

# Thermische Feld-Fluss-Fraktionierung: Eine leistungsfähige Methode zur Charakterisierung von synthetischen Polymeren

Dr. Gerhard Heinzmann

Postnova Analytics GmbH

Bei der Thermischen Feld-Fluss-Fraktionierung, auch kurz als TF3 bezeichnet, wird als Feld ein Temperaturgradient verwendet. Der Trennkanal der Thermischen Feld-Fluss-Fraktionierung besteht aus einer oberen, beheizten Platte und einer unteren Platte, die gekühlt wird. Dabei können Temperaturunterschiede von bis zu 120 °C erreicht werden. Durch diesen Temperaturgradienten werden die Moleküle während der Elution aufgetrennt. Die TF3 eignet sich vor allem für die Auftrennung und Charakterisierung von synthetischen Polymeren in organischen Lösungs- und Laufmitteln wie z.B. Tetrahydrofuran (THF) und Toluol.

Bei der Thermischen Feld-Fluss-Fraktionierung wird die Trennkraft durch den Temperaturgradienten bestimmt – je höher die Temperaturdifferenz zwischen den beiden Platten des Trennkannals ist umso stärker ist die Trennkraft. Um eine optimale Trennung zu erreichen, kann daher die Temperaturdifferenz über der Elutionszeit verändert werden. Meist wird die Trennung mit einer hohen Temperaturdifferenz begonnen und diese dann entweder linear oder exponentiell auf einen geringen Wert oder auf Null heruntergefahren. Abbildung 2 zeigt die Trennung mehrerer eng verteilter Polymerstandards mit der Thermischen Feld-Fluss-Fraktionierung.

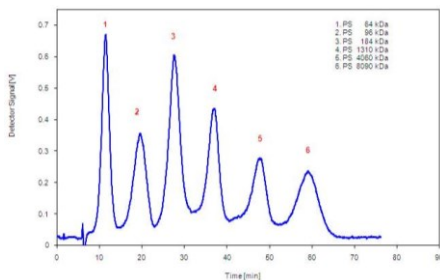


Abb. 2: Trennung mehrerer, eng verteilter Polymerstandards mit der Thermischen Feld-Fluss-Fraktionierung.

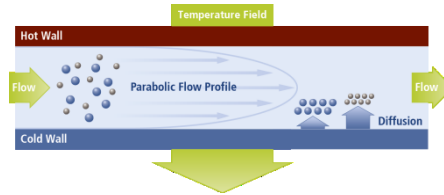


Abb. 1: Prinzip der Thermischen Feld-Fluss-Fraktionierung

Wird nach der Trennung nur ein Konzentrationsdetektor verwendet (z.B. Brechungsindex-, UV- oder Verdampfungslichtstreuendetektor) dann können mit der Thermischen Feld-Fluss-Fraktionierung relative Molekulargewichtsverteilungen von Polymerproben ermittelt werden indem, analog zur Größenausschlusschromatographie, eine Kalibrierkurve mit eng verteilten Polymerstandards mit bekannten Molekulargewichten erstellt wird.

Wird zusätzlich zum Konzentrationsdetektor ein Mehrwinkel-Lichtstreuendetektor (MALS) eingesetzt, dann können mit der Thermischen Feld-Fluss-Fraktionierung absolute Molekulargewichtsverteilungen von Polymerproben sowie deren Größen (Trägheitsradien) bestimmt werden. Weiterhin können über den sogenannten Konformationsplot (logarithmische Auftragung der Trägheitsradien über den Logarithmus der Molekulargewichte der Probe) auch Verzweigungsgrade von Polymeren ermittelt werden.

Werden zwei Konzentrationsdetektoren verwendet, typischerweise ein Brechungsindexdetektor und ein UV-Detektor, dann kann weiterhin die Zusammensetzung von Copolymeren über der Molekulargewichtsverteilung ermittelt werden, vorausgesetzt, dass mindestens eines der Homopolymere UV-aktiv ist.

Ein wesentlicher Vorteil der Thermischen Feld-Fluss-Fraktionierung im Vergleich zur Größenausschlusschromatographie (GPC/SEC) liegt darin begründet, dass die Thermische Feld-Fluss-Fraktionierung Proben nicht nur nach dem Molekulargewicht und der hydrodynamischen Größe auftrennen

kann, sondern auch nach der chemischen Struktur der Probe. So können z.B. eine Polystyrolprobe und eine PMMA-Probe mit nahezu demselben Molekulargewicht von ca. 100.000 Dalton in zwei getrennte Peaks aufgetrennt werden. Aufgrund des geringen Unterschieds im Molekulargewicht und somit auch in der molekularen Größe ist eine solche Auftrennung mit der GPC/SEC nicht möglich (siehe Abbildung 3).

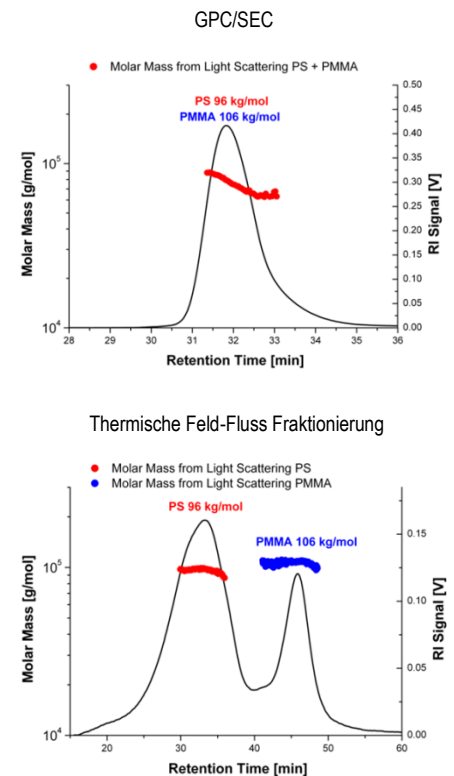


Abb. 3: Trennung einer Polystyrolprobe und einer PMMA-Probe mit nahezu demselben Molekulargewicht mit der GPC/SEC (oben) und der Thermischen Feld-Fluss-Fraktionierung (unten)