

GPC/SEC mit Dreifachdetektion Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 12

Unterscheidung von Nanopartikeln und Mikrogelen

Problemstellung

Es wird mit einem GPC/SEC-System mit Dreifachdetektion gearbeitet. Bei manchen Proben treten in der Lichtstreuung zum Teil sehr hohe Peaks vor oder nach dem Hauptpeak auf die im Brechungsindex- und Viskositätsdetektor nur sehr schwach oder gar nicht angezeigt werden.

Frage

Worum handelt es sich bei Peaks in der Lichtstreuung und weshalb sind diese Peaks manchmal in den anderen Detektoren ebenfalls schwach zu sehen und manchmal nicht?

Lösung

Bei einer GPC/SEC-Anlage mit Dreifachdetektion werden verschiedene Detektoren kombiniert die physikalisch auf unterschiedliche Parameter ansprechen: ein molekulargewichtssensitiver Lichtstredetektor, ein Viskositätsdetektor der auf die intrinsische Viskosität einer Probe anspricht (die in reziproker Relation zur molekularen Dichte der Probe steht) und ein konzentrations sensitiver Brechungsindexdetektor. Ist ein Peak nur im Lichtstredetektor zu sehen und nicht in den beiden anderen Detektoren so lässt dies physikalisch gesehen darauf schließen dass das Molekulargewicht der Substanz sowie deren molekulare Dichte unter dem Peak extrem hoch sein müssen während gleichzeitig deren Konzentration sehr gering sein muss. Typischerweise trifft dies für Nanopartikel zu die in geringen Mengen in der Probe enthalten sind. Diese Nanopartikel können vollkommen ungelöste Probenanteile sein die z. B. hoch verzweigt sind und sich deshalb nicht mehr lösen oder es können Füllstoffe oder Additive sein die komplett im vorliegenden Solvent unlöslich sind. Bei derartigen Proben sind die Peaks in aller Regel unabhängig von der gewählten Lösezeit und -Temperatur.

Ist der Peak in der Lichtstreuung hingegen auch schwach im Viskositätsdetektor und auch im Brechungs-

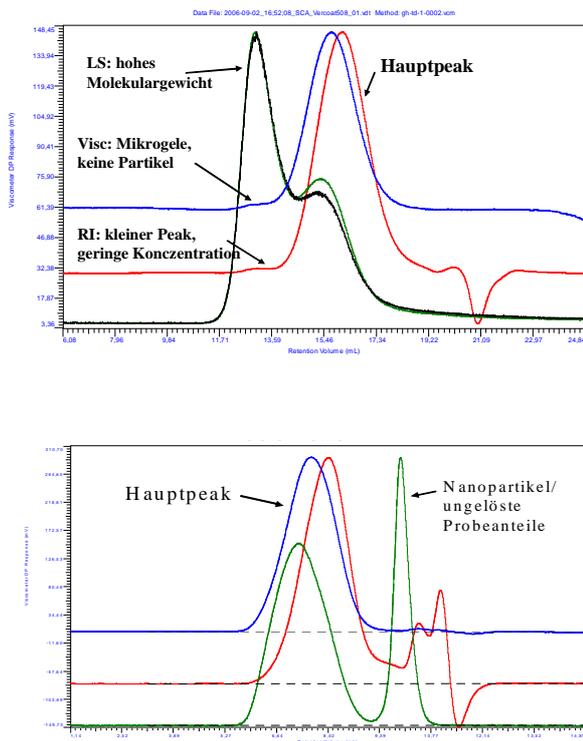
indexdetektor zu sehen dann weist dies zwar ebenfalls darauf hin dass es sich um eine Substanz mit einem sehr hohen Molekulargewicht handelt deren molekulare Dichte und Konzentration aber dennoch messbar sind. Dies gilt z. B. für schlecht gelöste Probenanteile (so genannte Mikrogele) die aber durchspült und daher deutlich weniger kompakt sind als ein festes, undurchspültes Partikel. Daher sind in diesem Fall auch im Viskositätsdetektor und Brechungsindexdetektor erkennbare Signale zu beobachten. Oft hilft es wenn man für diese Proben eine längere Lösungszeit wählt und ggf. die Temperatur während des Lösevorgangs leicht erhöht. Die Peaks sollten dann deutlich kleiner werden oder völlig verschwinden.

Schlussfolgerung

Treten Peaks bei der GPC/SEC mit Dreifachdetektion nur in einem der verwendeten Detektoren auf so muss man sich zunächst Gedanken machen über das physikalische Prinzip und Ansprechverhalten der verschiedenen Detektoren. Jeder Detektor spricht spezifisch auf einen bestimmten Probenparameter an. Im Fall der Lichtstreuung ist dieser Parameter das Molekulargewicht der Probe. Daher können Peaks die nur in der Lichtstreuung zu sehen sind auf Probenbestandteile zurückgeführt werden die ein extrem hohes Molekulargewicht aufweisen. Dies wäre typisch für komplett ungelöste Probenanteile bzw. Nanopartikel. Sind hingegen auch in den anderen beiden Detektoren schwache Signale zu sehen deutet dies auf schlecht gelöste Probenanteile bzw. Mikrogele hin. Hier würde eine längere Lösezeit zeigen ob diese Anteile besser gelöst und somit auch besser analysiert werden können.

GPC/SEC mit Dreifachdetektion Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 12

Abb. 1: Nanopartikel und Mikrogele



Author: Dr. Gerhard Heinzmann, Viscotek GmbH

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