

AUFTRAGSANALYTIK

GPC/SEC

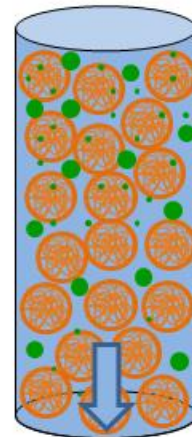
Die Gelpermeationschromatographie (GPC oder auch SEC, size exclusion chromatography) ist das am weitesten verbreitete Verfahren der Polymeranalytik. Dabei wird das Polymer in einem Eluenten gelöst und in einer Trennsäule, die mit porösem Material gefüllt ist, fraktioniert. Die Fraktionierung des Polymeren 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:

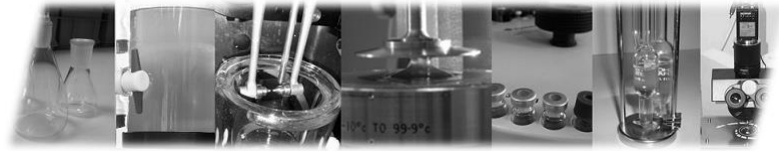
Wässrige Gelpermeationschromatographie

- Analyt: Polyelektrolyte, nicht-ionische wasserlösliche Polymere, Polysaccharide
- Probenmenge ~100 mg
- Molmassenbereich: $10^3 - 10^6$ g/mol
- Eluent: wässrige Salzlösung, ggf. MeOH/H₂O-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, Toluol oder DMSO 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

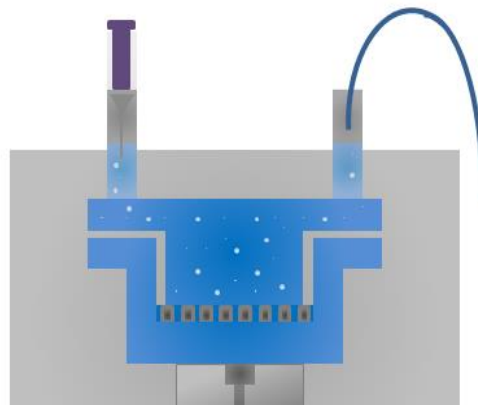


Osmose

Die Membranosmometrie 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.

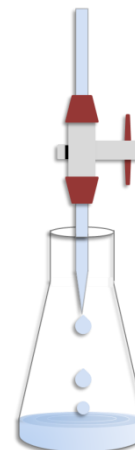
- Analyt: wasser- und organolösliche Polymere, Nanopartikel-Dispersionen
- Probenmenge ~ 100 - 500 mg
- Molmassenbereich: 10^4 - 10^5 g/mol
- Gerät: GONOTEC Membranosmometer OSMOMAT 090
- Lösungsmittel: Wasser, wässrige Salzlösungen, organische Lösungsmittel
- Membran: Cellulose-Triacetat (cut-off 5.000, 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





Bestimmung chemischer Kennzahlen

Chemische Kennzahlen finden in vielen Gebieten Anwendung wie der Qualitätssicherung, dem Bereich F&E und der Konkurrenzanalytik. 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
	Quantitative Bestimmung von Chlorid- und Bromidionen (Titration nach Mohr)



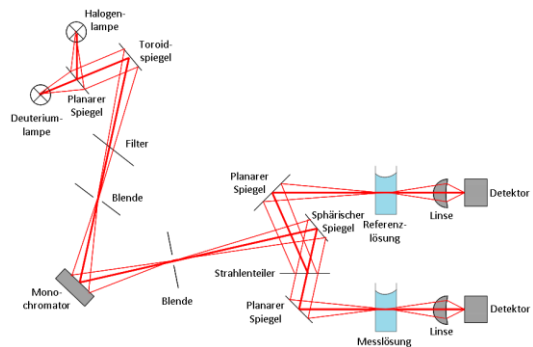
Bestimmung physikalischer Kenngrößen

Physikalische Kenngrößen werden in den Gebieten Qualitätssicherung und Sicherheitsdaten sowie im Bereich Forschung & Entwicklung benötigt. Wir können folgende Messmethoden anbieten:

Absorptionsspektroskopie (UV/Vis)

Wir messen mit einem Zweistrahl-Spektrometer mit einem Wellenlängenbereich von 190 bis 1.100 nm. Mit Hilfe der UV/Vis-Spektroskopie können wir folgende Untersuchungen anbieten:

- Absorptionsspektrum
- Zeitabhängige Messung der Absorption (z.B. Reaktionskinetik)
- Wellenabhängige Messung der Absorption (z.B. Reinheitsprüfung)
- Konzentrationsbestimmung

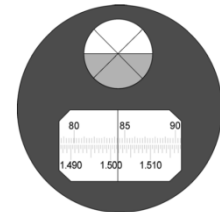


Brechungsindex

Die Bestimmung des Brechungsindex erfolgt mittels **Abbe-Refraktometer**.

Prüfmethoden:

DIN EN ISO 489	Kunststoffe - Bestimmung des Brechungsindex
ISO 1739	Butter - Bestimmung des Fett-Brechungsindex (Referenzmethode)

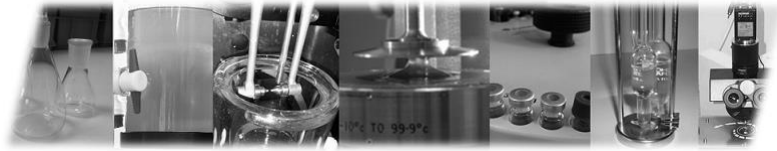


Bestimmung des Dampfdrucks

Der Dampfdruck stellt sich ein, wenn sich ein Gas in einem abgeschlossenen System mit der dazugehörigen Flüssigkeit im thermodynamischen Gleichgewicht befindet. Die Bestimmung des Dampfdruckes erfolgt in einem Doppelmantel-Glasgefäß nach der VERORDNUNG (EG) Nr. 440/2008 DER KOMMISSION vom 30.05.2008. Die Bestimmung kann sowohl nach der statischen als auch nach der dynamischen Methode durchgeführt werden.

- Probenvolumen: ca. 20 mL
- Temperaturbereich: 5 ... 60°C (niedrigere/höhere Temperaturen auf Anfrage)



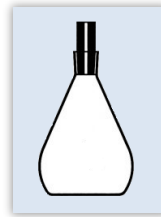


Bestimmung der Dichte

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).

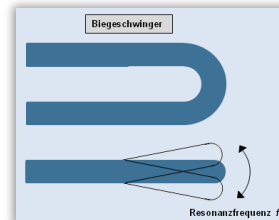
Pyknometer:

- 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

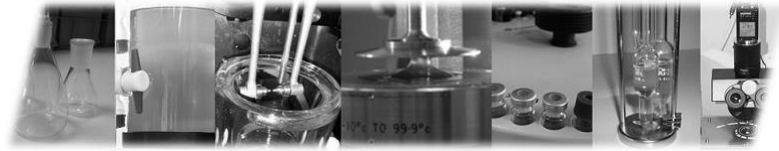


Prüfmethoden:

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

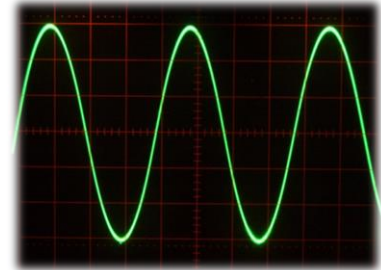
Bestimmung der Dichte unter erhöhtem Druck / erhöhter Temperatur

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 des Dipolmoments

Das Dipolmoment ist ein Maß für die räumliche Ladungstrennung im Molekül (Stärke des Dipolcharakters). Zur Bestimmung des Dipolmoments steht uns für organische Flüssigkeiten das Dipolmeter WTW Modell DM01 mit einem Messfrequenz von 2 MHz zur Verfügung. Mit Hilfe eines Dipolmeters können das Dipolmoment und die Dielektrizitätskonstante einer flüssigen Probe bei einer bestimmten Temperatur gemessen werden.



Gefrierpunktserniedrigung

Die Gefrierpunktserniedrigung bezeichnet das Phänomen, dass der Gefrierpunkt / Schmelzpunkt von Lösungen niedriger liegt als der der reinen Flüssigkeit. Zur Bestimmung der Gefrierpunktserniedrigung steht uns ein Doppelmantel-Glasgefäß zur Verfügung. Durch langsames Abkühlen der Probenflüssigkeit bzw. der reinen Flüssigkeit kann der Gefrierpunkt und die daraus resultierende Gefrierpunktserniedrigung ermittelt werden.

Temperaturbereich: ...-40°C

(auf Anfrage auch andere Temperaturen möglich)

Mögliche Parameter, die mittels Gefrierpunktserniedrigung bestimmt werden können:

- Molekulargewicht
- zahlenmittleres Molekulargewicht (Polymere/Oligomere)
- Osmolalität



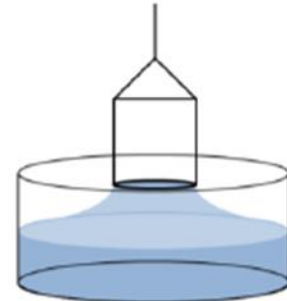


Oberflächen-/Grenzflächenspannung

Die Bestimmung der Oberflächenspannung einer Flüssigkeit und der Grenzflächenspannung zwischen zwei Flüssigkeiten erfolgt mittels der **Ringmethode nach Du Noüy**. Wir messen auf Wunsch nach der OECD GUIDELINES FOR THE TESTING OF CHEMICALS #115.

Messmethode:

Bei der Messung der Oberflächen- bzw. der Grenzflächenspannung wird die an einem mit der Flüssigkeit benetzten Ring wirkende Kraft gemessen, die beim Bewegen des Ringes von einer in die andere Phase durch die Spannung der herausgezogenen Flüssigkeitslamelle entsteht. Liegt bei der Herausbewegung des Rings die Lamelle senkrecht zur Ringebene, tritt ein Kraftmaximum auf, welches mit der Oberflächen- bzw. der Grenzflächenspannung korreliert. Das Kraftmaximum wird mit Hilfe eines elektronischen Kraftsensors ermittelt.



Schmelzpunkt

Die Bestimmung des Gefrierpunktes erfolgt nach OECD GUIDELINES FOR THE TESTING OF CHEMICALS #102.

Siedepunkt

Die Bestimmung des Siedepunktes erfolgt nach OECD GUIDELINES FOR THE TESTING OF CHEMICALS #103.

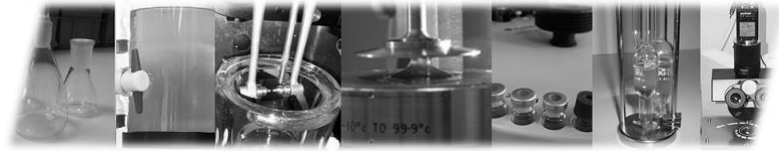
Außerdem kann der Destillationsverlauf nach DIN EN ISO 3405 bzw. ASTM D86 bestimmt werden.



OECD/EU-Methoden

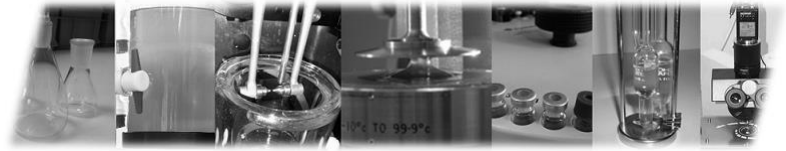
Die OECD (*Organisation for Economic Cooperation and Development*) hat im Rahmen der Chemikalienprüfung standardisierte Analysemethoden entwickelt. Wir liefern Ihnen folgende physikalisch-chemischen Prüfungen, um Ihre Substanz zu charakterisieren oder für die Erstellung von sicherheitsrelevanten Daten:

Norm	Beschreibung
OECD 101	UV/Vis-Absorptionsspektrum
OECD 102	Schmelzpunkt
OECD 103	Siedepunkt
OECD 104	Dampfdruck
OECD 105	Wasserlöslichkeit
OECD 112	Dissoziationskonstante in Wasser
OECD 114	Viskosität
OECD 115	Oberflächenspannung
OECD 118	Zahlenmittleres Molekulargewicht und Molekulargewichtsverteilung von Polymeren mittels Gelpermeationschromatographie
OECD 119	Niedermolekulare Anteile von Polymeren mittels Gelpermeationschromatographie
OECD 122	Azidität und Alkanität



Zusätzlich bieten wir folgende Analysen zur Bestimmung der physikalisch-chemischen Eigenschaften nach VO(EG)440/2008, Anhang A an:

Norm	Beschreibung
A.1	Schmelz-/Gefriertemperatur
A.2	Siedetemperatur
A.3	Relative Dichte
A.4	Dampfdruck
A.5	Oberflächenspannung
A.6	Wasserlöslichkeit
A.8	Verteilungskoeffizient
A.18	Zahlengemittelte Molmasse und Molmassenverteilung von Polymeren
A.19	Niedermolekulare Anteile von Polymeren
A.20	Lösungs-/Extraktionsverhalten von Polymeren in Wasser



KONTAKT

Geschäftsleitung

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

Telefon: +49 (0) 6131 49 48 644
E-Mail: 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 / 4948-644
E-Mail: info@wee-solve.de

Handelsregister-Nummer: Amtsgericht Mainz HRB 40955
Umsatzsteueridentifikationsnummer: DE255212689