

Alternative Lösungsmittel für die Hochtemperatur-Gelpermeationschromatographie (IGF FV 17046 N)

Tibor Macko, Jan-Hendrik Arndt, Robert Brüll

*Fraunhofer Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit, LBF,
Schlossgartenstraße 6, 64289 Darmstadt*

Viele Anwendungseigenschaften von Polyolefinen, den weltweit industriell am häufigsten produzierten Polymeren, hängen ganz entscheidend von der Molmassenverteilung (*molar mass distribution*, MMD) und den daraus resultierenden mittleren Molmassen, M_n , M_w und M_z ab. Diese Werte, welche für die Praxis unverzichtbar sind, werden mittels Hochtemperatur-Größenausschlusschromatographie (*High Temperature-Size Exclusion Chromatography*, HT-SEC), auch als Hochtemperatur-Gelpermeationschromatographie (HT-GPC) bezeichnet, ermittelt. Als mobile Phase für die HT-SEC wird typischerweise 1,2,4-Trichlorbenzol (TCB) eingesetzt. Dieses ist hochgradig bioakkumulativ und darüber hinaus als gewässerschädigend eingestuft sowie möglicherweise carcinogen und mutagen. Gegenwärtig ist die Verwendung von TCB daher bereits rechtlich eingeschränkt und ist nur in bestimmten Bereichen, wie zum Beispiel für Analysezwecke, überhaupt noch zulässig. Ziel des IGF FV 17046 N war es daher, mobile Phasen für die HT-SEC zu identifizieren, deren Toxizität geringer als die von TCB ist, um dieses ersetzen zu können. Angestrebt wurden dabei im Hinblick auf die Umweltverträglichkeit insbesondere halogenfreie Lösungsmittel.

Die Suche nach alternativen Lösungsmitteln wurde bisher vor allem dadurch gehemmt, dass in kommerziell erhältlicher SEC-Instrumentierung primär Brechungsindex-Detektoren (RI-Detektoren) eingesetzt werden. Mit diesen kann jedoch nur bei Verwendung einer kleinen Anzahl von Lösungsmitteln ein zufriedenstellendes Signal-zu-Rausch-Verhältnis bei der Detektion von Polyolefinen erzielt werden. Im Rahmen des Forschungsvorhabens wurde daher erprobt, wie sich ein Verdampfungslichtstreuendetektor (*Evaporative Light Scattering Detector*, ELSD) als Alternative eignet. Dazu wurde zunächst eine ganze Reihe von alternativen, polaren sowie unpolaren Lösungsmitteln für lineares Polyethylen und isotaktisches Polypropylen experimentell identifiziert. Unter Berücksichtigung von Faktoren wie Preis und Toxizität wurden dann einige dieser Lösungsmittel hinsichtlich ihrer Eignung als Alternative zu TCB eingehender untersucht und schließlich testweise für HT-SEC-Untersuchungen von kommerziell relevanten Polyolefin-Proben verwendet. Es konnten zwei Lösungsmittel identifiziert werden, die grundsätzlich geeignet scheinen TCB zu ersetzen, wenn auch nicht für den gesamten Anwendungsbereich von TCB. Damit steht nun eine Methode zur Verfügung, um auch ohne TCB HT-SEC-Untersuchungen durchführen zu können. Weiterhin können in einem kmU durch den Einsatz der neuen Methode direkt Einsparungen erzielt werden, da sich die Ausgaben für Schutzmaßnahmen, wie Einhausungen und Absaugungen deutlich verringern.

Über die im Rahmen des Forschungsvorhabens erforschte Möglichkeit HT-SEC-Untersuchungen in Zukunft ohne das toxikologisch bedenkliche TCB durchführen zu können, ergeben sich aus den Ergebnissen weitere technologische Fortschritte. So konnte die Zahl der für Polyolefine bekannten Lösungsmittel deutlich erhöht werden. Dies eröffnet neue Perspektiven im Bereich der Lösungsmittelgradientenchromatographie (HT-HPLC) von Polyolefinen, einer Methode, die es erlaubt die Zusammensetzungsverteilung von Polyolefinen detailliert zu bestimmen. Auch in Bezug auf Lösungsmittel, die bereits in diesem Bereich verwendet werden, konnten neue Erkenntnisse gewonnen werden, die für quantitative Untersuchungen von großem Interesse sind.

Neben den Anwendern der HT-SEC können Hersteller von ELSDs und Geräten für die chromatographische Untersuchung von Polyolefinen die Ergebnisse nutzen. Zum einen steigern die erhaltenen Ergebnisse die Informationstiefe der von diesen Herstellern angebotenen analytischen Techniken. Zum anderen konnten Möglichkeiten aufgezeigt

werden, wie diese Hersteller ihre Produkte gegenüber der Konkurrenz hervorstechen lassen können, um damit Alleinstellungsmerkmale ihrer Geräte zu schaffen und neue Kundenkreise zu erschließen. Dies garantiert insbesondere in näherer Zukunft deutliche Umsatzzuwächse, da das Interesse an Methoden zur Größencharakterisierung von Polyolefinen ohne TCB unter dem Eindruck eines bald zu erwartenden Verbots des Einsatzes dieses Stoffes auch für analytische Zwecke noch beträchtlich zunehmen wird.

Danksagung und Bestellhinweise

Das IGF-Vorhaben 17046 N der Forschungsvereinigung Forschungsgesellschaft Kunststoffe e.V. (FGK) zum Thema

„Alternative Lösungsmittel für die Hochtemperatur Gelpermeationschromatographie“

wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Für diese Förderung sei gedankt.

Auch für die Unterstützung der Forschungsgesellschaft Kunststoffe e.V. sei gedankt.

Weiterhin danken wir den im projektbegleitenden Ausschuss vertretenen Unternehmen für ihre fachliche Unterstützung.

Die gesamten Forschungsergebnisse können einem umfangreichen Forschungsbericht entnommen werden, der zum Selbstkostenpreis beim Fraunhofer LBF bestellt werden kann. Die Rechnung wird mit dem Bericht zugeschickt.