

## GPC/SEC mit Dreifachdetektion

### Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 17

#### Wie findet man die optimalen Bedingungen für ein GPC/SEC-Experiment? Teil 1: Synthetische Polymere

##### Problemstellung

Wir betreiben in unserem Labor eine GPC/SEC-Anlage mit Dreifachdetektion. Wir befassen uns ausschließlich mit der Analyse von Kunststoffen. Die GPC/SEC-Anlage wird daher mit verschiedenen organischen Lösungsmitteln betrieben. Es sind mehrere Trennsäulensätze verfügbar.

##### Frage

Wie können wir für eine Polymerprobe die optimalen GPC/SEC-Bedingungen ermitteln ohne jedes Mal eine langwierige Methodenentwicklung durchführen zu müssen?

##### Lösung

Es ist für eine erfolgreiche Durchführung eines GPC/SEC-Experimentes sehr wichtig dass die Probe, die Trennsäule(n), das Löse- und Laufmittel und weitere Bedingungen wie Temperatur der Säulen und Detektoren, Art und Menge eines Salzzusatzes und weitere Details möglichst optimal aufeinander abgestimmt sind. Nur dann können verwertbare Chromatogramme und daraus exakte und reproduzierbare Ergebnisse erhalten werden.

Im Bereich der synthetischen Polymere sind die optimalen Bedingungen für ein GPC/SEC-Experiment vergleichsweise einfach zu finden. Es muss zunächst geklärt werden in welchem Lösemittel sich die Probe löst. Das am häufigsten verwendete Löse- und Laufmittel ist Tetrahydrofuran (THF; geeignet für Polystyrol, PMMA, Polycarbonat, ...), seltener wird Chloroform eingesetzt. Für spezielle Anwendungen (z. B. Polyurethane) eignen sich polarere Lösungsmittel wie Dimethylformamid (DMF) und Dimethylacetamid (DMAc). Bei diesen Lösungsmitteln wird oft auch ein Salzzusatz verwendet (z. B. LiCl oder LiBr) um die Wechselwirkungen zwischen Probe und Trennsäule(n) zu minimieren. Einige Kunststoffe heben sich durch sehr spezielle Bedingungen ab: so kann man Polyolefine (Polyethylen, Polypropylen)

nur bei einer Temperatur von ca. 150°C messen; als Lösungsmittel wird Dichlorbenzol oder Trichlorbenzol verwendet. Auch für Polyethylentherphthalat (PET) existiert eine spezielle Methode: die Proben werden in reinem Hexafluoroisopropanol (HFIP) gelöst, mit Chloroform verdünnt und dann mit der GPC/SEC gemessen. Die Anlage läuft dabei mit einer Mischung aus 98% Chloroform und 2% HFIP. Dadurch wird der Verbrauch an teurem HFIP minimiert. Diese Methode kann auch für eine Reihe von Polyamiden verwendet werden, manche Polyamide können aber auch mit dem sehr viel günstigeren und weniger gesundheitsschädlichen Löse- und Laufmittel Trifluorethanol (TFE) analysiert werden.

Bezüglich der verwendeten Trennsäulen sind die auf SDV-Basis (Styrol-Divinylbenzol) basierenden Säulen dominierend. Lediglich für Spezialfälle werden andere Materialien eingesetzt; so sind z. B. für den Einsatz von HFIP oder TFE spezielle, fluorierte Trennsäulenmaterialien erhältlich. Anhand der recht exakten Herstellerangaben zu den Trenngrenzen und der Trennleistung einzelner Säulen kann schnell ein geeignetes Säulenset zusammengestellt werden. Oft reichen auch zwei lineare Säulen aus (mixed bed Säulen) um eine ausreichend gute Trennung zu erzielen. In jedem Fall sollte aber der ungefähre Molekulargewichtsbereich der zu analysierenden Probe(n) bekannt sein um die Trennleistung der Säulen darauf abstimmen zu können.

In bestimmten Fällen können auch weitere Parameter wie das Brechungsindexinkrement einer Probe in einem bestimmten Lösemittel von Bedeutung sein; so lösen sich Polydimethylsiloxane (PDMS) zwar gut in THF, sie sind in diesem Lösemittel aber nahezu isorefraktiv (siehe Tipps + Tricks Nr. 15). Daher werden diese Polymere in Toluol vermessen. Hier ist der  $dn/dc$ -Wert zwar negativ, dies kann mit einer geeigneten GPC/SEC-Software (z. B. OmniSEC von Viscotek) aber problemlos bearbeitet werden.

## **GPC/SEC mit Dreifachdetektion Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 17**

### **Schlussfolgerung**

Für sehr viele synthetische Polymere bzw. Kunststoffe wurden in den vergangenen Jahren bereits optimierte GPC/SEC-Methoden entwickelt. Diese können teilweise über eine Internet-Recherche oder über eine Recherche in der Fachliteratur gefunden werden. Auch die Nachfrage bei Firmen die sich auf die GPC/SEC spezialisiert haben kann zum Erfolg führen (bzw. das Durchsuchen der Internetseiten dieser Firmen). So können oft sehr zeitaufwendige Methodenentwicklungen umgangen werden. Lediglich bei neuen Forschungspolymeren oder ungewöhnlichen Polymeren die aus mehreren Substanzen bestehen (Copolymere, Terpolymere, ...) ist eine Literatursuche ggf. nicht von Erfolg gekrönt.

**Author:** Dr. Gerhard Heinzmann, Viscotek GmbH

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