor, was zum oben genannten „Rauschen“ führt. Dieses „Rauschen“ erschwert die Detektion kleiner Peakspitzen im Chromatogramm.

Gegen Blasen in der Fließzelle, gibt es zwei Lösungen: Entfernen Sie das

Gas aus der mobilen Phase oder verhindern Sie die Blasenbildung. BPRs entfernen nicht das Gas, können aber die Blasenbildung vermeiden.

Um einen BPR für diesen Zweck einzusetzen, positionieren Sie ihn einfach zwischen der Fließzelle des Detektors und



dem Abfallbehälter. Verlässt die Flüssigkeit die Säule, wird der BPR helfen, die mobile Phase weiter unter Druck zu halten, während diese durch den Detektor fließt. Das verhindert die Blasenbildung. Um den passenden BPR für Ihre Anwendung auszuwählen, behalten Sie die Druckgrenze der Detektor-Fließzelle im Auge. Ein BPR kann auch dazu beitragen, dass die Rückschlagventile (Check Valves) Ihrer Pumpe effizienter arbeiten. Viele Standard-Rückschlagventile sind schwerkraft-gesteuert und brauchen den System-Gegendruck, um gut zu arbeiten. Wenn Ihre Anwendung nicht genügend Gegendruck entwickelt, funktionieren die Rückschlagventile Ihrer Pumpe nicht ordnungsgemäß. Allerdings bringt der Einsatz eines BPR, direkt hinter der Pumpe (aber vor dem Rückschlagventil), diese Rückschlagventile dazu, schneller und effizienter zu arbeiten. (Hinweis: Bei den meisten HPLC-Anwendungen ist es unüblich, an dieser Stelle einen BPR zu verwenden, da heutige HPLC-Säulen genügend Rückdruck aufbauen.)



Sprechen wir über den Druck...

Manchmal ist es notwendig, vorher zu bestimmen, wie viel Druck in Abhängigkeit ihres Schlauchdurchmessers im System entstehen kann. Hier eine Formel, die wir als hilfreich erachten: (Ergebnis in psi angegeben):

$$\Delta P = \left(9.86 \times 10^{-8} \right) \left(\frac{F L V}{d^4} \right)$$

Mit: ΔP = Druckabfall in psi V = Viskosität in Centipoise (cp)
 F = Fließrate in mL/min d = Schlauchdurchmesser in cm
 L = Schlauchlänge in cm

Umrechnungsfaktoren

Einige nützliche Formeln:

Inch nach Millimeter:	Inch x 25,4 mm/inch
Inch nach Zentimeter:	Inch x 2,54 cm/inch
Inch nach Mikrometer:	Inch x 25,4 mm/inch x 1000 μ m/mm
Durchmesser in Inches nach Linear	(Inch/2) x 2,54 cm/in)2 x Volumen (μ L/inch) π x 2.54 cm/inch x 1000 μ L/cm3
Durchmesser in Inches nach Linear	(Inch/2) x 2,54 cm/in)2 x Volumen (μ L/cm) π x 1 cm/cm x 1000 μ L/cm3
Celsius nach Fahrenheit	(Celsius x 9 / 5) + 32
Fahrenheit nach Celsius	(Fahrenheit - 32) x 5 / 9
psi nach bar	psi x 0,06894757
psi nach Atmosphäre	psi x 0,06804596
psi nach MPa	psi x 0,00689476
psi nach torr	psi x 51,7150733

Information zu Polymeren

Bei vielen analytischen Anwendungen sind Fittings, Schläuche und Zubehör aus Polymeren nachweislich die bessere Wahl gegenüber Varianten aus Edelstahl. Untenstehend eine Informationssammlung zu einer Auswahl der meist verwendeten Polymere für analytischen Anwendungen.

Bitte beachten: Weitere Informationen zu Eigenschaften der aufgeführten Polymere finden Sie auf www.idex-hs.com/materials.

Delrin® (Acetal). Delrin weist eine ausgezeichnete chemische Beständigkeit gegenüber den meisten organischen und ph-neutralen Lösungsmitteln auf. Es eignet sich jedoch nicht für den Einsatz mit Säuren, Laugen oder Oxidationsmitteln. Der hohe Bruchwiderstand dieses Polymers ergibt ausgezeichnete, besonders verschleißfreie Gewinde und Gewindestärken.

Maximale Betriebstemperaturen:
 Fittings 60 °C; Schläuche N/A

FEP (Perfluor-Ethylen-Propylen) und PFA (Perfluoralkoxylalkan). Beide Polymere gehören derselben Familie an wie PTFE, und sind reaktionsträge zu fast allen HPLC-üblichen Chemikalien. Durch ihre relative Nachgiebigkeit und geringe Haltbarkeit hauptsächlich Verwendung bei Niederdruckanwendungen. PFA eignet sich für hochreine Anwendungen während FEP ein universell einsetzbares Material ist. FEP als auch PFA bieten eine gute Gewindestärke.

Maximale Betriebstemperaturen:
 Fittings FEP-N/A u. PFA-80 °C; Schläuche FEP-50 °C u. PFA-80 °C

Halar® ECTFE (Ethylenchlorotrifluorethylen). Halar gehört zur Familie der Fluorpolymere. Es bietet hervorragende chemische Beständigkeit, gepaart mit einer mechanischen Festigkeit, die vielen anderen Fluorpolymeren überlegen ist. Halar hat verglichen mit PTFE und ähnlichen Fluorpolymeren eine größere Widerstandsfähigkeit gegenüber Strahlung, was es zu einer guten Alternative für medizinische Anwendungen macht. Die glatte Oberfläche verbessert die Transparenz und verhindert das Ablösen von Mikropartikeln in den Flüssigkeitsstrom.

Maximale Betriebstemperaturen:
 Fittings N/A; Schläuche 50 °C

PCTFE (Polychlorotrifluorethylen). PCTFE besitzt eine ausgezeichnete chemische Beständigkeit. Es reagiert nur mit THF und ein paar halogenierten Lösungsmitteln. Dieses belastbare Fluorpolymer eignet sich ideal für Fittings und Oberflächenabdichtungen und bietet zudem gute Gewindestärken.

Maximale Betriebstemperaturen:
 Fittings 80 °C; Schläuche N/A

PEEK™ (Polyetherketone). Das PEEK Polymer ist das Flaggschiff unter den Poly(aryl) etherketon Polymeren. Hervorragende chemische Beständigkeit gegenüber fast allen gängigen Lösungsmitteln. Allerdings empfehlen sich folgende Lösungsmittel nicht für die Verwendung mit PEEK Polymer: Salpetersäure, Schwefelsäure, halogenierte Säuren wie Fluorwasserstoffsäure und Bromwasserstoffsäure (Salzsäure ist für die meisten Anwendungen zugelassen) sowie reine halogenierte Gase. Darüber hinaus ist aufgrund einer anschwellenden Wirkung Vorsicht geboten bei der Verwendung folgender Lösungsmittel in Verbindung mit PEEK Schläuchen: Methylenchlorid, THF und DMSO jeglicher Konzentration sowie Acetonitril in höheren Konzentrationen. Ausgezeichnete Gewindestärke.

Maximale Betriebstemperaturen:
 Fittings 125 °C; Schläuche 100 °C

Polypropylen. Polypropylen ist ein relativ weiches Polymer, welches allgemeine Verwendung in Niederdruckanwendungen und besonders häufig in IVD und ähnlichen Systemen findet. Polypropylen eignet sich sehr gut für wässrige Lösungen, jedoch sollte es nicht mit chlorierten, aromatischen, sowie mit einigen organischen Lösungsmitteln verwendet werden. Angemessene Gewindestärke.

Maximale Betriebstemperaturen:
 Fittings 40 °C; Schläuche 40 °C

PPS (Polyphenylensulfid). PPS ist ein nachgiebiges Polymer und bekannt für hohen Bruchwiderstand und sehr gute chemische Beständigkeit. PPS kann ohne Bedenken bei Raumtemperatur in Verbindung mit den meisten organischen, pH-neutralen bis pH-hohen, und wasserhaltigen Lösungsmitteln verwendet werden. Es ist jedoch nicht für den Einsatz mit chlorierten Lösungsmitteln, anorganischen Säuren oder jeglichen Lösungsmitteln bei erhöhten Temperaturen zu empfehlen.

Maximale Betriebstemperaturen:
Fittings 50 °C; Schläuche N/A

Radel R® (Polyphenylsulfon). Radel R ist ein amorphes Thermopolymer, welches mechanisch fest ist und eine gute chemische Beständigkeit bietet. Dieses Polymer widersteht autoklavierten Sterilisationszyklen ohne thermisch zu überlasten. Diese Eigenschaft, gepaart mit seiner Transparenz, macht Radel R-Schläuche zu einer ausgezeichneten Wahl für medizinische und andere Anwendungen, bei denen die visuelle Kontrolle unerlässlich ist. Radel R minimiert durch sein leicht angefeuchtetes Material Luftblasenbildung an den Innenwänden der Schläuche, die aus diesem Material gefertigt sind.

Maximale Betriebstemperaturen:
Fittings N/A; Schläuche 100 °C

ETFE (Ethylen-Tetrafluorethylen). Als Mitglied der Fluorpolymer-Familie besitzt ETFE eine ausgezeichnete Lösemittelbeständigkeit. Seine physikalischen Eigenschaften eignen sich ideal für anspruchsvolle Dichtungsvorrichtungen. Während die meisten gängigen Lösungsmittel nicht mit ETFE interagieren, sind einige chlorierte Chemikalien in Verbindung mit ETFE mit Vorsicht zu benutzen. ETFE besitzt eine gute Gewindestärke.

Maximale Betriebstemperaturen:
Fittings 80 °C; Schläuche 80 °C

UHMWPE (Ultrahochmolekulargewichtiges Polyethylen). UHMWPE ist ein beständiges fertigungstechnisches Polymer. Seine physikalischen Eigenschaften eignen sich ideal für allgemein wässrige Umgebungen. Es ist vorsichtig in stark organisch-basierten Anwendungen zu benutzen. Gute Gewindestärke.

Maximale Betriebstemperaturen:
Fittings 50 °C; Schläuche N/A

Ultem® PEI (Polyetherimid). Amorpher Thermoplast mit hoher Hitzebeständigkeit, hoher Festigkeit und einer breiten chemischen Beständigkeit. Schläuche aus Ultem bieten eine hohe Transparenz. Dieses Polymer widersteht verschiedenen Sterilisationsverfahren, wie z. B. wiederholtem Autoklavieren, Gammastrahlung, Ethylenoxid und trockener Wärme. Ultem erfüllt die Kriterien der ISO10993 Norm, der FDA und der USP Klasse VI Zertifizierung.

Maximale Betriebstemperaturen:
Fittings N/A; Schläuche 125 °C

Vespel® (Polyimid). Vespel Thermoplast bietet eine hohe Hitzebeständigkeit, hohe mechanische Festigkeit und breite chemische Beständigkeit in den häufigsten flüssigkeitschromatographischen Anwendungen. Es ist jedoch anfällig für pH-starke chemische Umgebungen. Vespel kann autoklaviert und mithilfe von Gamma-Strahlung sterilisiert werden. Vespel bietet inhärente Gleitfähigkeit und eignet sich daher als chemisch beständige Gleitfläche.

Maximale Betriebstemperaturen:
Dichtungskomponenten 200 °C; Schläuche N/A



Weitere Polymer-Infos finden Sie in der Tabelle auf der nächsten Seite. Oder laden Sie unsere App „Lab Assistant“ gratis bei iTunes.



Tabelle chemische Kompatibilität

Chemische Familie	DELIRIN®	HALAR®	PCTFE	PEEK™	PERFLUORELASTOMER	POLYPROPYLENE	PPS¹	RADEL® R	FEP / PFA²	TEFZEL®	UHMWPE	ULTEM®
	R	R¹	R	R	R	NR	R	M	R	R	NR	R
Aromate	R	R¹	R	R	R	NR	R	M	R	R	NR	R
Chlorierte	M	R	M	M	M	NR	M	M	R	R	M	M
Ketone	R	R¹	R	R	R	M	R	M	R	R	M	M
Aldehyde	R	R¹	R	R	R	R	R	M	R	R	R	M
Äther	R	M	M	M	M	NR	R	M	R	R	M	M
Amine	M	M	R	R	R	R	R	M	R	M	M	N/A
Aliphatische Lösungen	R	R	R	R	R	M	R	R	R	R	M	M
Organische Säuren	NR	R	R	M	M	M	R	R	R	R	M	M
Inorganische Säuren	NR	R	R	M	M	M	M	M	R	R	M	M
Basen	NR	R	R	R	R	R	R	R	R	R	R	M
Sulfatische Verbindungen	R	R	R	M	M	M	R	M	R	R	M	M
Gewindestärken*	Exzellent	N/A	Gut	Exzellent	N/A	Befriedigend	Exzellent	N/A	Gut	Gut	Gut	N/A
Max. empfohlene Betriebstemperatur. (°C)	60	N/A	80	125**	200***	40	50	N/A	80	80	50	N/A
Fittings	N/A	50	N/A	100**	N/A	N/A	N/A	100***	50	80	N/A	125
Schläuche	N/A	50	N/A	100**	N/A	N/A	N/A	100***	50	80	N/A	125

1 Chemische Beständigkeit für Anwendungen bei Raumtemperatur. Erhöhte Temperaturen führen möglicherweise zu einer signifikanten Reduktion der chemischen Beständigkeit.
 2 Auch wenn die chemische Beständigkeit von FEP & PFA quasi identisch ist, beachten Sie bitte die Unterschiede bei der Temperaturbeständigkeit.
 R Empfohlen
 M Einige Lösungen dieser Kategorie sind befriedigend, andere nicht. Zusätzlich kann die maximale Konzentration mit Produkttyp und Chemikalie variieren. Bitte kontaktieren Sie IDEXX Health & Science für weitere Infos.
 NR Chemikalien dieser Kategorie sind generell nicht zur Nutzung mit diesem Polymer empfohlen.
 N/A Information nicht verfügbar.
 * Scherfestigkeit
 ** In einigen Fällen können PEEK Fittings bei höheren Temperaturen eingesetzt werden. Bitte kontaktieren Sie IDEXX Health & Science für spezifische Informationen.
 *** Radel ist ein amorpher Polymer, dadurch ist die maximale Betriebstemperatur von Applikation und Chemie abhängig. In einigen Fällen kann sie höher als 100 °C sein.
 † Material aus Perfluorelastomer kann in Anwendungen mit hoher Temperatur verwendet werden. Dessen Einsatz ist typischerweise durch die Leistungsgrenzen der verwendeten Schläuche und Komponenten beschränkt.
 ‡ In einigen Fällen kann Acetonitril PEEK Schläuche zum Schwellen und sogar Platzen bringen. Seien Sie vorsichtig, wenn Sie höhere Konzentrationen von Acetonitril nahe dem Maximaldruck der eingesetzten Schläuche verwenden.

Wenn Ihre Fittings undicht sind

1. Vergewissern Sie sich, dass Ihr Schlauch fest sitzt. Beim Einsatz herkömmlicher Fingertight-Fittings muss der Schlauch im Eingangs-Port anstoßen, bevor Nut und Ferrule festgezogen werden. Wenn bereits ein sanfter Ruck Ihren Schlauch löst, nachdem die Fittings befestigt wurden, lösen Sie beide und versuchen Sie es erneut.

2. Das Fitting könnte nicht fest genug sein. Nuts und Ferrulen aus Edelstahl müssen gerade bei wiederholtem Gebrauch mit einem Schraubenschlüssel festgezogen werden. Fingertight-Fittings erfordern auch ein gutes Drehmoment, doch ein unsachgemäßer Gebrauch von Werkzeug könnte durch Überdrehen zur Beschädigung am Fitting führen. Daher sollte Werkzeug hier nur sehr vorsichtig angewendet werden.

3. Sie verwenden inkompatible Fittings. Vergewissern Sie sich, dass Sie miteinander kompatible Nuts und Ferrulen verwenden.

Anzeichen für System-Lecks

Bevor Sie die ersten Tropfen der mobilen Phase sehen, kann Ihr System Sie bereits vor Problemen warnen. Die häufigsten Zeichen eines System-Lecks sind:

1. Fehlender Fluss oder Druck
2. Hoher Pumpendruck, aber kein Fluss
3. Verrauschte Basislinie
4. Basislinien-Drift

Alle diese Symptome müssen nicht zwingend mit undichten Verbindungen zu tun haben. Es ist jedoch immer am einfachsten, mit dem Check der Verbindungen zu beginnen. Undichte Verbindungen sind in der Regel nicht nur leicht zu reparieren, sie sind auch die günstigste Reparaturoption.

Um dieses Problem zu vermeiden und die Kompatibilität sicherzustellen, verwenden Sie IDEX Health & Science Universal-Fingertight-Fittings. Da die Ferrule nicht durchgehend auf Ihren Schlauch drückt, kann in den meisten Systemen ein Fingerfest-Fitting für mehrere Zyklen verwendet werden.

4. Überprüfen Sie die Bedingungen im Dichtungsbereich. Nach wiederholtem Einsatz kann der „Dichtungsbereich“ eines Fittings (an der Spitze des Fittings oder der Ferrule) bis zu einem Punkt verformt werden, an dem keine Abdichtung mehr erfolgt. Daher empfiehlt sich, einen zusätzlichen Fitting-Vorrat bereitzuhalten, um unnötige Ausfallzeiten zu vermeiden.

5. Überprüfen Sie den Eingangs-Port auf Beschädigungen. Manchmal hat eine undichte Verbindung nichts mit der Nut und der Ferrule zu tun, sondern mit dem Eingangs-Port. Ports, in welchen Edelstahl-Fittings verwendet werden, sind besonders anfällig für Schäden. Untersuchen Sie diese auf sichtbare Gatte oder Kratzer und ersetzen Sie diese, wenn nötig.

6. Beurteilen Sie die chemische Kompatibilität. Der Einsatz von Fittings aus Material, das mit Ihrer mobilen Phase inkompatibel ist, erzeugt mit Sicherheit ein Leck. Bitte besuchen Sie die IDEX Health & Science-Website, www.idex-hs.com, für weitere Informationen zu chemischer Kompatibilität.

Glossar

Adapter

Eine Einheit mit verschiedenen Gewinden oder einer unterschiedlichen Geometrie an jedem Ende. Wird in der Regel verwendet, um zwei verschiedene Schlauch-Arten miteinander zu verbinden

Rückdruckregler (BPR)

Eine Einheit, die nach dem Detektor eingesetzt wird, um positiven Druck in der Fließzelle zu halten wodurch Probleme der Lösemittelausgasung im Detektor minimiert werden.

Biokompatibilität

Verweist auf die besondere Qualität einiger Materialien, die es erlaubt, mit biologischem Material in Kontakt zu kommen, ohne die Bioaktivität des Materials zu verändern.

Kapillar-Schlauch

Verweist oft auf Schläuche, die kleiner als 1/16" OD sind; häufig in kombinierten analytischen Systemen wie LC-MS eingesetzt.

Rückschlagventil / Check Valve

Eine Einheit, die im Flüssigkeitsstrom den Fluss in nur eine Richtung zulässt.

Chromatogramm

Eine graphische Darstellung, die Änderungen der Signalintensität eines Detektors zeigt und häufig in der quantitativen Analyse angewandt wird.

Säule/ Column

Eine spezielle Einheit, gepackt mit kleinen, chemisch-aktiven Partikeln, stationäre Phase genannt. Hier findet die Trennung der Probe statt.

Kreuzverbinder

Eine x-förmige Einheit zur Verbindung von vier Schlauchstücken.

Totvolumen

Der Teil des Volumens innerhalb einer Verbindung, der nicht Teil des Fließwegs ist; Gegenteil von Hubvolumen.

Detektor

Eine maßgebliche analytische System-Komponente, die die Probenkomponenten „sieht“, während diese nach der Säule von der mobilen Phase befördert werden.

End-Fitting

Das Fitting am Ende der Säule zum Verbinden von Schläuchen mit der Säule. Zudem fixiert das End-Fitting die Fritte, damit die Säulenfüllung innerhalb der Säulen verbleibt.

Äußere Kompression

Verbindungsmethode, die die meisten Fitting-Systeme in der der instrumentellen Analytik verwenden. Nahezu eine universelle Verbindungsmethode, wenn starre oder halbstarre Schläuche benutzt werden.

Ferrule

Ein konischer Ring zur Abdichtung zwischen einem Teil des Schlauchs und einem Eingangs-Port. Ferrulen müssen nahezu immer in Verbindung mit einer bestimmten Sorte Nut eingesetzt werden.

Fingerfest / Fingertight

Ein spezielles Fitting, entwickelt von Upchurch Scientific, welches ohne Gebrauch eines Schraubenschlüssels festgezogen werden kann.

Filter

Ein System-Zubehör, zur Aufrechterhaltung der Systemleistung, indem es feste Partikel davon abhält, den Fließweg zu durchlaufen und sensible Komponenten zu beschädigen.

Fittings

Bauteile, die Schläuche mit verschiedenen Komponenten in einem Analysesystem verbinden.

Flansch-Fitting / Flanged Fitting

Ein Fitting, das in Anwendungen mit niedrigerem bis mäßigem Druck eingesetzt wird. Das Fitting wird geflanscht, oder spreizt das Schlauch-Ende bevor es eingesetzt wird. Oft mit 1/4-28 oder M6 Flachboden-Fittings verwendet.

Flanschlos-Fitting / Flangeless-Fitting

Ein spezielles Fitting, um Flansch-Fittings zu ersetzen. Durch den Gebrauch von Nut und spezieller Ferrule wird eine Dichtung am Schlauch dort hergestellt, wo traditionell Flansch-Fittings notwendig wären.

Vorsäule

Ein Systemzubehör, entwickelt um die eigentliche analytische Säule vor einer Beschädigung durch Probenkomponenten zu schützen, die sich irreversibel an die stationäre Phase binden würden.

HPLC

Kurzbezeichnung für eine analytische Technik, bekannt als High Performance Liquid Chromatography (Hochleistungsflüssigkeits-Chromatografie), weltweit in vielen Laboren angewandt.

Glossar

Injektionsventil

Ein spezielles Ventil, um eine kontrollierte Probenmenge zur Analyse in die mobile Phase zu führen, während es wenig bis keine Störungen im System verursacht.

Mobile Phase

Chemische Lösung, die bei der Probenanalyse durch ein analytisches System gepumpt wird.

Rauschen

Unregelmäßige Signalschwankungen auf der Basislinie eines Chromatogramms.

Nut

Ein gebräuchlicher Ausdruck, um die Gewinde-Teile eines Fitting-Systems zu beschreiben.

OEM

Eine Abkürzung, welche für "Original Equipment Manufacturer" (Erstausrüster/Hersteller von Geräten) steht.

Pumpe

Primäres Teil eines analytischen Systems, das die mobile Phase aus dem Vorrat saugt und durch den Rest des Systems drückt.

Eingangs-Port

In der Regel eine Öffnung mit Gewinde, in welche ein Fitting eingefügt wird, um den Fließweg-Schlauch an dessen Platz zu halten. Niederdruck-Ports haben typischerweise eine Flachbodengeometrie, Hochdruck-Ports verfügen meist über eine konische Geometrie.

Rekorder

Maßgebliche Komponente eines analytischen Systems, welches das vom Detektor generierte Signal in ein Signal-Zeit-Diagramm übersetzt; meist ein Computer.

Vorrat (oder Flüssigkeitsvorrat)

Meist eine Glas- oder Plastikflasche, welche die mobile Phase beinhaltet.

Edelstahl / Stainless Steel

Speziell auf ihre Korrosionsbeständigkeit entwickelte Stahl-Legierungen. Die verschiedenen Sorten – vorwiegend AISI 316 (V4A) – werden verwendet, um chemisch resistente Hochdruck-HPLC-Fittings und Rohre herzustellen.

Stationäre Phase

Kleine, chemisch-aktive Partikel dicht in einen speziellen Rohr gepackt, bekannt als Säule, mit oft einer der mobilen Phase entgegengesetzten chemischen Umgebung.

Quetschen (Quetschverbindung)

Permanentes Verbinden einer Ferrule (üblicherweise aus Edelstahl) mit einem Schlauch.

Hubvolumen

Die Menge des Volumens innerhalb einer Verbindung, die Teil des Fließwegs ist; Gegenteil von „Totvolumen“.

T- oder T-Stück

Eine T-förmige Einheit, die drei Schlauchenden miteinander verbindet.

Gewindesteigung

Standardisierter numerischer Wert, der beschreibt, wie nah sich Windungen auf einem Fitting beianander befinden; Englische Gewinde haben eine Gewindesteigung, die die Anzahl der Windungen per Inch beschreibt, wohingegen metrische Gewinde durch den Abstand zwischen den Windungen in Millimeter beschrieben werden.

Schlauchmanschette / Tubing Sleeve

Ein kurzes Stück Schlauch über einem Kapillar-Schlauch, das letzterem erlaubt, erfolgreich mit einem für größere Schläuche bestimmten Port verbunden zu werden.

UHPLC

Abkürzung für „Ultra High Performance Liquid Chromatography“. Chromatographische Trenntechnik, bei welcher der Innendruck 15.000 psi (~1.034 bar) erreicht oder überschreitet.

Hohlraumvolumen (oder Innenvolumen)

Die Gesamtsumme aus Totvolumen und Hubvolumen in einer Verbindung.

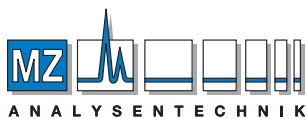
Abfall-Behälter

Die letzte Komponente eines analytischen Standard-Systems, das sicher die mobile Phase und Proben-Komponenten sammelt, nachdem sie analysiert wurden.

Über den Autor

John Batts, langjähriger Mitarbeiter von IDEX Health & Science, verfügt über umfangreiche Erfahrung mit HPLC und verwandten Techniken – als Laborant, als HPLC-Außendienstmitarbeiter sowie als technischer Spezialist. Mit seiner Leidenschaft für das Erklären und Unterrichten besitzt er die Gabe, schwer verständliche Konzepte und Materialien unterhaltsam und spannend darzustellen. Schon die Erstausgabe dieses Handbuchs stammt aus seiner Feder. Mit der nun vorliegenden aktualisierten Fassung hat er sich wieder dem Schreiben zugewandt.

Derzeit lebt er mit seiner Familie im pazifischen Nordwesten der USA.



MZ-Analysentechnik GmbH
Barcelona-Allee 17 • D-55129 Mainz
Tel +49 6131 880 96-0
Fax +49 6131 880 96-20
e-mail: info@mz-at.de
www.mz-at.de

AUTHORIZED DISTRIBUTOR

IDEX Health & Science GmbH

Futtererstraße 16, 97877 Wertheim, Deutschland

Tel: +49 1801 808 800 · Fax: +49 9377 1388

E-mail: CustomerService.hsEurope@idexcorp.com

www.idex-hs.com