

Gehaltsbestimmung in der GPC

DR MARTINA ADLER

Problemstellung

Polymerproben enthalten oft verschiedene Oligomere, Additive, Restmonomere oder Lösemittelreste. Die Kenntnis des entsprechenden Anteils kann beispielsweise für die Produktfreigabe von entscheidender Bedeutung sein. In solchen Fällen muss neben der Bestimmung der Molmassenverteilung auch eine Gehaltsbestimmung der Bestandteile durchgeführt werden.

Frage

Ist es möglich, mit nur einer Analysenmethode sowohl die Molmassenverteilung eines Polymeren als auch den Gehalt der Probenbestandteile zu bestimmen? Welche Voraussetzungen müssen dafür erfüllt sein und wie wird die Gehaltsbestimmung durchgeführt?

Antwort

Da in der GPC/SEC die Separation nach Molekülgröße erfolgt, ist es meist kein Problem, niedermolekulare Substanzen von höhermolekularen zu trennen. Wenn diese Voraussetzung erfüllt ist, können die entspre-

chenden Anteile durch die Auswertung der Peakflächen bestimmt werden. Da die Detektorresponse substanzabhängig ist, kann ein einfacher Flächenvergleich zu falschen Ergebnissen führen. In der Chromatographie gilt für alle Messsignale von Konzentrationsdetektoren (z.B. RI und UV):

Signalfläche (A) = Probenkonzentration (c) * Responsefaktor (F)

Soll eine exakte Bestimmung durchgeführt werden, ist somit zunächst die Ermittlung der Responsefaktoren notwendig. Durch Erstellen einer Konzentrationsreihe für jede Substanz (mit geeigneten Referenzproben) und Korrelation der Konzentration mit der Peakfläche, kann dieser Faktor ermittelt werden.

Bei der Auswertung geht man dann wie folgt vor: Auswerten des Polymerpeaks und Berechnung der Molmassenverteilung und danach die Integration der Peaks (z.B. P1, P2, P3 und P4). Die Konzentrationen werden wie folgt berechnet:

$$\blacksquare c(P_x) = A(P_x)/F(P_x), \quad x=1,2,3 \text{ und } 4$$

Fazit

■ Mit der GPC/SEC kann parallel eine Bestimmung der Molmassenverteilung und eine Quantifizierung der Probenbestandteile (z.B. Additive, oder Restmonomere) durchgeführt werden.

■ Für eine exakte Konzentrationsbestimmung ist die Kenntnis der Responsefaktoren für jede zu untersuchende Substanz notwendig.

■ Wenn die zu untersuchenden Probenbestandteile in der GPC/SEC gut voneinander separiert werden, sind keine zusätzlichen Analysen mit anderen Methoden notwendig. Dies erspart eine aufwändige Probenvorbereitung (z.B. Extraktion) zusätzlichen Zeitaufwand und weitere Geräte.

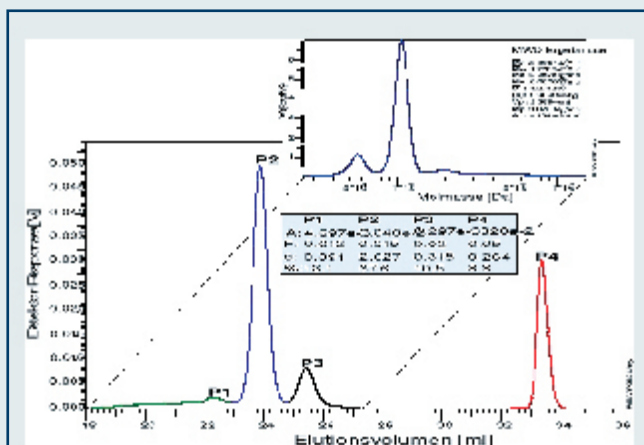
■ Mit geeigneten Softwarepaketen können alle gewünschten Auswertungen schnell und automatisiert durchgeführt werden.

+49 (0) 61 31 / 962 39-0

InfoClick

237903

Die nächste Ausgabe beschreibt die Zulassung von Produkten.



Auswertung einer multimodalen Polymerprobe mit Molmassenverteilung und quantitativer Bestimmung aller Probenbestandteile.