

GPC/SEC mit Dreifachdetektion Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 11

Zusammensetzungsanalyse von Copolymeren und Konjugaten

Problemstellung

Moderne Kunststoffe und auch biologische Makromoleküle bestehen oft aus mehr als einer Komponente. Die genaue und reproduzierbare Zusammensetzung solcher Copolymere oder Konjugate ist für die Eigenschaften der Produkte und Präparate die daraus hergestellt werden oft sehr wichtig. Daher ist es auch von Interesse diese Zusammensetzung möglichst exakt analysieren zu können.

Frage

Kann mit der GPC/SEC mit Dreifachdetektion die Zusammensetzung von Copolymeren und Konjugaten ermittelt werden?

Lösung

Wird neben den drei herkömmlichen Detektoren (Lichtstreuung, Viskositätsdetektion und Brechungsindexdetektion) noch ein UV-Detektor hinzugezogen so kann unter bestimmten Voraussetzungen eine Zusammensetzungsanalyse von Copolymeren und Konjugaten durchgeführt werden. Grundlage dafür ist das unterschiedliche Ansprechverhalten der Homopolymere im Brechungsindexdetektor und im UV-Detektor. Ein Beispiel aus dem Bereich der synthetischen Polymere ist das Styrol-Butadien Copolymer (synthetischer Kautschuk). Die Styrol-Komponente ist aufgrund des aromatischen Rings im Molekülgerüst UV-aktiv während die Butadien-Komponente nahezu UV-inaktiv ist. Beide Moleküle zeigen aber ein Signal im Brechungsindexdetektor. Die Signale im Brechungsindexdetektor und im UV-Detektor können nun mit einer einfachen Mathematik (siehe Abbildung) in die einzelnen Bestandteile (Styrol und Butadien) getrennt werden. Es muss dabei aber berücksichtigt werden dass die Ansprechfaktoren der beiden Komponenten im Brechungsindex- und UV-Detektor nicht identisch sind. Als Resultat der Zusammensetzungsanalyse können nun der Styrolanteil und der Butadienanteil über der Molekulargewichtsverteilung aufgetragen werden.

Ein Beispiel aus dem Bereich der biologischen Makromoleküle sind pegulierte Proteine. Diese Substanzen aus dem Bereich der verzögerten Wirkstoff-freisetzung („Drug Delivery“) können mit der beschriebenen Methode ebenfalls analysiert werden. In diesem Fall ist die PEG-Komponente (Polyethylenglykol) nahezu UV-inaktiv während Proteine in aller Regel eine intensive UV-Absorption bei einer Wellenlänge von 280 nm aufweisen. Wiederum kann mit dem entsprechenden mathematischen Algorithmus das gemeinsame Chromatogramm in die einzelnen Anteile aufgetrennt werden. Sind die Molekulargewichte der Einzelverbindungen bekannt kann auch exakt bestimmt werden von wie vielen PEG-Molekülen ein einzelnes Proteinmolekül umgeben ist. Diese Informationen sind in der pharmazeutischen Forschung und Qualitätssicherung von hoher Bedeutung.

Schlussfolgerung

Mit der GPC/SEC mit Dreifachdetektion und zusätzlicher UV-Detektion können die Zusammensetzungen von Copolymeren und Konjugaten ermittelt werden. Grundlage ist ein unterschiedliches Ansprechverhalten der Homopolymere bzw. Einzelsubstanzen im Brechungsindex- und UV-Detektor. Mit der Lichtstreuung und der Viskositätsdetektion können nach der Zusammensetzungsanalyse auch die absoluten Molekulargewichte und Strukturen der Copolymere und Konjugate bestimmt werden. Somit ist diese Technik ein wichtiges Werkzeug in der Polymerforschung und im pharmazeutischen und biotechnologischen Bereich.

GPC/SEC mit Dreifachdetektion Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 11

Abb. 1: Mathematischer Algorithmus für die Zusammensetzungsanalyse

$$RI = C_A A_{RI} + C_B B_{RI}$$

$$UV = C_A A_{UV} + C_B B_{UV}$$

RI = Fläche des RI-Signals

UV = Fläche des UV-Signals

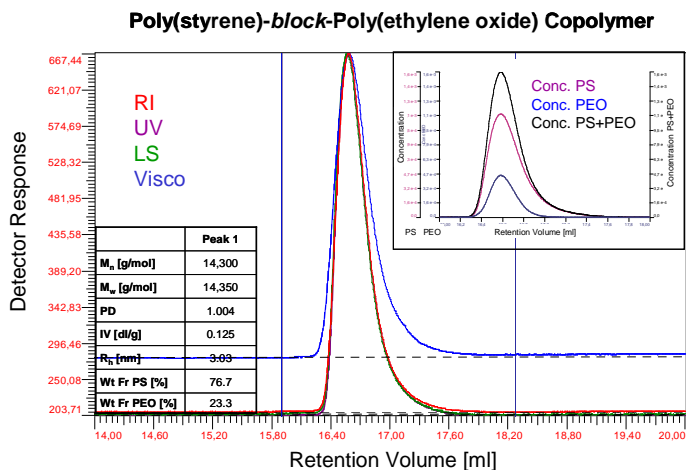
A_{RI} = RI-Ansprechfaktor für Komponente A

B_{RI} = RI-Ansprechfaktor für Komponente B

A_{UV} = UV-Ansprechfaktor für Komponente A

B_{UV} = UV-Ansprechfaktor für Komponente B

Abb. 2: Zusammensetzungsanalyse eines PS/PEO Block-Copolymers



Author: Dr. Gerhard Heinzmann, Viscotek GmbH

Für weitere Informationen können Sie jederzeit sehr gerne Kontakt zu uns aufnehmen