

Zulassung von Polymerprodukten

FRIEDHELM GORES, PSS

Problemstellung

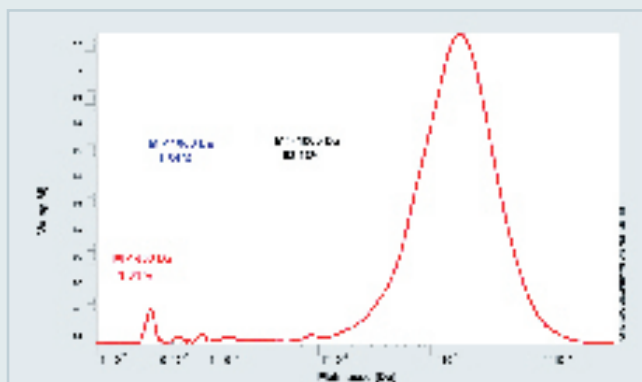
Polymere zeichnen sich gegenüber Reinsubstanzen durch eine Molmassenverteilung aus. Mithilfe verschiedener Messmethoden (Lichtstreuung, Osmometrie oder Ultrazentrifuge) kann nur eine mittlere Molmasse der Polymerprobe bestimmt werden. Dieser Integralwert der Molmassen setzt sich jedoch aus „Beiträgen“ unterschiedlicher Molmasseninkremente zusammen. In vielen Fällen ist jedoch die Kenntnis der kompletten Molmassenverteilung des polymeren Produktes wichtig. Wichtig dabei ist, dass der Anteil an niedermolekularen Komponenten nicht vorhanden bzw. möglichst gering ist.

Frage

Ist es möglich, aus der Molmassenverteilungsinformation die relativen Massenanteile innerhalb eines selbst definierten Molmassenbereiches zu ermitteln? Welche Voraussetzungen an die GPC/SEC-Trennung sind zu erfüllen? Was ist bei der Auswertung und Ergebnisdokumentation zu beachten?

Antwort

Bei der GPC/SEC-Trennmethode erfolgt die Separation nach Molekülgröße. Aufgrund des Trennmechanismus eluieren die großen Moleküle als erstes gefolgt von den kleineren. Man erhält daher zunächst ein Eluogramm für die Probe, bei dem die Detektorresponse gegen das Elutionsvolumen (Elutionszeit) aufgetragen ist. Mithilfe einer Kalibration mit polymeren Standards lassen sich über die sog. Streifenmethode die mittleren Molmassen berechnen und auch die differenzielle Molmassenverteilung generieren. Wichtig ist, dass die Kalibrationskurve auch mit Molmassenstandards belegt ist, die für den späteren Auswertebereich der Proben relevant sind. Bei der Fragestellung ist auch sicherzustellen, dass Systempeaks (Salz, Peroxid u.a.), die von der mobilen Phase herühren sauber von der Probe separiert werden. In diesem Zusammenhang ist es ratsam und sinnvoll, auch einen Blindwert (reiner Eluent) zu messen. Dabei ist zu beachten, dass die Basislinie bis zur Trennschwelle gesetzt wird. Weiterhin sind die Integrationsgrenzen so zu setzen, dass auch der „niedermolekulare Bereich“ erfasst wird. Im Plot sollte der Bereich bis etwa 100 Da auf jeden Fall sichtbar sein.



Auswertung einer Polymerprobe mit Angabe der prozentualen Massenanteile $M < 500$ Da und $M < 1000$ Da.

Fazit

■ Mit der GPC kann parallel eine Bestimmung der kompletten Molmassenverteilung und eine Bestimmung der prozentualen Massenanteile von Molmassen $M < 500$ Da und $M < 1000$ Da durchgeführt werden.

■ Die Bestimmung erfolgt aus der differentiellen Molmassenverteilung über Integration der entsprechenden Molmassenbereiche.

■ Eine gute Separation von Probenbestandteilen mit kleiner Molmasse ist Voraussetzung. Dabei muss die Kalibration im niedermolekularen Bereich gut belegt sein.

■ Neben den relativen Massenanteilen können alternativ oder zusätzlich auch noch die mittleren Molmassen jeweils in den definierten Molmassenbereichen berechnet werden (Multibereichsauswertung). Mit geeigneten Softwarepaketen wie z.B. PSS WinGPC können alle gewünschten Auswertungen schnell und automatisiert durchgeführt werden.

+49 (0) 61 31 / 9 62 39 - 50

laborpraxis.de

InfoClick
242404

Die nächste Ausgabe beschreibt den Einfluss der Flussrate.