

Probenvorbereitung, so wichtig wie ein gutes GPC-System

Problemstellung

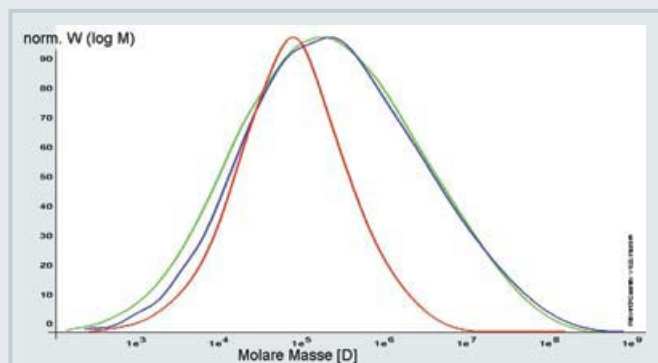
Wer Polymere akkurat mit der GPC untersuchen will muss sicherstellen, dass man auch „auf die Säule bringt“, was man messen will.

Frage

Wie sieht es in der Praxis aus, wenn sichergestellt werden soll, dass eine einzeln solvatisierte Polymerkette, bei der Analyse noch in ihrem ursprünglichen Zustand vorhanden ist?

Antwort

Die Repräsentanz für eine Probe ist Voraussetzung. In der Regel bedeutet dies, dass die Probe homogenisiert wird, um einen möglichst statistischen Querschnitt zu bekommen. Dabei sollte eine möglichst hohe Oberfläche durch Zerkleinern erzielt werden, im Idealfall bis hin zum Pulver. Häufig wird dazu eine Schneidmühle verwendet. Zu beachten ist, dass das Polymer dabei extrem geschert wird und sich dadurch verändern kann. Abbildung 1 zeigt das am



1 Hochmolekulares Polypropylen, rot: ohne Kühlung zerkleinert, blau: mit Kühlung zerkleinert, grün: Probe vollständig in Lösung

Beispiel eines hochmolekularen Polypropylens. Wird ohne Kühlung zerkleinert, so entwickeln sich Temperaturen, die das Material zum Schmelzen bringt, was extreme Scherung zur Folge hat. Konsequenz ist ein deutlicher Abbau der Probe. Kühlt man das Polymer dagegen mit flüssigem Stickstoff, so kann es ohne Zersetzung zerkleinert werden.

Angenehme Nebeneffekte: die höhere Oberfläche ermöglicht kürzere Lösezeiten (Eine Stunde anstelle von drei Stunden bei 160 °C) und der thermische Abbau wird reduziert.

Wird eine Probe durch hohe Temperaturen beim Lösen nicht belastet, so gilt, je länger, desto besser. Das Beispiel von Chitosan zeigt, dass man durch zu kurze Lösezeiten möglicherweise hochmolekulare Anteile nicht detektiert.

Fazit

Probenvorbereitung in der GPC:

- Der polymere Anteil der Probe muss vollständig in Lösung sein.
- Die Probe muss repräsentativ sein.
- Ähnliche Proben müssen immer gleich vorbereitet werden (Vergleichbarkeit der Ergebnisse).
- Wenn Temperatur zum Lösen benötigt wird, dann so niedrig wie möglich. (Siedepunkt des Lösemittels etwa 25 bis 50 °C höher als die GPC-Betriebstemperatur)
- Starkes Bewegen beim Lösen der Probe vermeiden (nur leichtes Rühren oder Schütteln, mit Ultraschall oder Mikrowelle „depolymerisieren“).
- Lösemittel darf das Polymer nicht zerstören.
- Das Lösemittel muss zur GPC „passen“ (dn/dc größer als 0,05, Transmission UV, IR o.ä. größer als 10 Prozent).
- Bei molmassensensitiven Detektoren muss die eluierte Masse bekannt sein (Wasseranteile entfernen, Salzreste auswaschen, unlösliche Anteile abfiltrieren, Probe rückwiegen).

☎ Tel. +49 (0) 61 31 / 9 62 39 - 31