

DR. PETER MONTAG, PSS

## Wie bestimmt man Additive?

### Problemstellung

Viele Eigenschaften eines Kunststoffwerkstoffes hängen nicht vom Polymeren, sondern von den Zusatzstoffen (Additiven) ab. Die Analyse dieser Additive ist alles andere als einfach. Für einzelne Additive existieren zwar etablierte Trenn- und Identifizierungsmethoden, eine universell einsetzbare Methode fehlt aber.

### Frage

Lassen sich über 20 000 potenzielle Additive sicher in einem komplexen Werkstoff identifizieren?

### Antwort

Alle Additive in einem Arbeitsgang analysieren zu wollen, ist zum Scheitern verurteilt. Schon die Unterscheidung zwischen unlöslichen anorganischen Zusätzen wie Pigmenten im Vergleich zu leicht löslichen Additiven wie Antioxidantien verdeutlicht dieses. Im Nachfolgenden soll daher auch nur eine Methodik für organische, in gängigen Lösemitteln lösliche, Additive besprochen werden.

Der erste Arbeitsschritt wird in den meisten Fällen eine Anreicherung durch Extraktion sein. Soxhlet oder einfache Langzeitextraktion haben sich bewährt (Mikrowellenextraktion arbeitet nicht für alle Additive wirklich quantitativ).

Der nächste Schritt ist eine adäquate Trennung der zum Teil komplexen Additivextrakte. Moderne Abmischungen enthalten mehrere Additive, welche zum Teil selber Polymere sind, z.B. sterisch gehinderte Amine (HALS). Da liegt es nahe, auch für Additive die GPC als Trennmethode einzusetzen. Aufgrund des Trennmechanismus nach Größe ist eine Quantifizierung leichter, da keine Absorptionen auf der Säule das Ergebnis verfälschen. Die Möglichkeit, einen Refraktionsindexdetektor einzusetzen, bietet den Vorteil auch UV-inaktive Stoffe untersuchen zu können. Durch den Einsatz speziell auf kleine Moleküle abgestimmter Säulen gelingt eine erstaunlich gute Trennung.

Aber auch die HPLC lässt sich durch geeignete Lösemittelwahl und Doppeldetektion sehr gut für komplexe Additivtrennungen einsetzen. Durch die Kombination von UV-Detektion und ELS (Evaporative Light Scattering)-Detektion lassen sich auch hier die meisten Additive erfassen.

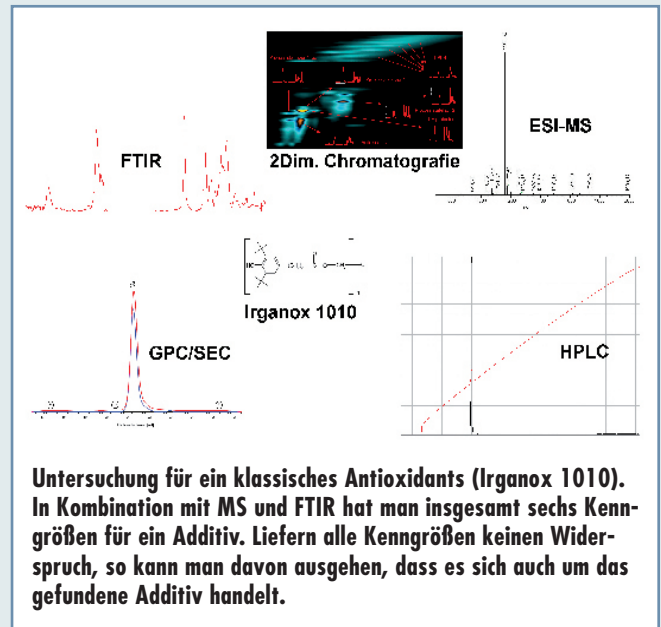
Sollte die Auftrennung sowohl in der GPC als auch in der HPLC alleine nicht ausreichend sein, so lässt sich durch die Kombination beider Methoden zur zweidimensionalen Chromatographie die Trennleistung verbessern.

Aber was kann man machen, wenn es sich um ein unbekanntes Additiv handelt?

Hierzu müssen Identifizierungsmethoden eingesetzt werden. Dabei haben sich in der Praxis insbesondere zwei Methoden bewährt:

- die Infrarotspektroskopie (FTIR)
- die Massenspektrometrie (ESI-MS).

Bei der Infrarotspektroskopie liegt die Stärke in der Datenbanksuche. Nicht umsonst spricht man von einem Fingerprintbereich. Doch der Anwender sollte hier vorsichtig sein. Da die meisten Lösemittel starke IR-Absorber sind, müssen für eine



**Untersuchung für ein klassisches Antioxidants (Irganox 1010). In Kombination mit MS und FTIR hat man insgesamt sechs Kenngrößen für ein Additiv. Liefern alle Kenngrößen keinen Widerspruch, so kann man davon ausgehen, dass es sich auch um das gefundene Additiv handelt.**

adäquate Datenbanksuche lösemittelfreie Spektren vorliegen. Einfache Durchflusszellen helfen nur in den wenigsten Fällen (z.B. Chloroform) weiter. Demgegenüber liefert eine FTIR-Kopplung saubere Spektren, die qualitativ zu allen FTIR-Datenbanken passen.

Scheitert die Datenbanksuche über FTIR, hilft die Massenspektrometrie als zusätzliche Technik weiter. Mit dieser sehr nachweisempfindlichen Methode können auch kleinste Anteile oder auch Verunreinigungen nachgewiesen werden. Da die Additive z.T. höhermolekular sind, lassen sich am besten MALDI-MS (Matrix-Assisted-Laser-Desorption-Ionisation) oder ESI-MS (Electron-Spray-Ionisation) verwenden. Hierbei zeigt die matrixfreie und direkt an die LC koppelbare ESI Vorteile. Neben der Molmasse einzelner Spezies lassen sich auch Fragmentierungsmuster erhalten; Datenbanksuchen sind auch hier sehr hilfreich. Außerdem bietet die direkte LC-ESI-MS-Kopplung die Möglichkeit auch bei nicht getrennten Proben (Peaks) eine Aussage zu erhalten. In allen Fällen gilt, dass über die Chromatographie mittels Referenzmuster eine Quantifizierung möglich ist.

### Fazit

- Additivanalytik ist ein schrittweiser Prozess, der komplex werden kann.
- Eine gute Auftrennung der einzelnen Komponenten mittels Chromatographie ist unerlässlich.
- Über unterschiedliche spektroskopische Methoden lassen sich Additive zuordnen.

+49 (0) 61 31 / 9 62 39 - 0

Die nächste Ausgabe beschäftigt sich damit, wie Membranen mit der GPC analysiert werden können.

laborpraxis.de

InfoClick  
322143