

Was ist inverse GPC?

DR. DANIELA HELD, PSS

Problemstellung

Mit einer vorhandenen GPC/SEC-Anlage kann man nicht nur Molmassenmittelwerte, -verteilungen und Zusammensetzungen bestimmen, sondern auch poröse Materialien bezüglich ihrer Porengröße analysieren. Dazu wird als Verfahren die inverse GPC/chromatographische Porosimetrie angewendet.

Frage

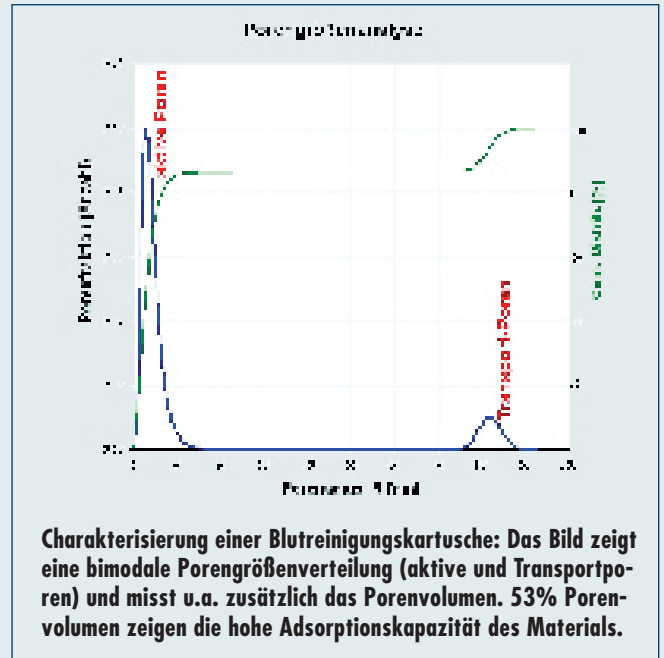
Was ist inverse GPC/chromatographische Porosimetrie und was benötigt man zur Bestimmung der Porengrößen mit dieser Methode?

Antwort

Die inverse GPC/chromatographische Porosimetrie ist eine dynamische Methode zur Bestimmung von Porenstrukturen, die einen schnellen Stofftransport mit der Umgebung erlauben. Sie kann in einem Messbereich von ca. 5 bis 6000 Å eingesetzt werden.

Im Vergleich zu alternativen Methoden wie Gasadsorption oder Quecksilber-Porosimetrie hat diese Methode den Vorteil, dass sie mit einer beliebigen Chromatographieausrüstung sehr schnell und einfach in jedem Labor durchführbar ist. Weder toxische (Quecksilber) noch teure oder schwer zugängliche Substanzen (Flüssigstickstoff oder -Krypton) werden benötigt.

Für die Durchführung einer inversen GPC-Messung ist eine einfache HPLC-/GPC-/SEC-Anlage mit RI-Detektion (alternativ UV-Detektion, bei geeigneten Sondenmolekülen) völlig ausreichend. Der Hauptunterschied zwischen GPC/SEC und inverser GPC liegt in der verwendeten Trennsäule. Während für GPC/SEC-Trennungen professionell gepackte Säulen verwendet werden, werden in der inversen GPC selbstgepackte Säulen verwendet, die mit dem zu charakterisierenden Material gefüllt sind. Dazu wird das poröse Material im für die spätere Messung verwendeten Lösungsmittel aufgeschlämmt und in eine axial komprimierbare Säule gefüllt. Nachdem die Säule gepackt ist wird sie angeschlossen und gut gespült. Anschließend werden unterschiedlich große Sondenmoleküle chromatographisch auf der gepackten Säule getrennt. Diese Sondenmoleküle können einfache Molmassenstandards sein, die auch zum Kalibrieren des GPC/SEC-Systems verwendet werden, z.B. Polystyrole in organischen Lösungsmitteln oder Pullulane in wässrigen Medien. Mit den Ergebnissen aus den Messungen der Sondenmoleküle wird dann eine Kalibrierkurve erstellt. Diese Kalibrierkurve beschreibt nun vollständig die Porengrößenverteilung des Säulenmaterials. Jetzt muss noch mithilfe einer geeigneten Software, wie z.B. Porocheck, die Porengrößenverteilung ermittelt und ausgegeben werden. Zusätzlich zur Porengrößenverteilung können auch weitere wichtige Parameter wie das Porenvolumen,



die spezifische Oberfläche, die optimale Größe eines Gastmoleküls, die Selektivität für bestimmte (Partikel- oder Molekül-) Größen und vieles andere bestimmt werden.

Fazit

- Die inverse GPC eignet sich zur Analyse von Porenstrukturen in statischen, dynamischen und gequollenen Systemen.
- Sowohl klein- wie auch großporige Systeme lassen sich gut analysieren, der zugängliche Messbereich ist sehr groß.
- Mit einer konventionellen GPC/SEC-Anlage kann auch inverse GPC durchgeführt werden. Zusätzlich benötigt werden nur Leer-Säulen und eine geeignete Auswertesoftware.
- Inverse GPC eignet sich auch zur Überprüfung von GPC/SEC-Säulen, z.B. um die Belegung der Poren mit Adsorbentien zu bestimmen.

+49 (0) 61 31 / 962 39 - 0

Die nächste Ausgabe beschäftigt sich mit der GPC in anderen Dimensionen: Zeit oder Lösemittel sparen.

laborpraxis.de

InfoClick
329014