erschienen auf www.analytik-news.de, 03.03.2009

GPC/SEC mit Dreifachdetektion

Tipps & Tricks Ausgabe Nr. 25

Bedingungen für die Analyse von Polyethylenterephthalat

Problemstellung

Es sollen Polyethylenterephthalat (PET)-Proben mit der GPC/SEC analysiert werden. Die Proben lösen sich in einer Mischung aus Phenol und Tetrachlorethan und in Hexafluoroisopropanol (HFIP).

Frage

Welches Lösungsmittel ist für eine GPC/SEC-Analyse von PET-Proben geeignet?

Lösung

Während man für die Bestimmung der intrinsischen Viskositäten von PET-Proben meist ein Lösungsmittelgemisch von Phenol und Tetrachlorethan verwendet hat sich im Gegensatz dazu das relativ teure HFIP als Lösungsmittel für die Analyse von PET-Proben mit der GPC/SEC etabliert. Um den Verbrauch an HFIP zu minimieren, wurde bereits 1988 von einem Chemiker der damaligen Hoechst AG in Frankfurt eine Methode beschrieben, bei der die GPC/SEC-Anlage mit einem Gemisch aus Chloroform und HFIP betrieben wird [1]. Der Anteil an HFIP liegt dabei bei nur 2%.

Zu beachten ist, dass die PET-Proben zunächst in reinem HFIP gelöst werden müssen. Sind die Proben gelöst, dann kann die Lösung mit Chloroform verdünnt werden bis eine ca. 50% ige Mischung erreicht ist. Diese Lösung wird dann in das GPC/SEC-System injiziert, welches mit einem Lösungsmittelgemisch von 98% Chloroform und nur 2% HFIP bei Raumtemperatur betrieben wird. Die geringe Menge an HFIP reicht aus um die PET-Moleküle in Lösung zu halten. So können exakte und reproduzierbare Resultate hinsichtlich der Molekulargewichte von PET-Proben und deren Verteilung wie auch über die Verzweigungsstrukturen der PET-Moleküle erzielt werden, wobei gleichzeitig der Verbrauch an teurem HFIP minimiert wird. Ein weiterer Vorteil dieser Methode ist, dass normale Polystyrol-Standards für die System- und ggf. auch Säulenkalibrierung verwendet werden können. In reinem HFIP wäre dies nicht möglich, da sich Polystyrol darin nicht löst.

Schlussfolgerung

Für die Analyse von PET-Proben mit der GPC/SEC hat sich HFIP als Lösungsmittel bewährt. Obwohl PET sich nur in reinem HFIP löst, ist es aber nicht notwendig die GPC/SEC-Anlage damit zu betreiben. Es genügt ein Gemisch aus 98% Chloroform und nur 2% HFIP als Laufmittel. Damit lässt sich der Verbrauch an teurem HFIP auf ein Minimum begrenzen. Nur für die Probenvorbereitung wird reines HFIP benötigt.

Literatur

[1] Klaus Weisskopf, Hoechst AG
“Characterization of Polyethylene Terephthalate by Gel Permeation Chromatography (GPC)“
Journal of Polymer Science. Part A: Polymer Chemistry, Vol. 26, 1919-1935 (1988)

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

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

www.viscotek.com
info@viscotek.de
tel: +49 7254 959195
fax: +49 7254 959196
Viscotek GmbH
Carl-Zeiss-Str. 11, 68753 Waghäusel