



GPC módszerfejlesztés kopolimerek molekulatömegének meghatározására

BENEDEK Máté¹, NAGY Tibor¹, KUKI Ákos¹, RÓTH Gergő^{1,2}, ZSUGA Miklós¹, KÉKI Sándor¹

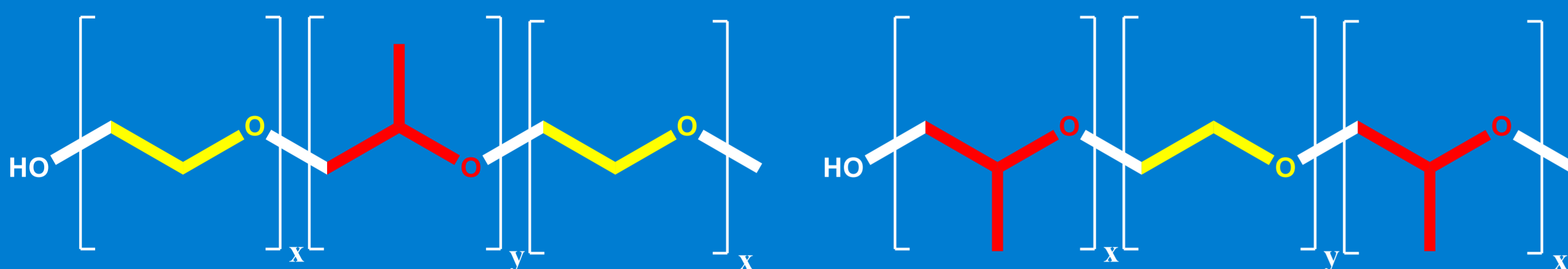
¹ Alkalmazott Kémiai Tanszék, Természettudományi és Technológiai kar, Debreceni Egyetem, Egyetem tér 1, H-4032 Debrecen, Magyarország

² Kémiai Tudományok Doktori Iskola,

Debreceni Egyetem, Egyetem tér 1, H-4032 Debrecen, Magyarország

Bevezetés

Kopolimerek molekulatömegének a meghatározása komoly kihívást jelent, mivel nagy változatosságot mutatnak szerkezetükben és összetételükben is. Az egyik legfontosabb kis molekulatömegű kopolimerek az etilén-oxid–propilén-oxid kopolimerek, melyeket széles körben alkalmaznak az iparban is. Ezért szükség van egy olyan egyszerű módszerre, amivel a molekulatömege meghatározható ezeknek a kopolimereknek. Az abszolút molekulatömegek meghatározása után a cél kapcsolat teremtése a GPC-vel mért adatokkal és az összetétellel, mindezt neurális háló alkalmazásával, mivel az összetettség és a sok változó miatt enélkül nem, vagy csak nagyon nehezen lenne értelmezhető.



1. ábra: Etilén-oxid–propilén-oxid kopolimerek normál és reverz szerkezete

Kísérleti körülmények

A tömegspektrometriás mérések Autoflex Speed MALDI-TOF tömegspektrométerrel (Bruker, Bréma, Németország) lettek kivitelezve. A GPC elválasztás Waters szeparációs modulal, Waters Styragel kolonnával és RI-detektorral történt. A minták metanolban lettek feloldva. Az MS-mérések mátrixát DCTB, míg ionizáló ágensét NaTFA képezte.

Eredmények és diszkusszió

A probléma felderítéséhez különböző etilén-oxid–propilén-oxid kopolimerek abszolút molekulatömegét, összetételét és további polimer jellemzőket határoztunk meg MALDI-TOF MS módszerrel. A tömegspektrometriás eredmények és a GPC kromatogramok közötti kapcsolat feltérképezésére neurális hálót alkalmaztunk. A kutatás eredményeként egy olyan neurális hálót kaptunk, amely kapcsolatot teremt a GPC-vel meghatározott molekulatömeg, az abszolút molekulatömeg és az összetétel között.

Köszönetnyilvánítás

Köszönjük a következő pályázatoknak a munka során nyújtott anyagi segítséget: NKFI FK-132385, valamint a GINOP 2.3.3-15-2016-00021 pályázatoknak, amelyek az Európai Unió támogatásával és az Európai Regionális Fejlesztési Alap társfinanszírozásával valósultak meg. Továbbá munkánkat az MTA Bolyai János Kutatói Ösztöndíj is támogatta ((BO/00212/20/7, Nagy Tibor), a munka az Innovációs és Technológiai Minisztérium ÚNKP-21-05-DE-476 és ÚNKP-21-2-II-DE-227 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült. A TKP2020-NKA-04 számú projekt a Nemzeti Kutatási Fejlesztési és Innovációs Alapból biztosított támogatással, a 2020-4.1.1-TKP2020 pályázati program finanszírozásában valósult meg.

Név	Elm. M_n (g/mol)	GPC M_n (g/mol)	MS M_n (g/mol)	EO%
PI. L121	4000	4580	5220	10
PI. RPE1720 (régebbi)	2130	1790	2170	20
PI. RPE1720 (újabb)	2130	2100	2390	20
PI. L64	3000	2680	3230	40
PI. 6400	3000	2440	2780	40
F68	9000	8040	9100	80
... (30+)				

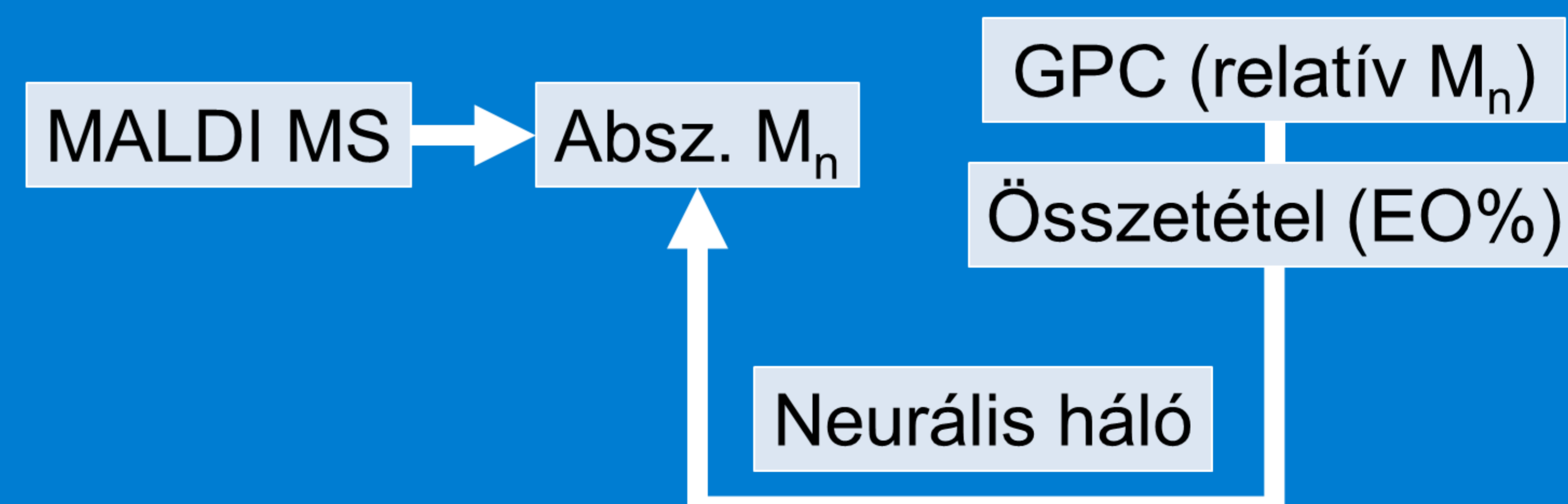
1. táblázat: Néhány kopolimer összetétele és különböző módszerekkel meghatározott molekulatömege

Név	Elm. M_n (g/mol)	GPC M_n (g/mol)	MS M_n (g/mol)	EO%	Mest. int. M_n (g/mol)
PI. 31R1	3440	3480	3790	10	3880
PI. PE6100	2000	1800	2040	10	2110
PI. PE6400	3000	2440	2780	40	2960

2. táblázat: Neurális hálóval ellenőrzésként kapott molekulatömeg

Összefoglalás

Kimutattuk, hogy a GPC mérések és az etilén-oxid-tartalom ismeretében meghatározható a Pluronic kopolimerek abszolút molekulatömege a megfelelő neurális háló alkalmazásával. Ez a neurális háló és a GPC módszer alkalmazható etilén-oxid–propilén-oxid poloxamer kopolimerek abszolút tömegének meghatározására.



2. ábra: A kutatási eredmények vizuális összefoglalása

Referencia

[1] Nagy, T.; Kuki, Á.; Zsuga, M.; Kéki, S. Mass-Remainder Analysis (MARA): a New Data Mining Tool for Copolymer Characterization. *Anal. Chem.* 2018, 90 (6), 3892-3897

[2] Kuki, Á.; Nagy, T.; Hashimov, M.; File, S.; Nagy, M.; Zsuga, M.; Kéki, S. Mass Spectrometric Characterization of Epoxidized Vegetable Oils. *Polymers* 2019, 11 (3), 394