

GPC/SEC mit Dreifachdetektion Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 23

Einsatz von polaren organischen Lösungsmitteln

Problemstellung

Wir betreiben in unserem Labor eine GPC/SEC-Anlage mit Dreifachdetektion. Seit kurzem arbeiten wir mit dem Lösungsmittel Dimethylformamid (DMF). Wir beobachten dass unsere Probenpeaks zum Teil nach dem niedermolekularen Peak im Brechungsindexdetektor (RI) eluieren. Wie ist dies zu erklären?

Frage

Warum eluieren manche Proben in DMF erst nach dem niedermolekularen Peak im Brechungsindexdetektor (RI) der eigentlich das Trennende kennzeichnet?

Lösung

Für viele Proben die sich nicht in Tetrahydrofuran (THF) lösen (z. B. Polyurethane, Melaminharze, Polyvinylpyrrolidone) eignen sich polarere organische Lösungsmittel als Solvent. Dies kann Dimethylformamid (DMF) sein oder auch Dimethylacetamid (DMAc) oder N-Methylpyrrolidon (NMP). Prinzipiell sind diese Lösungsmittel in der GPC/SEC problemlos einsetzbar. Allerdings sollte man ein paar Dinge beachten damit man verwertbare Chromatogramme erzielen kann:

Zum einen sollte man zumindest bei der Trennung mit erhöhter Temperatur (ca. 50°C bis 60°C) arbeiten da diese Lösungsmittel eine deutlich höhere Viskosität aufweisen als THF. Ein Säulenthermostat ist daher zwingend notwendig. Noch besser ist es wenn auch die Detektoren bei erhöhter Temperatur betrieben werden, am besten bei gleicher Temperatur wie die Trennsäulen.

Wichtiger noch als eine Temperierung der Trennsäulen und Detektoren ist allerdings ein Salzzusatz zum Eluenten da nur dadurch die oft auftretenden Wechselwirkungen zwischen Probe und Material der Trennsäule unterdrückt werden können. Gerade diese unerwünschten Wechselwirkungen sorgen dafür dass die

Probe länger als eigentlich nötig auf der Trennsäule zurückgehalten wird und dadurch im Extremfall ggf. erst nach dem niedermolekularen Peak im RI-Detektor eluiert. Rein nach dem Mechanismus der GPC/SEC ist dies eigentlich unmöglich da der niedermolekulare Peak das Ende der Trennung markiert.

Als Salzzusatz für DMF, DMAc und NMP haben sich Lithiumsalze wie LiBr und LiCl bewährt. LiBr ist aufgrund der geringeren Korrosionsneigung zu bevorzugen. Es werden in der Regel 0,02 molare LiBr-Lösungen verwendet. Je nach Applikation kann aber auch eine höhere Salzfracht notwendig sein um die adsorptiven Wechselwirkungen vollständig unterdrücken zu können.

Schlussfolgerung

Breibt man eine GPC/SEC-Anlage nicht mit THF sondern mit polareren organischen Lösungsmitteln wie DMF, DMAc, NMP oder auch mit Wasser so muss man berücksichtigen dass sich reine Lösungsmittel oft nicht als Eluenten eignen. Meist ist ein Salzzusatz notwendig um unerwünschte Wechselwirkungen zwischen der Probe und dem Material der Trennsäule(n) zu unterdrücken. Art und Menge des Salzzusatzes hängen von der Applikation ab. So wird im Fall der polaren organischen Lösungsmittel oft LiBr verwendet, im wässrigen Bereich sind Natriumnitrat und Natriumphosphat am gebräuchlichsten.

Author: Dr. Gerhard Heinzmann,
Viscotek, a Malvern company

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