

Semi-präparative GPC/SEC: Mehr als nur Mittelwerte und Verteilungen

DR. DANIELA HELD, PSS

Problemstellung

Die Kenntnis von Molmassenmittelwerten und -verteilung reicht nicht immer aus, um alle Eigenschaften polymerer Produkte umfassend zu verstehen. Niedermolekulare Bestandteile oder einzelne Bestandteile in der komplexen Mischung können Produkteigenschaften entscheidend beeinflussen. Um diese separat untersuchen zu können, müssen allerdings die anderen Bestandteile effektiv entfernt werden.

Frage

Kann die Trennmethode GPC/SEC dazu benutzt werden, weitergehende Informationen über einzelne Probenbestandteile zu erhalten? Wie sieht eine einfache Probenpräparation für anschließende analytische Untersuchungen mit Infrarotspektroskopie, NMR, Massenspektrometrie oder Elementaranalyse aus?

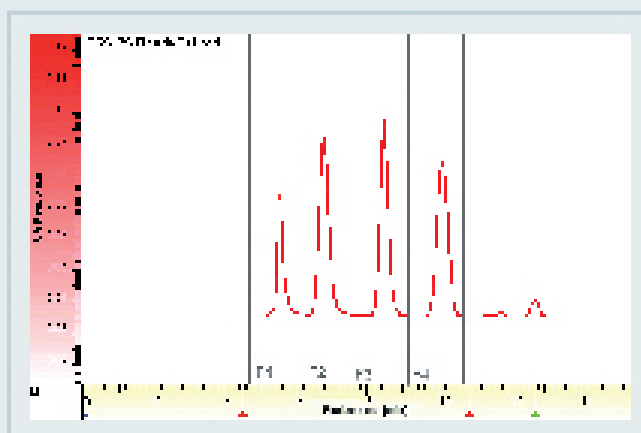
Antwort

Die GPC/SEC kann natürlich auch für Fraktionierungen verwendet werden. Ist lediglich die Fraktionierung kleiner Probemengen (von 100 mg bis höchstens 1 g) notwendig, dann kann eine existierende analytische GPC/SEC-Anlage leicht zu einem semi-präparativen System umgerüstet werden.

Für die Umwandlung zum semi-präparativen System werden zunächst nur eine oder mehrere präparative GPC/SEC-Säulen benötigt, sowie die Möglichkeit, größere Probenmengen zu injizieren. Durch einen Fraktionssammler kann der Fraktionierungsprozess automatisiert werden.

Eine typische semi-präparative GPC/SEC-Säule hat eine Dimension von 20 x 300 mm. Die optimale Flussrate liegt hier bei 6,25 ml/min. Diese Flussrate kann mit den meisten analytischen GPC-Systemen leicht realisiert werden. Werden Säulen vom selben Hersteller verwendet, dann können in der Regel Trennmethode, die auf einer analytischen Säule entwickelt wurden, direkt auf den semi-präparativen Maßstab übertragen werden. Das hat den Vorteil, dass bei eventuellen Flussbereichs-limitierungen des Detektors die Fraktionierung auch ohne Detektion erfolgen kann.

Ein größeres Injektionsvolumen wird entweder durch Wechsel der Probenschleife des manuellen Injektionsventils oder durch Umrüstung des Autosamplers erhalten. Das typische Injektionsvolumen für semi-präparative GPC/SEC liegt bei ungefähr 1 ml. Moderne Fraktionssammler erlauben, die Vorgehensweise bei der Fraktionierung (z.B. Hauptfraktionsschnitt,



Probenauffrennung in vier verschiedene Fraktionen F1 bis F4, die mithilfe eines Fraktionssammlers für eine weiterführende Charakterisierung gesammelt werden (Injizierte Masse ca. 50 mg/Injekt).

Peakerkennung, Zeit oder Volumen) und die Größe der Sammelgefäße der spezifischen Applikation gezielt anzupassen. Nützlich ist der Anschluss des Fraktionssammlers an die Datenerfassungssoftware und die Markierung der einzelnen Schnitte direkt im Chromatogramm. Durch wiederholte automatische Injektion und akkumulierte Fraktionssammlung kann so der Fraktionierungsprozess in wenigen Stunden auch unbeaufsichtigt durchgeführt werden.

Fazit

- Die GPC/SEC kann auch verwendet werden, um einzelne Probenbestandteile zu isolieren.
- Oft lässt sich ein vorhandenes analytisches System durch Hinzufügen einzelner Komponenten umrüsten.
- Mit diesem Verfahren lassen sich Substanzmengen bis 1 g auch vollautomatisch für die anschließende Charakterisierung mittels IR, NMR oder Elementaranalyse fraktionieren.

+49 (0) 61 31 / 962 39-41

In der nächsten Ausgabe geht es um Trouble-Shooting: schnelle Hilfe bei Druckanstieg.

laborpraxis.de

InfoClick
275282