

Membrananalytik mit GPC/SEC

DR. DANIELA HELD, PSS

Problemstellung

Membranfiltration ist ein effektives und schonendes Trennverfahren, das immer weiter an technischer Bedeutung gewinnt. Das komplette Filtrationsverhalten einer Membran kann durch eine Siebkurve sehr gut beschrieben werden. Die Ausschlussgrenze der Membranen wird als Molecular Weight Cut Off (MWCO) angegeben. GPC/SEC bietet eine elegante Methode, um sowohl die komplette Siebkurve zu messen als auch den MWCO einfach und sicher zu bestimmen.

Frage

Was benötigt man für die Membrancharakterisierung mittels GPC/SEC?

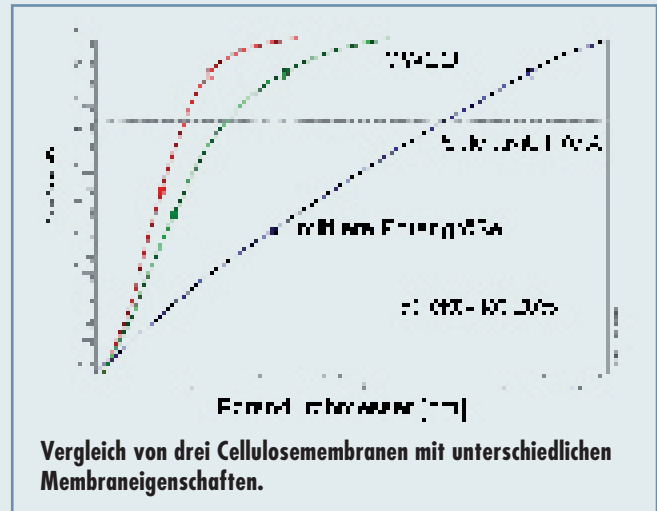
Antwort

Die Membrananalyse mittels GPC/SEC basiert auf dem Vergleich der Chromatogramme einer unfiltrierten Probe (Stammlösung) zu der filtrierten Probe (Filtrat, Permeat, evtl. auch Retentat).

Zur Durchführung wird zunächst eine Stammlösung aus einer Probe mit einer möglichst breiten, aber homogenen Molmassenverteilung angesetzt (im wässrigen Lösungsmittel Dextran oder Pullulan, im organischen Polystyrol). Ein kleiner Teil der Stammlösung wird aufbewahrt, mit dem Rest der Stammlösung wird ein Filtrationsexperiment durchgeführt. Das Filtrat wird aufgefangen, eventuell wird auch ein Teil des Retentats als Probe entnommen.

Nun werden Stammlösung und Filtrat (evtl. Retentat) auf einem konventionellen GPC/SEC-System (oder HPLC-System) mit analytischen GPC/SEC-Säulen und RI-Detektion gemessen. Die Chromatogramme von Stammlösung und Filtrat (evtl. Retentat) werden überlagert und die Rückhaltekurve wird mithilfe einer Formel z.B. $1 - (\text{Filtrat}/\text{Stammlösung})$ berechnet. Da an dieser Stelle die Daten von zwei oder mehr Injekts miteinander verknüpft werden, ist es für die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse von besonderer Bedeutung, dass die verwendete GPC/SEC-Pumpe sehr konstant fördert. Eine qualitativ hochwertige Pumpe ist deshalb die Grundvoraussetzung für die erfolgreiche Durchführung der Messung. Falls es die chromatographischen Bedingungen erlauben, ist auch die Korrektur der Daten mit einem internen Standard (internen Flussmarker) zu empfehlen.

Die auf die oben beschriebene Weise erhaltene Kurve beschreibt nun für jede Position des Chromatogramms die Rückhaltung. Um aus dem Elutionsvolumen die zugehörige Molmas-



sen zu erhalten, verwendet man jetzt die Informationen der GPC/SEC-Kalibrationskurve. Diese kann mit allen in der GPC/SEC verwendeten Methoden erstellt sein, z.B. basierend auf engverteilten Molmassenstandards.

Aus den gemessenen Molmassen können dann noch mithilfe von Literaturdaten und der bekannten Rg-M-Beziehung die Porendurchmesser bestimmt werden. Die Abbildung zeigt drei verschiedene Cellulosemembranen im Vergleich. Deutlich zu erkennen sind die unterschiedlichen mittleren Porengrößen, die unterschiedlichen MWCOs und die unterschiedliche Selektivität (bestimmt bei 25 und 75 Prozent Rückhaltung) der Membranen.

Fazit

■ Mit einer konventionellen GPC/SEC-Anlage können Siebkurven einfach und schnell gemessen werden.

■ Neben der GPC/SEC-Anlage und Software wird nur noch eine Probe mit breiter, aber homogener Molmassenverteilung für das Filtrationsexperiment benötigt.

■ Zugänglich aus der Siebkurve sind unter anderem MWCO, Selektivität, mittlere Porenweite und Porengrößenverteilung.

☎ +49 (0) 61 31 / 962 39 - 0

Die nächste Ausgabe beschäftigt sich damit, was sich hinter dem Begriff „inverse GPC“ verbirgt.

laborpraxis.de

InfoClick
325987