

TICKER

Im Visier: Präzise GPC



In der heutigen Zeit werden mit leistungsfähigeren Rechnern immer genauere Ergebnisse von den Auswerteprogrammen produziert. Aber die Werte sind nur so gut wie die Randbedingungen. Diese genau zu beachten ist gerade bei der GPC enorm wichtig, um genaue und richtige Ergebnisse zu liefern. Deshalb ist ein fundiertes Wissen über die Grundlagen der GPC für eine präzise Chromatographie von entscheidender Bedeutung.

PSS hat in über 20 Jahren enormes Wissen zu unterschiedlichsten Aspekten der GPC gesammelt, das es bei Kursen oder Inhouseschulungen an seine Kunden wei-

tergibt. Das hervorragende Feedback der Teilnehmer spricht für sich. Vielen Kunden konnte bei schwierigen Applikationen wie z. B. natürliche Stärken, mit Rat und Tat geholfen werden. Die PSS WinGPC Software enthält auch Funktionen für spezielle Anwendungen, die beispielsweise Auswertungen aus der Siebkurvenanalytik auf Knopfdruck ermöglichen.

Viele Anwender kennen bereits die Rubrik "GPC-Tipps & Tricks", von PSS und der Fachzeitschrift Laborpraxis entwickelt, die auch schon vielen erfahrenen GPC-Spezialisten weitergeholfen hat. Dieses Mal wird die Molmassenverteilung diskutiert.

Siebkurven

Charakterisierung von Membranen mit GPC

Die GPC stellt eine einfache, zuverlässige und schnelle Möglichkeit dar, Eigenschaften und Trennverhalten von Membranen zu untersuchen. Dazu werden Stammlösungen bekannter Molmasse/Molekülgröße filtriert. Die Ausgangslösung und das Filtrat (optional auch Retentat) werden dann in der GPC wie normale Proben untersucht (Abb. 1).

Durch Vergleich dieser GPC-Chromatogramme wird für jede Position des Eluogramms die Rückhaltung, die zugehörige Molmasse und der Porendurchmesser bestimmt. Als Kalibration zur Berechnung der Molmassen kann jede Kalibrierungsmethode verwendet werden. Die PSS WinGPC Unity Software unterstützt alle bekannten Kalibrationsverfahren. Das Filtrationsverhalten einer Membran wird besonders umfassend durch die sogenannte Siebkurve beschrieben. Auch andere wichtige Eigenschaften lassen sich aus solchen GPC-Analysen ableiten:

- mittlere Porenweite
- Porengrößenverteilung
- Molmassen cut-off Werte

» Lesen Sie weiter auf Seite 2

Die Top-Themen

- 1 Im Visier: Präzise GPC
- 2 Charakterisierung von Membranen mit GPC
- 3 Charakterisierung von Stärken mit GPC
- 4 GPC-Schulungen und Weiterbildungen
- 5 PSS Kompetenz-Fax
- 6 GPC-Tipps & Tricks

Aktuell:

Neuer
Katalog für
Standards
und Säulen



» Bestellinfos auf Seite 5

Charakterisierung von Membranen

» Fortsetzung von Seite 1

Tabelle 1:

	UF Membran		
	1	2	3
Mw cut-off [Da] (bei 50 %)	nicht definierbar	12 400	11 800
Mw cut-off [Da] (bei 80 %)	41 200	48 800	49 500
Mw cut-off [Da] (bei 90 %)	79 600	87 500	105 000
Mw cut-off [Da] (bei 95 %)	124 000	184 000	284 000
Mw cut-off [Da] (bei 99 %)	352 000	352 000	502 000
mittlere Porenweite [nm]	8.8	10.8	11.0
Selektivität der Membran	nicht definierbar	7.6	7.8

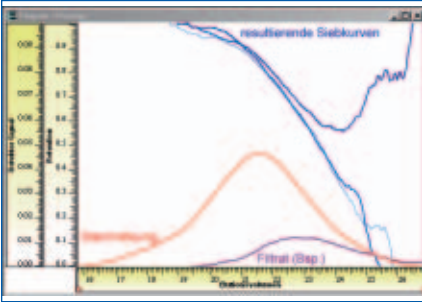


Abb. 1: Überlagerung von GPC-Rohdaten aus Stammlösung und einem Filtrat zusammen mit erhaltenen Siebkurven von 3 UF-Membranmustern aus der Wasseraufbereitung

- Membranselektivität
- Rückhaltevermögen
- Zugänglichkeit der Poren
- Membranstabilität
- hydrophobe Eigenschaften

Diese Membran-Kenngrößen lassen sich in der PSS WinGPC Unity Software sehr einfach bestimmen. In vielen Labors kommen eigene Berechnungsmethoden zum Einsatz. Die PSS WinGPC Software trägt dem dadurch Rechnung, dass von den Anwendern die Berechnungsgrundlagen in mathematischer Notation direkt in die Software eingegeben werden können. Gleiches gilt für den Zusammenhang zwischen Molmasse und Porenweite.

Als direkte Ergebnisse werden die Siebkurve (sowohl im Chromatogramm, als auch über der Molmasse/Porenweite) und die numerischen Ergebnisse erhalten. Die Präsentation der Resultate lässt sich mit dem PSS WinGPC Unity Report Designer auf vielfältige Art und Weise in Desktop Publishing Qualität gestalten. Alternativ können die Ergebnisse auch in eigene Anwendungen (Word, Powerpoint, etc.) übernommen werden.

Im nachfolgenden Beispiel wurden Ultrafiltrations-(UF) Membranen untersucht, die in der Trinkwasseraufbereitung Verwendung finden. Es sollte ein einfaches, schnelles und aussagekräftiges Verfahren entwickelt werden, das es erlaubt Unterschiede zwischen Membranen frühzeitig zu erkennen.

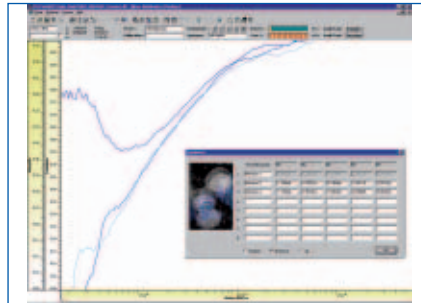


Abb. 2: Vergleich des Filtrationsverhaltens von drei UF-Membranen aus der Wasseraufbereitung aus einem QS-Experiment mit Mw cut-off Werten bei Rückhaltewerten, die vom Anwender einstellbar sind.

Folgende GPC-Bedingungen wurden dabei verwendet:

System: PSS GPC1200 mit RI-Detektion
 Stammlösung: breite PSS Pullulan-Membran-Probe (streng lineare Probe)
 Eluent: wässrig, NaN_3 0.05%
 GPC-Säulen: PSS SUPREMA 10 μm 30 \AA + 2 x 1 000 \AA (je 8 x 300 mm) + Vorsäule
 Kalibration: PSS Pullulan-Kalibrierkit
 Datensystem: PSS WinGPC Unity SR1, Build 5403

Abb. 2 zeigt die mit GPC erhaltenen Siebkurven von drei Membranen aus der Wasseraufreinigung als Teil der Qualitätssicherung. Man erkennt sehr schön und auf einen Blick, dass Membran 1 (dunkelblau) in der Anwendung versagen wird. Aus dem ungewöhnlichen Siebkurvenverlauf kann man herauslesen, daß die mechanische Stabilität der Probe schlecht ist, oder daß Probleme beim Filtrationsprozeß aufgetreten sind. Die Membranen 2 und 3 halten beide die Produktspezifikationen ein und zeigen ein sehr ähnliches Trennverhalten. (Dies zeigt exemplarisch die Tabelle 1)

Fazit:

Mit der in vielen Labors vorhandenen GPC-Messtechnik lassen sich schnell, einfach und reproduzierbar Membranen und andere poröse Materialien umfassend charakterisieren.

Ihr Ansprechpartner:

Peter Kilz
 Tel.: 06131-96239-40
 E-Mail: PKilz@polymer.de



PSS-Intern

Neuer Katalog für Standards und Säulen

Der neue Katalog umfasst eine große Anzahl verschiedener Polymertypen in einem breiten Molekulargewichtsbereich. Die PSS Referenzmaterialien werden mit den modernsten analytischen Methoden umfassend charakterisiert. Die Referenzpolymere werden als separate Standards oder als sorgfältig ausgewählte Kits geliefert, die lückenlos einen breiten Molekulargewichtsbereich für eine Kalibrierung abdecken.

Weiterhin sind verschiedene Trägermaterialien für die Chromatographie beschrieben, die synthetische und natürliche Makromoleküle nach ihrem hydrodynamischen Volumen trennen. PSS bietet dabei eine große Auswahl an Säulenmaterialien an, die für Applikationen in wässrigen bzw. organischen Eluenten optimiert sind.

Ihr neuer Ansprechpartner

PSS investiert weiter in neue Mitarbeiter. Seit 01.01.2007 verstärkt Thomas Fickinger das Marketing- und Vertriebsteam. Er ist im deutschsprachigen Raum zuständig für den Vertrieb von GPC-Anlagen



und molmassensensitiven Detektoren sowie von Software, GPC-Säulen und Referenzmaterialien. Die analytischen Dienstleistungen betreut Herr Fickinger ebenfalls. Er bringt eine zehnjährige Erfahrung im Bereich Analysengeräte und analytische Dienstleistungen mit.
 Tel.: 06131-96239-31
 E-Mail: TFickinger@polymer.de

NetCommunity

Die „PSS NetCommunity“ bietet ihren Mitgliedern eine Reihe kostenloser Services und Dienstleistungen:

- **Applikations-Datenbank:** Diese liefert u. a. eine exakte Probenbeschreibung, eine umfangreiche Methodeninformation sowie Chromatogramme und Ergebnisdiskussionen. Die Suche nach der gewünschten Applikationen ist nach allen relevanten Chromatographiegrößen wie Polymer, Methode, Säule und Eluent möglich
- **Literatur-Datenbank:** Es besteht ab sofort die Möglichkeit, über eine Suchmaske (Methoden, Produkte) nach Literatur (Fachartikel, Vorträge, Poster, Präsentationen, Broschüren, Newsletter, Produktinformationen) zu suchen.
- **WinGPC-Software-Datenbank:** Diese liefert Newsletter, Tipps und Tricks

Die Anmeldung erfolgt online – einfach und schnell. Im Moment wird die Homepage komplett überarbeitet. Die Freischaltung ist für Ende des 2. Quartals geplant.

Charakterisierung von Stärken mit GPC

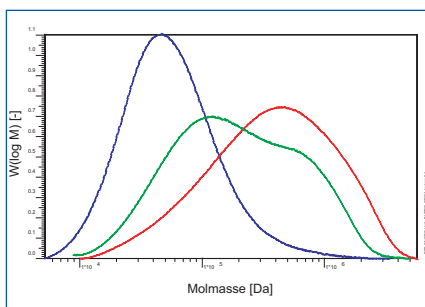


Abb. 1: Separation von Amylopektin, Amylose und Kartoffelstärke auf PSS GRAM-Säulen (30 000 Å 10 µm 8 x 300 mm + Vorsäule). Bedingungen: Eluent: DMSO, LiBr 5 g/l; Temperatur: 60° C, Flußrate: 0.5 ml/min; Konzentration: 0.5 g/l

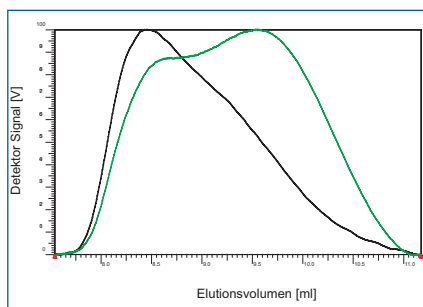


Abb. 2: Analyse einer Kartoffelstärke mit RI-Detektion (grüne Kurve) und 90° Lichtstreuung-Detektion (schwarze Kurve)

Polysaccharide sind in der Natur weit verbreitet.

Sie haben große Bedeutung:

- als strukturbildende Gerüstpolymere (Cellulose, Pektine bei Pflanzen; Chitin etc.)
- als Energielieferant und Reservestoffe (Stärke, Dextrine, Fructane, Glycogene bei Tieren)
- als wasserbindende Stoffe (u.a. Carragenane; Agar, Pektin bei Pflanzen; Glycogene bei Tieren)

Die Stärke gehört zur Klasse der Polysaccharide und wird in großen Mengen in der Verdickungs- und Klebeindustrie sowie der pharmazeutischen Industrie und der Biotechnologie eingesetzt.

Sie gehört zu den sog. Speicher- oder Reservopolysacchariden und ist aus zwei unterschiedlichen Makromolekülen, die sich in Größe und Struktur unterscheiden aufgebaut. Amylose (15-30 w%) ist ein schwach verzweigtes, Amylopektin (70-85 w%) ein hochverzweigtes Polymer mit höherer Molmasse als Amylose. Die mittleren Molmassen M_n der Amylose liegen zwischen 50 000 – und 150 000 g/mol, das deutlich höhermolekulare Amylopektin hat Molmassen bis in den Bereich von ca. 3×10^7 g/mol: das entspricht ca. 2×10^5 Glucosebausteinen.

Die Charakterisierung natürlicher Stärken stellt immer wieder eine sehr große Herausforderungen für die mit den Analysen betrauten Laboratorien dar.

Stärken sind durch:

- eine große Anzahl reaktiver bzw. funktioneller Gruppen (-OH; -CH₂OH und -O-) in den Ketten
- sehr hohe Molmassen
- und eine komplexe Struktur

gekennzeichnet. Die GPC in Kombination mit den molmassensensitiven Kopplungsmethoden ist hervorragend geeignet, Stärken nach Größe zu separieren und umfassend zu charakterisieren. In Kombination mit einem Mehrwinkel-Durchflußlichtstreuendetektor gelingt sowohl die Molmassen- als auch die Strukturbestimmung. Voraussetzung hierfür ist eine möglichst wechselwirkungsfreie GPC-Analytik basierend auf

einer entsprechend abgestimmte GPC-Methode mit einer optimierten stationären Phase und dazu passender Lösungsmittelpolarität.

Probenvorbereitung:

Für natürliche Stärken ist die exakte Probenvorbereitung von großer Bedeutung, um vollständige Löslichkeit sicherzustellen. Stärken sind nur in heißem Wasser kolloidal oder in DMSO unter Beibehaltung der Eigenschaften löslich.

Die Proben werden in DMSO für 8 Stunden bei 80° C und danach für 4 Stunden bei 120° C gelöst. Hierbei ist davon auszugehen, dass die Stärke unter Temperatureinfluss denaturiert, d.h. z.T. die Faltung und die helicale Überstruktur verliert. Beim Lösen muß darauf geachtet werden, dass kein Probenabbau stattfindet.

Ergebnisse:

Abbildung 1 zeigt die Separation von drei verschiedenen Stärken auf PSS GRAM-Säulen in DMSO. Die Kalibrierung mit Pullulan-Standards erlaubt die relative Bestimmung der Molmassenverteilung. Mit Hilfe des 90° Lichtstreu-Detektors PSS SLD1000 wurde die Güte der Probenvorbereitung (Detektion nichtlöslicher Partikel) sowie die Separation der Stärkemoleküle nach dem GPC-Trennmechanismus überprüft (siehe Abbildung 2). Aus dem Zusammenspiel zwischen LS- und RI-Signal kann der GPC-Trennmechanismus bestätigt werden. Durch den Vergleich des LS- mit dem RI-Signal konnte auch Probenabbau ausgeschlossen werden, da das RI-Signal keinen Peak im niedermolekularen Bereich nach dem Hauptpeak aufweist.

GPC-Lichtstreuungkopplung eignet sich somit hervorragend zur umfassenden Analyse von Stärken.

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Thorsten Hofe
Tel.: 06131-96239-60
E-Mail: THofe@polymer.de



Neuheiten

Auftragsmessungen von Polyolefinen

PSS hat seine mehr als 20 Jahre GPC-Serviceerfahrung auf dem Gebiet der Hochtemperatur-Untersuchungen ausgeweitet.

Es können Messungen sowohl bei 140° C (z. B. für Untersuchungen von Polyethylenen) als auch bei 160° C (z. B. für Polypropylenen) durchgeführt werden. Zusätzlich können Analysen auch gemäß ASTM Designation D6474-99 erstellt werden. Für Strukturinformationen wie z.B. Verzweigungen kann die Hochtemperatur-GPC mit einem Viskositätsdetektor gekoppelt werden. Produktdeformulierung und Substanzidentifizierung werden mit der LC-FTIR-Kopplungstechnik durchgeführt.

Der Analysenbericht enthält die Ergebnisse (Elugramme, Molmassenverteilungen usw.) sowie Messbedingungen und wird auf Wunsch auch elektronisch verschickt. Auch ein ASCII-Datenexport ist möglich.

WinGPC Unity Service-Release



Ende 2006 wurde die WinGPC Unity Service Release fertiggestellt. Als neue Funktionen sind zum Beispiel die komfortable Kurvenverwaltung von Überlagerungen und die Speicherung von HPLC-Auswertungen zu nennen.

Testroutinen für das neue Datenerfassungsinterface PSS UDC810 sowie die optional erhältlichen Module Compliance Pack (für regulierte Laboratorien) und SystemPilot (zur Steuerung von Agilent Anlagen der 1100er und 1200er Serie) sind vollständig in die WinGPC integriert.

Bestellnummer: 400-0201:

Update von WinGPC Version < 6 auf WinGPC Unity

Bestellnummer: 400-0202:

Update von WinGPC Version 6 auf WinGPC Unity

Neuer Degaser für die GPC

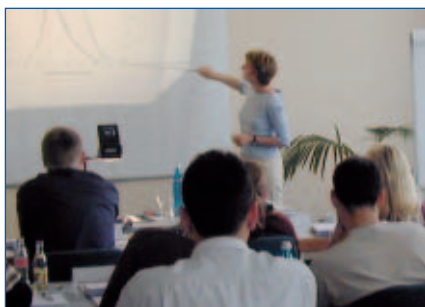
Spezieller online Vakuum-Entgaser für die GPC

Spezifikationen:

- 2 unabhängige Eluentkanäle
- kleines Innenvolumen (480 µl)
- optimierte Entgasung bis zu einer maximalen Flussrate von 3 ml/min pro Kanal
- für alle in der GPC üblichen Lösungsmittel geeignet

Bestellnummer: 409-0024

GPC-Schulungen und Weiterbildung



Seit nahezu 20 Jahren veranstaltet PSS erfolgreich GPC-Schulungen in deutscher Sprache. Die PSS Philosophie ist, dass Teilnehmer neues Wissen sofort in die Praxis umsetzen und dadurch besser einsetzen können.

Folgende Schulungen werden angeboten:

GPC Intensivkurs

Dieser Kurs findet in Mainz statt und gliedert sich jeweils in einen theoretischen Teil am Morgen und einen praktischen Teil am Nachmittag. Daneben haben die Teilnehmer genug Zeit, mit den Kursleitern und anderen Teilnehmern eigene praktische Probleme zu diskutieren und Lösungen zu erarbeiten.

Der praktische Teil findet in kleinen Gruppen mit max. 5 Teilnehmern pro Betreuer statt. Die unterschiedlichen Gruppen bearbeiten dieselben Fragestellungen, aber mit unterschiedlichen Schwerpunkten: wässrige und organische GPC sowie Anfänger und Fortgeschrittene.

Am ersten Tag werden die Grundlagen der GPC vorgestellt:

- Trennmechanismus
- Molekulargewichtsmittelwerte
- Probenvorbereitung
- Eluentauswahl
- Trenneigenschaften von Säulen bzw. Säulenkombinationen

Im praktischen Teil wird eine GPC-Anlage aufgebaut und getestet.

Am zweiten Tag werden verschiedene GPC-Kalibrationsmethoden und deren Anwendungsbereiche vorgestellt:

- Was muss ich bei der Kalibration beachten?
- Wann ist eine universelle/breite/integrale Kalibration sinnvoll und nützlich?
- Wie kalibriere ich mein System, um Copolymere/verzweigte Polymere zu untersuchen?
- Welche Einflüsse haben verschiedene experimentelle Parameter wie Probenkonzentration, Flussrate und Temperatur auf die GPC-Trennung?

Im praktischen Teil wird eine Kalibrationskurve aufgenommen und der Einfluss von Probenkonzentration und Flussrate gemessen.

Das Programm des dritten Tages können die Teilnehmer bei ihrer Anmeldung mitbestimmen. Fünf Themenvorträge stehen zur Auswahl, unter denen Sie die zwei für Sie Interessantesten herausuchen können. Die Mehrheit der Teilnehmer entscheidet.

- Theorie und Praxis der Säulenauswahl
- Moderne Copolymeranalytik mit GPC
- Hochtemperatur-GPC
- Möglichkeiten der Viskositätsdetektion in der GPC
- Substanzidentifizierung mit GPC-FTIR-Kopplung

Nächste Termine:

15.–17.10.2007 / 03.–05.03.2008 / 13.–15.10.2008

Kundenorientierte Schulungen

Weiterhin bietet PSS auch Schulungen an, die sich speziell an Kunden-Bedürfnissen orientieren. Diese finden entweder bei PSS in Mainz oder vor Ort statt. Die Schulung ist, je nach Teilnehmerwunsch, praktisch oder theoretisch orientiert. Im praktischen Teil stehen die Bedienung der Geräte und der Software, die Geräte- und Softwarevalidierung, die Auswertung und Vorbereitung der Proben im Vordergrund. Der theoretische Teil wird direkt auf die verwendeten Methoden abgestimmt: konventionelle GPC, GPC-Viskosimetrie, GPC-Lichtstreuung.

Termine nach Vereinbarung

WinGPC-Softwareschulungen

Da im Laboralltag in der Regel nicht viel Zeit bleibt, neue oder unbekannte Auswertoptionen der verwendeten Software kennenzulernen, bietet PSS Software-Schulungen zu der aktuellen WinGPC Version sowie zu neuen oder überarbeiteten Modulen (z. B. WinGPC Report Designer) an. Die Schulungen erfolgen in Kleingruppen in Mainz. Dies gewährleistet eine optimale Betreuung durch die PSS Kursleiter. Nach den Themenblöcken folgen jeweils praktische Teile, in denen jeder Teilnehmer an einem Computerarbeitsplatz die vermittelten Kursinhalte trainieren kann.

Nächste Termine:

24.09.2007	Report Designer
25.09.2007	Basistraining
26.09.2007	Molmassensensitive Detektion
27.09.2007	SystemPilot
28.09.2007	Compliance Pack

Alle Kurse können Sie auch als Inhouse-Schulungen buchen.

Informationen zu den aktuellen Kursangeboten finden Sie auf www.polymer.de, im WinGPC-Newsletter oder im Ticker.

Ihr Ansprechpartner:

Jochen Leinweber
Tel.: 06131-96239-30
E-Mail: JLeinweber@polymer.de



PSS-Termine

WinGPC-Anwendertreffen in Mainz

20.09.2007

Software-Schulungskurse in Mainz

Termine siehe nebenan

GPC-Kurs in Mainz

Termine siehe nebenan

Messen und Tagungen

02.07. – 06.07.2007

European Polymer Congress; Portoroz, Slowenien
Vortrag Peter Kilz: "Elucidation of Macromolecular Architecture by Chromatography with Mass- and Structure Sensitive Detectors"

05.08. – 11.08.2007

41st IUPAC World Chemistry Congress; Turin/Italien
Vortrag Peter Kilz: Investigation of the molecular properties of starches for food applications by SEC-MALLS

19.08. – 23.08.2007

234th ACS Meeting & Exposition; Boston/USA
Stand: 1042

Vortrag Dr. Thorsten Hofe: Non-invasive studies of proteins and DNA fragments by SEC and SEC coupling methods (20.08.07 14.30 – 14.50 Uhr; DIVISION: Division of Polymeric Materials: Science & Engineering SESSION: Polypeptide and Protein Materials)

02.09. – 07.09.2007

International Symposium on Ionic Polymerization 2007; Bayreuth

09.09. – 11.09.2007

Bayreuther Polymer Symposium; Bayreuth

16.09. – 19.09.2007

Wissenschaftsforum Chemie 2007, Ulm
Vortrag Dr. Martina Adler: Chromatographische Methoden zur Analyse von komplexen hydrophilen Polymeren (19.09.2007 11.30-11.50 Uhr; Hörsaal 13)

25.09. – 28.09.2007

Ilmac; Basel/Schweiz
Stand: A91 in Halle 1.1

Impressum

Herausgeber: PSS Polymer Standards Service GmbH
Postfach 3368 • D-55023 Mainz

Tel.: 06131-96239-0 • Fax: 06131-96239-11

E-Mail: info@polymer.de • Web: www.polymer.de

Layout und Druck:

odd gmbh grafische betriebe • www.odd.de

Ihre Anschrift

Name:

Firma:

Abteilung:

Straße:

Ort:

Tel.:

Fax:

E-Mail:

Ich möchte Informationen über

- Lichtstreu-Detektor
- dn/dc-Detektor
- Viskosimeter
- RI-Detektor
- UV-Detektor
- GPC-Peripherie (Pumpen, Degaser, Säulenform etc.)
- LC-Spektroskopie-Kopplungstechniken
- WinGPC Unity Software und Module
- Porengrößenanalyse
- GPC-Säulen organisch
- GPC-Säulen wässrig
- GPC-Standards/CRM
- Partikelstandards
- Auftragsanalytik
- Schulungen
- Meine Applikation (Polymere, Lösungsmittel etc.)

Bitte gewünschtes Informationsmaterial ankreuzen.

Damit...

...wir Sie gezielt auf den neuesten Stand bringen können, bitten wir Sie um folgende Angaben:

Arbeitsgebiet

- Analytik u. Cons.
- Automobil
- Bauchemie
- Bildverarb./Druck
- Biotechnologie
- Elastomere/Kautschuk
- Klebstoffe
- Elektrik/Elektronik
- Fasern
- Feed & Food
- Fein- u. Spezialchemie
- Forensik
- Glas/Keramik
- Kosmetik
- Kunststoff Herst.
- Kunststoff Verarb.
- Lacke & Farben
- Medizintechnik
- Mineralöl
- Papier/Holz
- Pharmazie
- Textil & Leder
- Umwelt/Recycling
- Waschm./Tenside
- Wehrtechnik/Luft- u. Raumfahrt

Arbeitsstätte

- Industrie
- Institut
- Universität

Im Bereich

- Analytiklabor
- F&E
- QC
- Einkauf

Ihre Tätigkeit

- Laborleiter
- Abteilungsleiter
- Professor
- Einkäufer
- Laborant
- Student

Anforderung dient zur:

- allgemeinen Information
- Planung für Beschaffung
- Beschaffungszeitraum:

Wir versichern Ihnen, dass Ihre Daten entsprechend den einschlägigen Datenschutzvorschriften behandelt werden. Falls Sie keine weiteren Informationen wünschen, kreuzen Sie bitte dieses Kästchen an:

- Bitte meinen Namen vom Verteiler streichen

Katalog für Standards und Säulen:

- Bitte schicken Sie mir den Katalog per Post

- Bitte schicken Sie mir den Katalog per email:



Was versteht man unter einer Molmassenverteilung?

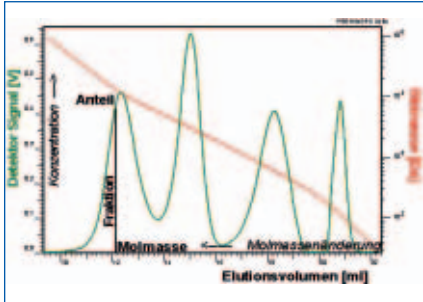


Abb. 1: GPC-Chromatogramm einer Probenmischung (grün) mit überlagerter Kalibrierkurve (rot)

Frage:

Was ist das besondere an Molmassenverteilungen? Wodurch unterscheiden sie sich von Chromatogrammen?

Antwort:

Kunststoffe, Polysaccharide, Proteine, etc. besitzen im Unterschied zu niedermolekularen Verbindungen nicht eine feste Molmasse. Denn sie bestehen aus Mischungen unterschiedlich langer Molekülketten, die alle jeweils eine eigene Molmasse aufweisen. Daher gibt es nicht die Molmasse, sondern nur Molmassenmittelwerte. Die Bestimmung makromolekularer Eigenschaften erfolgt deshalb auch über trennende Verfahren (meist GPC). Die Chromatogramme zeigen die Anteile und die Änderung der Eigenschaftswerte (Abb.1), jedoch nie ausschließlich die Eigenschaften der Probe, sondern immer eine Überlagerung des Einflusses von Analysengerät und der Probe.

Das lässt sich in einem Gedankenexperiment verdeutlichen: die gleiche Probe wird in 2 Labors auf unterschiedlichen Instrumenten mit unterschiedlich langen Säulen gemessen. Die resultierenden Chromatogramme werden sich unterscheiden und man wird ohne Vorkenntnisse nicht vermuten, dass sie die gleiche Probe repräsentieren. Die Molmassenverteilungen der Proben würden sich nicht unterscheiden, denn diese enthalten keine Informationen mehr über das Mess-System. Dadurch erlauben Molmassenverteilungen eindeutigere und unverfälschte Aussagen und bieten einen direkten Vergleich von Produktleistungsprofilen.

Wie erhält man aus GPC-Chromatogrammen Molmassenverteilungen?

1. Das Chromatogramm stellt eine Konzentrationsverteilungskurve dar, bei der die Molmasse zu größeren Retentionszeiten (Elutionsvolumina) abnimmt.
2. Im ersten Schritt wird die Retentionsachse (x-Achse) mit einer Molmassen-Kalibration in eine Molmassenachse umgewandelt.
3. Im zweiten Schritt wird die y-Achse in Massenanteile

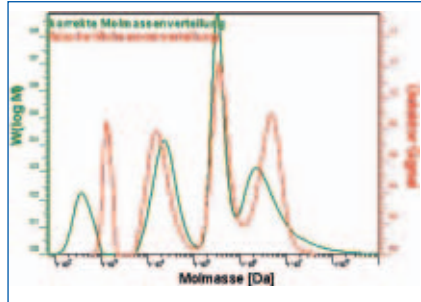


Abb. 2: Überlagerung einer echten (grün) mit einer aus einem HPLC Datensystem falsch berechneten Molmassenverteilung (rot)

le (in einem Molmassenintervall), $w(\lg M)$, umgerechnet. Das ist nötig, da im Chromatogramm Signale nur in einem konstanten Zeitintervall aufgezeichnet werden, für die Molmassenverteilung aber die Konzentration in einem konstanten Molmassenintervall benötigt werden.

Leider sieht man den von kommerziellen Datensystemen erzeugten „Molmassen-Diagrammen“ nicht an, ob es sich wirklich um Molmassenverteilungskurven handelt oder um Chromatogramme, bei denen nur die Retentionszeit in Molmassen umgewandelt wurden. Mit einem einfachen Trick lässt sich das leicht selbst testen:

Injizieren Sie eine Mischung von Polymerstandards mit gleicher Konzentration auf eine GPC Säule (keine linear oder mixed bed Säule verwenden) und erstellen Sie mit dieser eine nicht-lineare Molmassenkalibration (Abb. 1). Werten Sie die Standardsmischung aus und lassen Sie sich die Molmassenverteilung anzeigen. Wenn sich die Peakhöhen und Peakbreiten nicht ändern, zeigt ihr Datensystem keine Molmassenverteilungen, sondern nur umskalierte Chromatogramme (Abb. 2). Dann sind Vergleiche zwischen Labors nur sehr schwer und mit sehr viel Aufwand möglich. Abbildung 2 zeigt deutlich, dass sowohl die Peaklagen (Molmassenmittelwerte) unrichtig sein können, als auch die Peakbreiten (Polydispersitäten).

Die naheliegende Frage ist jetzt natürlich: sind die Molmassenmittelwerte auch falsch?

Nein, das ist im Allgemeinen nicht der Fall. Die Molmassenmittelwerte werden meist nicht aus den Verteilungskurven berechnet und sind daher von diesem Phänomen nicht betroffen.

Ihr Ansprechpartner:

Dr. Daniela Held
Tel.: 06131-96239-41
E-Mail: DHeld@polymer.de



Charakterisierung eines Polyetheretherketons (PEEK)

Seit ihrer Synthese Ende der 70er Jahre stellen die Polyetherketone eine Klasse von Hochleistungskunststoffen mit extrem hohem Schmelzpunkten (PEEK: 334° C) und hoher Chemikalienbeständigkeit dar. Als teilkristalline Thermoplaste finden sie vielfältige Anwendung in Luft- und Raumfahrt sowie im Labor. Für die Analytiker stellen sie aber hohe Anforderungen, da es äußerst schwierig ist, ein geeignetes Lösungs- und Chromatographiemittel zu finden.

Probenvorbereitung

Die Probe wird für 12 Stunden bei 220° C im Autoklaven in einem 1:1 Gemisch aus Phenol und 1,2,4-Trichlorbenzol gelöst.

Analytische Bedingungen

Eluent:	1,2,4-Trichlorbenzol/Phenol 1:1
Säulen:	PSS POLEFIN 10 µm 1 000 Å + 100 000 Å + 1 000 000 Å (je 8 x 300 mm) + Vorsäule
Kalibrierkit:	PSS ReadyCal Polystyrol (M_p : 376 - 2 570 000 g/mol)
Datenerfassung	PSS WinGPC Unity
Detektor:	RI Waters 150C
Flußrate:	1.0 ml/min
Konzentration:	1.6 g/l
Injektionsvolumen:	150 µl
Temperatur:	160° C

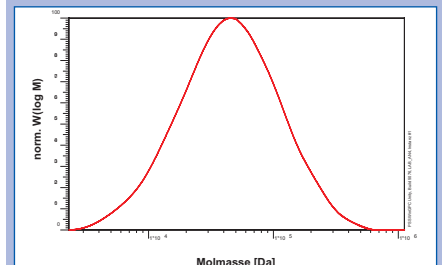


Abb. 1: Molmassenverteilung einer PEEK-Probe

Ergebnis:

Die gefundene Molmasse (M_n : 29 000 g/mol, M_w : 65 000 g/mol) und die Polydispersität von 2.2 liegen im typischen Bereich für Polykondensate (theoretisch: PDI= 2.0). Das PEEK bleibt ab ca. 150° C in Lösung, die hohe Temperatur von 220° C beim Lösen muß einmalig aufgewendet werden, um die Kristallstrukturen aufzubrechen.

Fazit:

Die Mischung aus Phenol/Trichlorbenzol stellt im Vergleich zu anderen möglichen Lösungsmitteln (Dichloressigsäure, Schwefelsäure) noch ein relativ „schoonendes“ System dar. Insbesondere die chromatographischen Systeme werden durch die weniger korrodierenden Lösemittel geschont. Der dn/dc -Wert für PEEK in diesem Gemisch ist ausreichend groß, es können normale Trennsäulen verwendet werden. Prinzipiell kann eine gängige Hochtemperatur-GPC-Anlage für diese Applikation benutzt werden.