

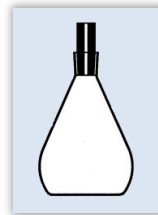


## Bestimmung der Dichte

Die Dichte dient in verschiedenen Anwendungsgebieten zur Kennzeichnung von Material- oder Produkteigenschaften, wie z.B. der Konzentration. Die Bestimmung zählt zu den am häufigsten angewandten gravimetrischen Verfahren im Labor. Zu unserem Repertoire gehört die Messung der Dichte mittels Pyknometer und mittels Schwingungsmessgerät (Biegeschwinger).

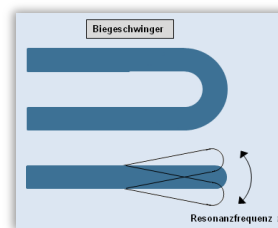
### Pyknometer:

- Volumen-kalibrierter Glaskolben
- Sehr genaues Verfahren
- Geeignet für Festkörper, Pulver, Granulate, Flüssigkeiten, Dispersionen



### Schwingungsmessgerät:

- Messung der Eigenfrequenz der Probe
- (homogene) Flüssigkeiten
- Temperaturbereich: -10 bis 80°C

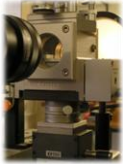


### Prüfmethoden:

DIN EN ISO 2811/1	Beschichtungsstoffe – Pyknometer-Methode
DIN EN ISO 2811/3	Beschichtungsstoffe – Schwingungsverfahren
DIN EN ISO 1183/1	Nicht-verschäumende Kunststoffe – Pyknometer-Methode
ISO 8130/3	Pulverlacke – Pyknometer-Methode
ISO 1675	Flüssigharz – Pyknometer-Methode
ISO 2781	(Thermoplastische) Elastomere
ISO 845	Schaumstoffe aus Kautschuk und Kunststoffen: Bestimmung der Rohdichte

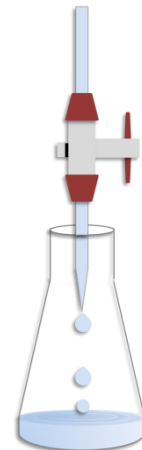
## Bestimmung der Dichte unter erhöhtem Druck / erhöhter Temperatur

Aufgrund der Kompressibilität von Stoffen ist die Dichte neben der Temperatur auch von dem Druck abhängig. Unser Messsystem besteht aus einem druckfesten und temperaturstabilen Schwingungsmessgerät und erlaubt Dichtemessungen bis 140°C und 400 bar. Mittels der Tait-Gleichung lassen sich diese Werte im Allgemeinen bis mind. 1.000 bar verlässlich extrapolieren.

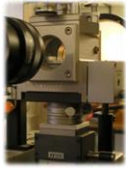


### Bestimmung chemischer Kennzahlen

Chemische Kennzahlen finden in vielen Gebieten Anwendung wie der Qualitätssicherung, dem Bereich F&E und der Konkurrenzmusteranalytik. Unser Repertoire umfasst die volumetrische Charakterisierung von Polymeren/Kunststoffen nach standardisierten Methoden.



Prüfmethoden:	
DIN EN ISO 4629	Bindemittel für Beschichtungsstoffe: Bestimmung der Hydroxylzahl – Titrimetrisches Verfahren
DIN EN ISO 3681	Bindemittel für Beschichtungsstoffe: Bestimmung der Verseifungszahl – Titrimetrisches Verfahren
DIN EN ISO 1061	Kunststoffe (Weichmacherfreies Celluloseacetat): Bestimmung der freien Säure
DIN EN ISO 3001	Kunststoffe (Epoxid-Verbindungen): Bestimmung des Epoxid-Äquivalents
DIN EN ISO 2114	Kunststoffe (Polyester) und Beschichtungsstoffe (Bindemittel): Bestimmung der partiellen Säurezahl und der Gesamtsäurezahl
DIN EN ISO 1264	Kunststoffe (Vinylchlorid-Homo- und Copolymerisate): Bestimmung des pH-Wertes des wässrigen Extraktes
ISO 14900	Kunststoffe (Polyole): Bestimmung der Hydroxylzahl
	Bestimmung des Substitutionsgrades von Celluloseacetat nach E.Samios



### GPC/SEC

Die Gelpermeationschromatographie (GPC oder auch SEC, size exclusion chromatography) ist das am weitesten verbreitete Verfahren der Polymeranalytik. Dabei wird das Polymer in einem Eluenten gelöst und in einer Trennsäule, die mit porösem Material gefüllt ist, fraktioniert. Die Fraktionierung des Polymeren beruht ausschließlich auf geometrische Poreneffekte, d.h. die Trenngröße bei diesem Verfahren ist das hydrodynamische Volumen des Polymeren. Mittels unterschiedlicher Detektoren wird das Polymer analysiert.

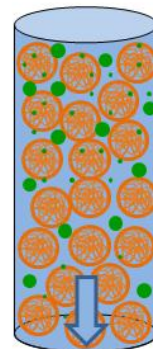
In unserem Haus stehen zwei GPC-Anlagen zur Verfügung. Im Folgenden sind die einzelnen Spezifikationen aufgeführt:

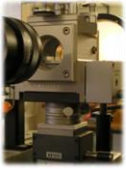
#### Wässrige Gelpermeationschromatographie

- Analyt: Polyelektrolyte, nicht-ionische wasserlösliche Polymere, Polysaccharide
- Probenmenge ~100 mg
- Molmassenbereich:  $10^3 - 10^6$  g/mol
- Eluent: wässrige Salzlösung, ggf. MeOH/H<sub>2</sub>O-Gemisch
- Detektoren: UV-Detektor, RI-Detektor
- Konventionelle Kalibrierung mit Dextran  
⇒ Molmassenmittelwert ( $M_w$ ,  $M_n$ ), Polydispersität PDI
- Universelle Kalibrierung mittels Viskosimetrie  
⇒  $M_w$ ,  $M_n$  und PDI für weitere Polymere zugänglich

#### Organische Gelpermeationschromatographie

- Analyt: in THF oder Toluol lösliche Polymere
- Probenmenge ~ 100 mg
- Molmassenbereich:  $10^3 - 10^6$  g/mol
- Eluent: Tetrahydrofuran, Toluol
- Detektoren: UV-Detektor, RI-Detektor
- Konventionelle Kalibrierung mit Polystyrol, Polymethylmethacrylat  
⇒ Molmassenmittelwert ( $M_w$ ,  $M_n$ ), Polydispersität PDI
- Universelle Kalibrierung mittels Viskosimetrie  
⇒  $M_w$ ,  $M_n$  und PDI für weitere Polymere zugänglich



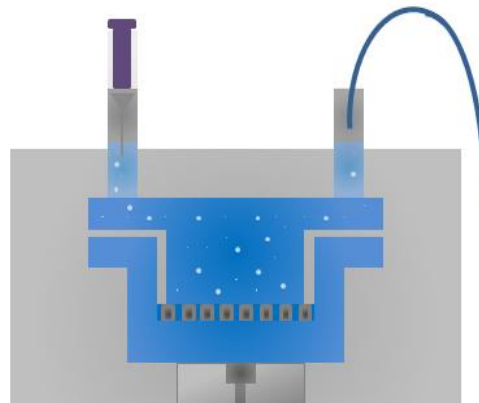


### Osmose

Die Membranosmetrie ist ein Verfahren zur Bestimmung der Molmasse von Polymeren. Das Phänomen der Osmose beschreibt das Bestreben eines Lösungsmittels durch eine semipermeable Membran hindurch in eine Lösung zu wandern. Durch Detektion des so entstehenden osmotischen Druckes kann das zahlenmittlere Molekulargewicht  $M_n$  des Polymeren ermittelt werden.

Im Folgenden sind die Spezifikationen unseres Membranosmometers aufgeführt.

- Analyt: wasser- und organolösliche Polymere, Nanopartikel-Dispersionen
- Probenmenge ~ 100 - 500 mg
- Molmassenbereich:  $10^4$  -  $10^5$  g/mol
- Gerät: GONOTEC Membranosmometer OSMOMAT 090
- Lösungsmittel: Wasser, wässrige Salzlösungen, organische Lösungsmittel
- Membran: Cellulose-Triacetat (cut-off 5.000, 10.000, 20.000 g/mol), regenerierte Cellulose (cut-off 20.000 g/mol)
- Messung des osmotischen Druckes in Abhängigkeit der Polymerkonzentration
  - ⇒ Bestimmung des absoluten Molekulargewichts  $M_n$
  - ⇒ Bestimmung des  $A_2$ -Wertes (2. Virialkoeffizient): Aufschluss über Lösungsmittelgüte



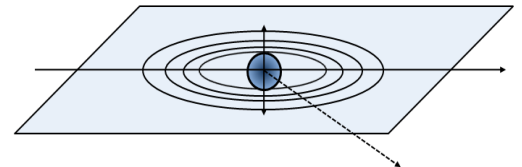


### Statistische Lichtstreuung

Mit Hilfe der statischen Lichtstreuung (SLS) können die Moleküle in Polymerlösungen umfassend analysiert werden. Es handelt sich dabei um eine Absolutmethode, welche die Streuintensität winkelabhängig detektiert (Mittelung über die Zeit).

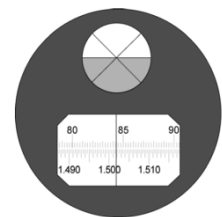
Im Folgenden sind die Spezifikationen unserer Lichtstreuanlage aufgeführt:

- Gerät: modifizierte Fica50
- Messtemperatur: 5°C bis 80°C
- Wellenlänge des Lasers: 632 nm
- Absolutes Molekulargewicht  $M_w$
- Mittlerer Gyrationradius  $\langle R_g \rangle$
- Bestimmung des  $A_2$ -Wertes (2. Virialkoeffizient): Aufschluss über Lösungsmittelgüte



### Abbe-Refraktometer

Der Brechungsindex (Brechzahl) ist eine optische Materialeigenschaft, wobei es sich dabei um eine dimensionslose physikalische Größe handelt. Sie gibt an, um welchen Faktor die Wellenlänge und die Phasengeschwindigkeit des Lichts in dem zu vermessenden Medium kleiner sind als im Vakuum.



Zur Bestimmung des Brechungsindex verwenden wir ein sog. Abbe-Refraktometer. Das Messprinzip beruht auf der Tatsache, dass der Grenzwinkel der erhaltenen Totalreflexion an einer Grenzfläche vom Brechungsindex der beteiligten optischen Medien abhängig ist. Das von E. Abbe entwickelte Refraktometer ermöglicht eine präzise Grenzwinkelbestimmung mit einer dünnen Flüssigkeitsschicht, die zwischen den Glasprismen aufgetragen wird.

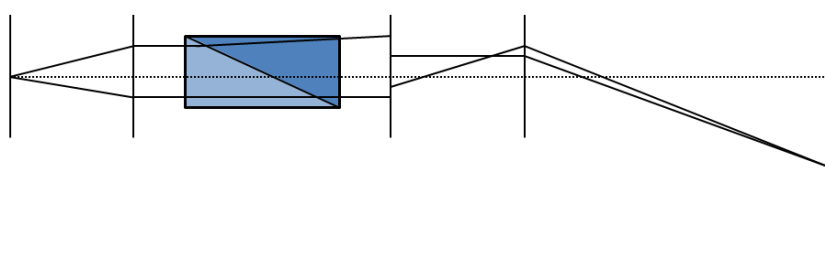
Der Brechungsindex kann je nach zu vermessenden Medium stark temperaturabhängig sein. Daher wird das Messgerät während der Messung thermostatisiert.



### Differentialrefraktometer

Unter dem Brechungsindexinkrement  $dn/dc$  versteht man die Abhängigkeit des Brechungsindex von der Konzentration. Die Messgröße wird in vielen Bereichen benötigt, z.B. bei der Auswertung von Lichtstreuungsmessungen, bei der Messung der Sedimentation in Ultrazentrifugen und bei der Messung der Diffusion.

Für diese Anwendungen reicht die Messgenauigkeit eines Abbe-Refraktometers meist nicht aus. Daher verwenden wir in unserem Haus ein Präzisionsdifferentialrefraktometer nach O. Bodmann.



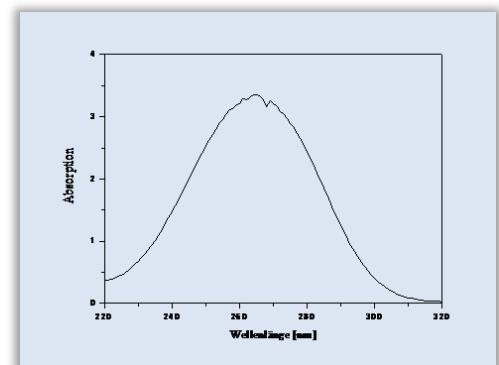
### UV/Vis-Spektrometer

Wir messen mit einem Zweistrahl-Spektrometer mit einem Wellenlängenbereich von 190 bis 1.100 nm. Die Zweistrahl-Optik ermöglicht es uns, die Messlösung und die Referenzlösung (reines Lösungsmittel) simultan zu messen.

Mit Hilfe der UV/Vis-Spektroskopie können wir folgende Untersuchungen anbieten:

#### Absorptionsspektrum

Die Absorptionsspektroskopie kann sowohl in der **qualitativen** als auch in der **quantitativen Analytik** eingesetzt werden: Aufgrund der Form und der Lage der Absorptionsbanden können qualitative Aussagen über das Molekül gemacht werden, was z.B. bei der Strukturaufklärung genutzt werden kann. Eine wichtige Anwendung in der quantitativen Analytik ist die Identifizierung und Charakterisierung von bestimmten Molekülgruppen.



## Zeitabhängige Messungen

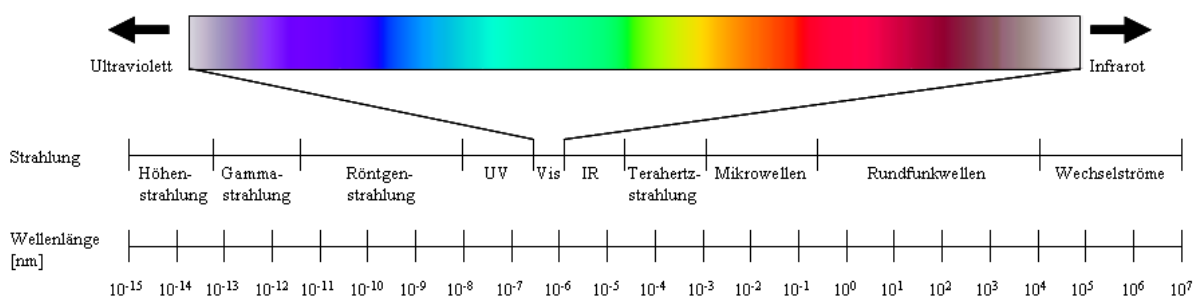
Zeitabhängige Messungen der Absorption ermöglichen die Verfolgung der **Reaktionskinetik**. Durch die Auftragung der Absorption als Funktion der Zeit kann die Reaktionsordnung und die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante durch Anpassung des Geschwindigkeitsgesetzes an die experimentellen Daten ermittelt werden.

## Wellenlängenabhängige Messungen

Die Messung der Absorption einer Substanz bei verschiedenen Wellenlängen kann zur **Reinheitsprüfung** eingesetzt werden. Erhält die Probe keine Verunreinigungen, bleibt das Verhältnis der Absorption bei verschiedenen Wellenlängen gleich. Sollte die zu untersuchende Substanz verunreinigt sein, ändert dies das Wellenlängenverhältnis, vorausgesetzt, dass die Verunreinigung auch in dem Wellenlängenbereich absorbiert.

## Ermittlung der Konzentration

Die photometrische Konzentrationsbestimmung einer Probe erfolgt über eine Kalibrationskurve. Dafür werden die Absorptionen von Referenzlösungen mit bekannter Konzentration gemessen und gegen die Konzentration aufgetragen. Meist folgen die Kalibrationskurven dem Lambert-Beer'schen Gesetz, d.h. es sind Geraden, die durch den Ursprung der Auftragung laufen.





## Kontakt

### Geschäftsleitung

WEE-Solve GmbH  
Auf der Burg 6  
D-55130 Mainz

Telefon: +49 (0) 6131 49 48 644  
Telefax: +49 (0) 6131 49 48 648  
E-Mail: [info@wee-solve.de](mailto:info@wee-solve.de)

### Laboratorien

WEE-Solve GmbH  
Wöhlerstr. 2-6  
Gebäude B  
D-55120 Mainz

## Impressum

WEE-Solve GmbH

vertreten durch Dr. John Eckelt - Geschäftsführer

Auf der Burg 6  
55130 Mainz  
Deutschland

Telefon: +49 (0) 6131 49 48 644  
Telefax: +49 (0) 6131 49 48 648  
E-Mail: [info@wee-solve.de](mailto:info@wee-solve.de)

Handelsregister-Nummer: Amtsgericht Mainz HRB 40955  
Steuernummer: 26/671/0314/4  
Umsatzsteueridentifikationsnummer: DE255212689