

WEE-Solve GmbH



Service provider for polymer fractionation / purification,
rheological measurements, and contract research.

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

<http://www.wee-solve.de>
email: info@wee-solve.de
Tel.: +49 (0) 6131 / 49 48 644



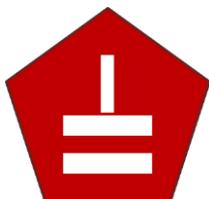
Inhalt



Polymer Fraktionierung / Reinigung

3

Veränderung der Molekulargewichtsverteilung
Fallbeispiele



Rheologie / Viskosimetrie

6

Standardmessung und Auftragsforschung

Viskosimetrie
Rheologie
Druckrheologie
Dehnrheologie

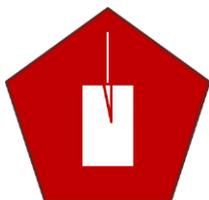


Auftragsforschung

13

Physiko-chemische Eigenschaften von Polymeren

Phasendiagramme
Eintrübungsverhalten
Dampfdruckmessung
Morphologie unter Scherung



Auftragsanalytik

16

GPC/SEC
Osmose
Chemische Kennzahlen
Physikalische Kenngrößen



Schulungen

25

Rheologie
(Kapillar)Viskosimetrie



POLYMER-FRAKTIONIERUNG / REINIGUNG

Veränderung der Molekulargewichtsverteilung

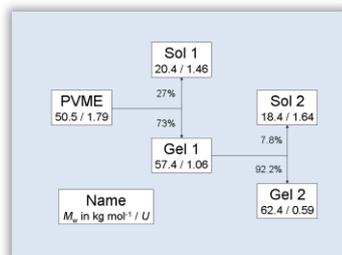
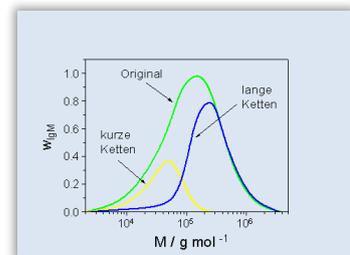
Aufgrund der zunehmend anspruchsvolleren Aufgaben von Polymeren in den Bereichen Medizin, Kosmetik und Technik werden immer höhere Anforderungen an deren Eigenschaften gestellt. Oft stören breite Molmassenverteilungen oder andere Verunreinigungen. Durch die Fraktionierung sind wir in der Lage, unerwünschte Bestandteile im technischen Maßstab abzutrennen und dadurch die Eigenschaften von Polymeren zu optimieren.



Veränderbare Eigenschaften:

- Viskosität
- Dichte
- Kristallinität, Glastemperatur
- Reinheit
- Flüchtigkeit
- Lagerstabilität
- Brechungsindex
- Abbau, „Lebensdauer“
- Haut-/Nierengängigkeit
- Inflammatorisches Verhalten
- Rest-Oligomergehalt
- etc.

Die Fraktioniermethode basiert auf einer flüssig-flüssig Phasenseparation und ist damit prinzipiell auf alle löslichen Polymere anwendbar. Die Phasenseparation wird induziert, indem die Lösungsmittelgüte einer ursprünglich homogenen Polymerlösung herabgesetzt wird. Dabei bilden sich zwei Phasen, die zum einen die langkettigen (Gel-Phase) und zum anderen die kurzkettigen Polymer-Anteile oder auch niedermolekulare Verunreinigungen (Sol-Phase) beinhalten.



Durch Wahl der Fraktionierungsparameter (Temperatur, Zusammen-setzung) lässt sich der „Schnitt“ durch die Molekulargewichtsverteilung beeinflussen. Engere Molekulargewichtsverteilungen erhält man durch wiederholte Fraktionierung.



Fallbeispiele

Die Gründe für eine Polymerfraktionierung sind so unterschiedlich wie die Anwendung der Polymere selber. Die folgenden Beispiele stammen daher aus sehr unterschiedlichen Bereichen.

Aufarbeitung / Reinigung von biologisch hergestellten Polymeren

Mittels der Polymerfraktionierung lassen sich die niedermolekularen Bestandteile aus biologisch hergestellten Polymeren abtrennen und sich die Wertstoffe so in hoher Reinheit gewinnen.

Anwendungen in der Medizin

Bei der Verwendung von *Hydroxyethylstärke* als Blutplasmaexpander stören sowohl die kurzen als auch die langen Ketten. Die kurzen Ketten verlassen den Körper sehr schnell durch die Nieren und sind daher ineffektiv. Die langen Ketten sind hingegen gar nicht mehr nierengängig und werden in die Haut eingelagert, wo sie Juckreize verursachen.

Ein anderes bekanntes Beispiel ist *Hyaluronsäure*, die bei Augenoperationen als Viskoelastikum oder bei Arthroseerkrankungen als natürlicher „Schmierstoff“ zur Anwendung kommt. Durch Fraktionierung können die Eigenschaften gezielt eingestellt werden.

Störende Bestandteile bei Photolacken

Photolacke wie z.B. *Novolak* werden bei der Herstellung von elektronischen Schaltplatten in Mikro- und Submikrometerbereich verwendet. Dabei stören oligomere Bestandteile, da sie noch ausreichend flüchtig sind und sich daher an ungewollten Stellen abscheiden können. Dadurch verhindern sie eine weitergehende Miniaturisierung. Durch Abtrennung der oligomeren Bestandteile kann dieses Problem gelöst werden.

Filterstaub bei der Membranherstellung

Bei der Herstellung von Filtrations-Membranen (z.B. aus *Celluloseacetat* oder *-nitrat*) entsteht oft sogenannter Filterstaub, der die Poren der Membran zusetzt und so die Performance deutlich herabsetzt. Zudem kann der Filterstaub herausgelöst werden und ins Filtrat gelangen. Der Filterstaub besteht aus dem kurzkettigen Membranmaterial und wird bei dem Herstellungsprozeß nach dem Phaseninversionsprinzip an die Oberfläche der entstehenden Membran transportiert, wo er ausfällt und die Poren blockiert. Eine Entfernung der kurzkettigen Bestandteile reduziert die Bildung von Filterstaub deutlich.



Herstellung von Proben unterschiedlicher Molmasse

Durch die Fraktionierung einer breitverteilten Probe lassen sich Fraktionen mit unterschiedlicher Molmasse gewinnen. Dies ist zum Beispiel sinnvoll, wenn die Beziehungen zwischen den Eigenschaften des Polymers und der Molmasse untersucht werden sollen, aber keine geeigneten Synthesemöglichkeiten zur Verfügung stehen. Ein bekanntes Beispiel für eine molekulargewichtsabhängige Eigenschaft wird durch die Kuhn-Mark-Houwink-Beziehung beschrieben, die die Abhängigkeit der Intrinsischen Viskosität von der Kettenlänge wiedergibt.

Lebensdauer des Kunststoffes

Oft reduzieren bestimmte Bestandteile eines Polymeren dessen Lebensdauer. Dies können z.B. die kurzkettigen Anteile des Polymeren selber (,da sie als Weichmacher fungieren oder die Endgruppen einen negativen Einfluß haben) oder sonstige Verunreinigungen sein. Durch die Polymerfraktionierung können diese störenden Bestandteile entfernt oder auf eine ausreichendes Maß reduziert werden.

Fraktionierung nach der Chemie

Co-Polymere (wie z.B. *Polystyrolacrylnitril*, *SAN*) weisen oft nicht nur eine Verteilung des Molekulargewichts, sondern zusätzlich auch eine Verteilung der chemischen Zusammensetzung auf. Unter bestimmten Umständen lassen sich solche Polymere auch nach der Chemie fraktionieren und sich so die Eigenschaften für bestimmte Anwendungen optimieren.

Fraktionierung nach der Architektur

Bei der Synthese von komplexeren Architekturen, wie z.B. verzweigte Polymere oder Sterne entstehen oft auch lineare Ketten oder Sterne mit geringerer Armzahl als ungewollte Nebenprodukte. Mittels der Fraktionierung lassen sich diese Bestandteile entfernen.

Standards für analytische Zwecke

Durch wiederholte Fraktionierung lassen sich aus breitverteilten Polymeren auch Proben mit sehr geringen Uneinheitlichkeiten erhalten. Diese Proben können dann als Standards, wie z.B. bei der Gelpermeationschromatographie (GPC/SEC) verwendet werden.

Die hier aufgeführten Fallbeispiele der Polymerfraktionierung wurden während der Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter im Arbeitskreis von Prof. B. A. Wolf an der Johannes Gutenberg-Universität Mainz durchgeführt. Es handeln sich dabei um bereits veröffentlichte Arbeiten.



RHEOLOGIE / VISKOSIMETRIE

Viskosimetrie

Die Kapillarviskosimetrie gilt als die genaueste Messmethode zur Bestimmung der Viskosität von newtonischen Flüssigkeiten. Dabei wird die Zeit gemessen, die eine definierte Flüssigkeitsmenge benötigt um durch eine Kapillare mit bekannten Abmessungen zu fließen. Der Flüssigkeitsmeniskus wird mittels Lichtschranken registriert, womit eine präzise Messung der Durchflusszeit gewährleistet ist.



Im Polymerbereich wird die Kapillarviskosimetrie zur Bestimmung der Viskositätszahl und der Intrinsischen Viskosität sowie des K-Werts benutzt. Mit diesen Werten lässt sich das Molekulargewicht ermitteln, welches eine der wichtigsten Größen zur Charakterisierung von Polymeren ist.

Messgrößen:

- Intrinsische Viskosität (auch: Staudinger-Index, Grenzviskositätszahl)
- Viskositätszahl
- K-Wert (Fikentscher)
- Viskositätsindex
- Quellungsgrad von Partikeln
- Relative Viskositätsänderung, spezifische Viskosität
- Inhärente Viskosität
- Relative Viskosität, Viskositätsverhältnis
- Kinematische Viskosität
- Dynamische Viskosität



Prüfmethoden:

DIN EN ISO 1157	Bestimmung der Viskositätszahl und des Viskositätsverhältnisses: Celluloseacetat in verdünnter Lösung (Dichlormethan/Methanol) bei 25°C
DIN EN ISO 1628/1-6	Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter: Teil 1: Allgemeine Grundlagen Teil 2: Polyvinylchlorid (PVC) in Cyclohexan bei 25°C Teil 3: Polyethylen (PE) und Polypropylen (PP) in Decahydronaphthalin bei 135°C Teil 4: Polycarbonat (PC) in Dichlormethan bei 25°C Teil 5: Polyethylenterephthalat (PET) in <i>m</i> -Kresol, Phenol/1,2-Dichlorbenzol, Phenol/1,1,2,2-Tetrachlorethan, <i>o</i> -Chlorphenol, Dichloressigsäure bei 25°C Teil 6: Polymethylmethacrylat (PMMA) in Chloroform bei 25°C
ISO 307	Bestimmung der Viskositätszahl für Polyamid (PA) in Schwefelsäure, Ameisen-säure, <i>m</i> -Kresol, Phenol, 1,1,2,2-Tetrachlorethan oder Phosphorsäure bei 25°C
SNV 195 598	Bestimmung der Viskositätszahl von Cellulose in EWN-Lösungsmittel
ASTM D4603	Determining Inherent Viscosity of PET by Glass Capillary Viscometer
ASTM 5525	Measuring solution viscosity of Polymers with a Differential Viscometer

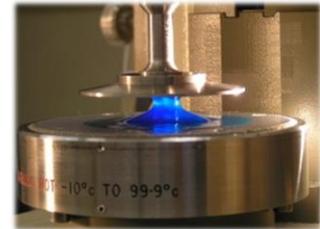
Die kapillarviskosimetrischen Messmethoden können auch an die Wünsche unserer Kunden angepasst werden, z.B. durch die Wahl des Lösungsmittels oder der Messtemperatur. Wir verfügen über ausführliche Informationen zu Kuhn-Mark-Houwink-Parametern, so dass eine Umrechnung von Intrinsischen Viskositäten in die entsprechenden Molmassen in sehr vielen Fällen möglich ist.



Rheologie

Die Rheologie beschreibt das Fließ- und Deformationsverhalten unter mechanischer Belastung. Es ist für viele Produkte in den Bereichen Coatings, Lebensmittel, Kunststoffe, Kosmetik, Pharma u.v.a. von maßgeblicher Bedeutung.

Neben rheologischen und viskosimetrischen Standardmessungen bearbeiten wir für Sie auch komplexe rheologische Fragestellungen, z.B. die Entwicklung von Messprozeduren für die Bereiche F&E oder Qualitätskontrolle. In der folgenden Tabelle sind einige messtechnische Begriffe den Produkteigenschaften gegenübergestellt.



Messprozeduren / Messgrößen:

Rotationsversuche:

- Einpunktmessung bei konst. Scherrate
- Fließkurve
- Thixotropie
- Standard-Qualitätskontrolle
- Pumpfähigkeit, Verstreichbarkeit, Fließgrenze
- Verlauf- und Ablaufverhalten, Ansteifen

Oszillationsversuche:

- Amplitudentest
- Frequenztest
- Zeitversuch
- Lagerstabilität
- Kunststoffverarbeitung
- Gelieren, Aushärten

Prüfmethoden:

DIN EN ISO 3219	Viskositätsmessung mit Zylinder- und Kegel/Platte-Messgeometrie
ISO 6721/10	Oszillationsversuche mit Platte/Platte-Messgeometrie
ASTM D 4440	Polymerschmelzen, gemessen mit Oszillationsversuchen
ASTM D 4473	Aushärtung von Harzen, gemessen mit Oszillationsversuchen

Für eine detaillierte Übersicht unserer Angebote und Messprozeduren, können Sie sich gerne auf unserer Homepage weiter informieren: www.wee-solve.de.



Druckrheologie

Druck-Rotationsrheometer

Die Spezifikationen unseres Druck-Rotationsrheometer:

- Druckbereich: Atmosphärendruck bis 150 bar
- Temperaturbereich: RT ... 300°C
- Rheometer: MCR 102 (Anton Paar Germany GmbH)
- Messsysteme: Zylinder-, Flügel- und Platte/Platte-Messsysteme
- Füllvolumen: Messzelle bis zu 20 mL



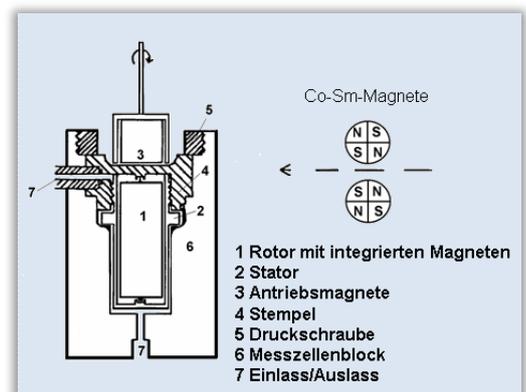
Mit freundlicher Genehmigung der
Anton Paar GmbH

Druckrheometer für extrem hohe Drücke

Wir verfügen über spezielle Rheometer zur Messung unter Drücken bis max. 2.000 bar. Das **Druck-Rotationsrheometer** ermöglicht die Messung von Flüssigkeiten mit Viskositäten ab ca. 10 mPas bis max. 100 Pas. Das **Kugelrollviskosimeter** eignet sich besonders für dünnflüssige Proben mit idealviskosem Fließverhalten. Typische Proben sind Lösungen in flüssigen oder überkritischen Gasen oder in Lösungsmitteln oberhalb der Siedetemperatur.

Rotationsrheometer mit Zylinder-Messzelle:

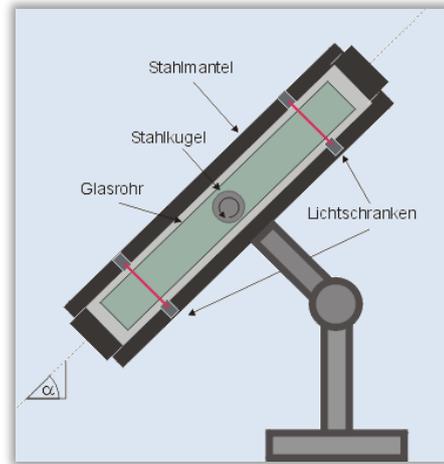
- Spezialkonstruktion aus Inconel
- Rotorantrieb über Magnetkupplung
- Druckbereich: bis 1.000 bar
- Temperaturbereich: -40 bis 300°C
- Messung von mittel- bis hochviskosen Proben



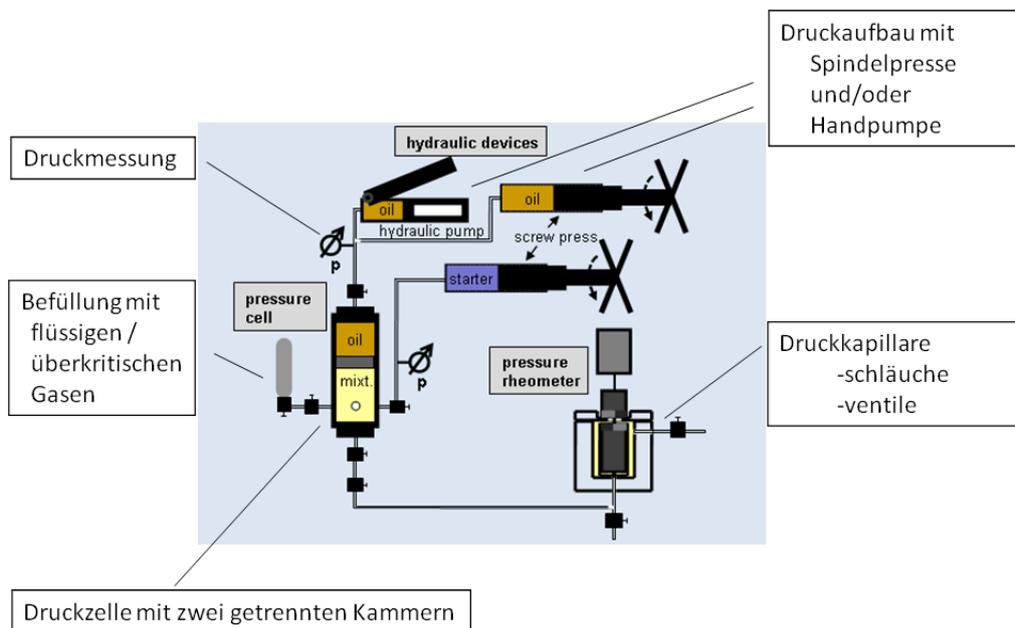


Kugelrollviskosimeter:

- Druckfeste Stahlzelle
- Glasrohr mit geringer Rauigkeit
- Präzisionskugel (Stahl oder Glas)
- Druckbereich: bis 2.000 bar
- Temperaturbereich: 0 bis 130°C
- Messung von niederviskosen Proben



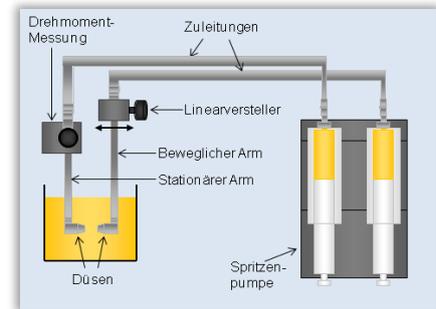
Unsere Ausrüstung umfasst komplexes Zubehör, um die Handhabung von Proben unter Druck zu ermöglichen, wie z.B. für die Untersuchung einer reduktiven Mischung gezeigt (siehe Abbildung).





Dehnrheologie

Die **Dehnaviskosität** ist ein wichtiger Parameter bei verschiedenen Applikationen, z.B. bei Sprays (Coating und Kosmetik), Druckertinten oder Jet-Treibstoffen (Verneblung) sowie im Lebensmittelbereich. Diese Eigenschaft ist interessant, wenn **Dehnströmungen** auftreten.



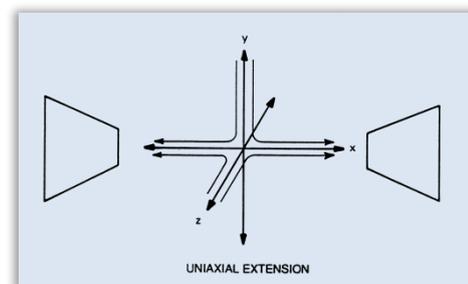
Immer dann, wenn sich der Querschnitt eines Strömungskanals ändert, handelt es sich bei der Strömungsform nicht um eine (reine) Scherströmung, sondern es gibt - mehr oder weniger - Anteile einer Dehnströmung. In diesen Fällen spielt die Dehnaviskosität für das Fließverhalten eine wichtige Rolle. Die Dehnaviskosität unterscheidet sich von der üblicherweise gemessenen Scherviskosität; dieser Unterschied kann für Proben mit einfachem Fließverhalten berechnet werden. Bei komplexeren Proben, die z.B. Polymere enthalten, muss die Dehnaviskosität gemessen werden.

Ein typisches Beispiel für eine Dehnströmung ist der Aus-/Eintritt einer Flüssigkeit aus/in eine Düse. Das Messprinzip unseres Dehnaviskosimeters beruht auf der Messung von Strömung und Kräften einer solchen Düsen-Strömung.

Dehnrheometer: Rheometrics RFX Fluid Analyzer

- Dehnaviskosität flüssiger Proben
- Messprinzip: gegenüberliegende Düsen
- Uniaxiale Dehnströmung
- Änderung der Dehnrates durch Variation von Düsendurchmesser und Pumpgeschwindigkeit

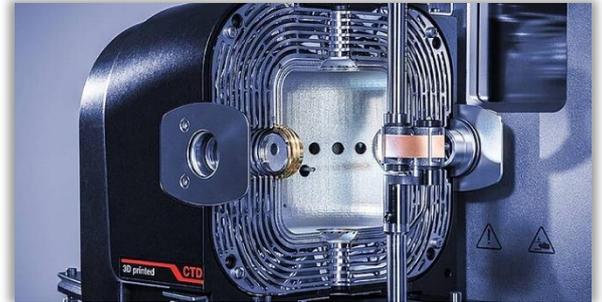
Das Dehnrheometer Rheometrics RFX eignet sich zur Messung der Dehnaviskosität von Flüssigkeiten, deren Scherviskosität im Bereich von 50 mPas bis ca. 10 Pas liegt. Je nach Viskosität der Probe können Dehnrates bis 10.000 1/s erreicht werden.





Dehnrheologische Untersuchungen an Folien und Filmen

Dehnrheologische Untersuchungen an Folien, Filmen und Fasern wird ermöglicht durch eine Universal-Dehnhalterung (UXF) in Kombination mit einem Luftlagerreometer. Die Messungen liefern Information zur Temperaturstabilität, Schrumpfung, Erholung und Sprödigkeit des Materials.



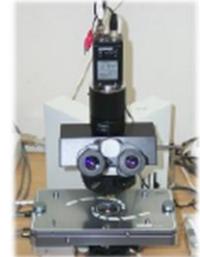
Mit freundlicher Genehmigung der
Anton Paar GmbH

Bei der Universal-Dehnhalterung (UXF) handelt es sich um ein kombiniertes Messsystem mit einer rotierenden und einer stationären Trommel. Mit Hilfe eines Konvektionsofen können deformations- oder schubspannungskontrollierte DMA-Versuche über einen großen Temperaturbereich durchgeführt werden.



AUFTRAGSFORSCHUNG

Mit unserer Auftragsforschung können wir auf die individuellen Fragestellungen unserer Kunden eingehen. Sie profitieren dabei von unserer langjährigen praxisbezogenen Forschungstätigkeit an der Johannes Gutenberg-Universität Mainz. Unter anderem bieten wir folgende Messtechniken als Dienstleistung an:

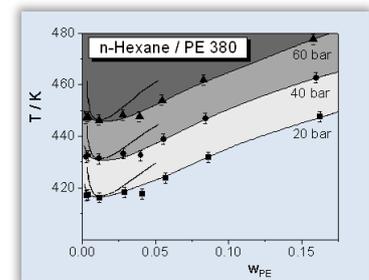


Phasendiagramme

Die meisten synthetischen Polymerprodukte werden in flüssigen Systemen hergestellt und weiterverarbeitet. Die Kenntnis über das physikalisch-chemische Verhalten dieser Systeme in Abhängigkeit von Druck, Temperatur und Scherkräften ist daher für die Optimierung der Arbeitsbedingungen essentiell. Diese Informationen lassen sich in einem Phasendiagramm übersichtlich darstellen.

Unter Druck

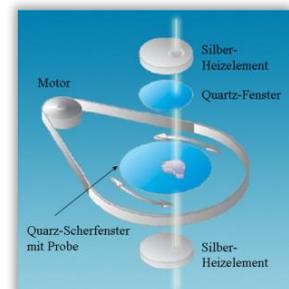
In der industriellen Praxis spielt die Löslichkeit von Substanzen eine große Rolle. Dabei werden Lösungsmittel z.T. oberhalb ihrer Siedepunkte verwendet. Zur Bestimmung der Löslichkeit oder allgemein des Phasenverhaltens stehen uns Druckzellen mit Fenstern zur Verfügung, in denen die Mischbarkeit festgestellt werden kann.



Unter Scherung

Bei vielen Anwendungen ist das Phasenverhalten unter Scherung von Bedeutung. Z.B. sollen homogene Lösungen bei einer maschinellen Verarbeitung, bei der in der Regel hohe Scherraten auftreten, normalerweise nicht entmischen.

Die Detektion des Phasenverhaltens können wir mit zwei Methoden messen. Zum einen verfügen wir über eine **optische Scherzelle** CSS 450 (Fa. Linkam Scientific, GB) in Kombination mit einem Durchlichtmikroskop. Im Folgenden sind die Spezifikationen unserer Apparatur aufgeführt:



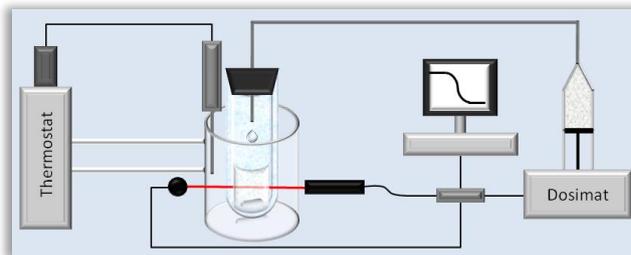
- Durchlichtmikroskop BX 50 (Fa. Olympus)
- CCD-Kamera Jai M 10 (Fa. Jai, Dänemark)
- Platte/Platte-Geometrie (Spaltbreite: 5 - 2.500 μm)
- Temperaturbereich: 20 - 450°C
- Scherrate: 0,003-7.500 1/s

Zum anderen lassen sich Änderungen des Phasenverhaltens von flüssigen Systemen **rheologisch** nachweisen. Durch Messung der Viskosität als Funktion der Scherrate (Fließ- bzw. Viskositätskurve) können Übergänge im Phasendiagramm als sprunghafte Änderung der Viskosität detektiert werden.

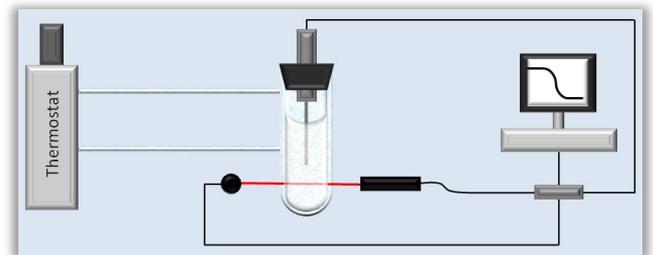


Eintrübungsverhalten

Zur Analyse des Eintrübungsverhaltens insbesondere von Polymerlösungen stehen uns zwei Anlagen zur Verfügung, um Eintrübungskurven in Abhängigkeit der Zusammensetzung und der Temperatur zu ermitteln. Der Standard-Temperaturbereich liegt in beiden Fällen bei 15 bis 190°C. Weitere Temperaturbereiche sind auf Anfrage möglich.



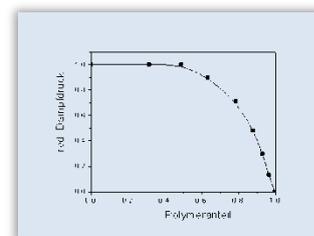
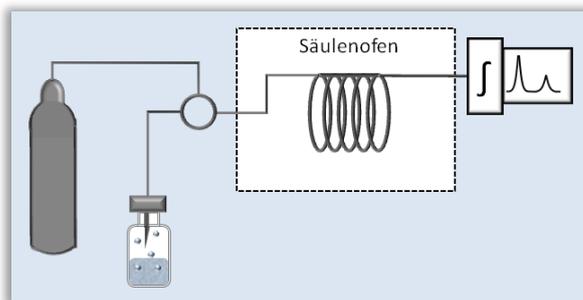
In Abhängigkeit der Zusammensetzung



In Abhängigkeit der Temperatur

Dampfdruckmessung

Die Dampfdrücke der Polymerlösungen bzw. Kolloidsuspensionen werden mit einer Methode gemessen, bei der die Kombination eines Headspace-Samplers mit einem Gaschromatographen verwendet wird. Die Messmethode dient zur Quantifizierung von Wechselwirkungen zwischen Polymer und Lösungsmittel.



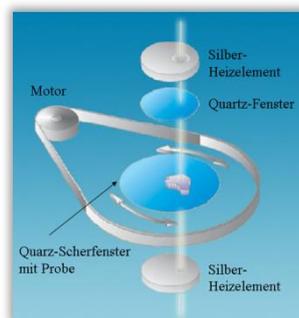
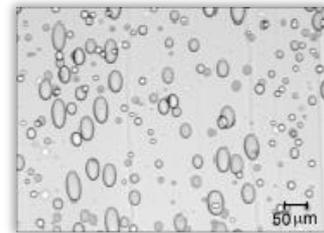


Morphologie unter Scherung

Unsere Messapparatur ermöglicht die Beobachtung von komplexen Flüssigkeiten bezüglich ihrer Strukturdynamik unter temperaturkontrollierter Scherung, z.B. Vergrößerung binärer Flüssigkeiten während ihrer Phasenseparation, scherinduziertes Mischen oder Entmischen von Polymerblends, Defektdynamik von Flüssigkristallen, Aggregation von roten Blutkörperchen und ihre Deformation während der Scherung / Fluss etc.

Das Messsystem besteht aus einem Durchlichtmikroskop und einer optischen Scherzelle. Die genauen Spezifikationen sind hier aufgeführt:

- optische Scherzelle CSS 450 (Fa. Linkam Scientific, GB)
- Durchlichtmikroskop BX 50 (Fa. Olympus)
- CCD-Kamera Jai M 10 (Fa. Jai, Dänemark)
- Platte/Platte-Geometrie (Spaltbreite: 5 - 2.500 μm)
- Temperaturbereich: 20 - 450°C
- Scherrate: 0,003-7.500 1/s





AUFTRAGSANALYTIK

GPC/SEC

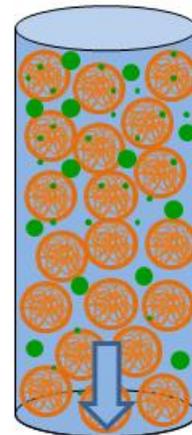
Die Gelpermeationschromatographie (GPC oder auch SEC, size exclusion chromatography) ist das am weitesten verbreitete Verfahren der Polymeranalytik. Dabei wird das Polymer in einem Eluenten gelöst und in einer Trennsäule, die mit porösem Material gefüllt ist, fraktioniert. Die Fraktionierung des Polymeren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

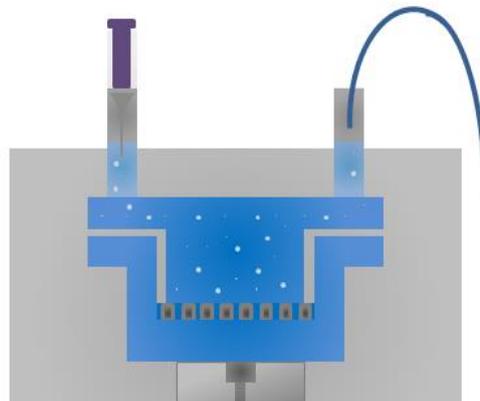


Osmose

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)



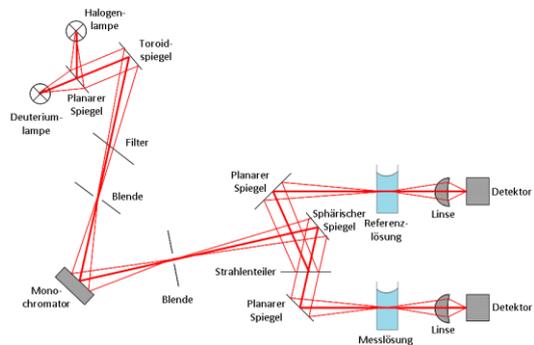
Bestimmung physikalischer Kenngrößen

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

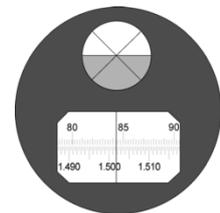


Brechungsindex

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)



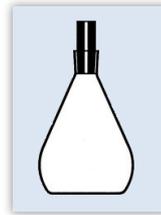


Bestimmung der Dichte

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).

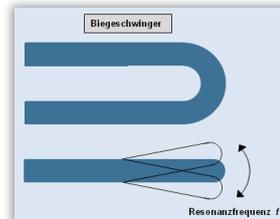
Pyknometer:

- 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

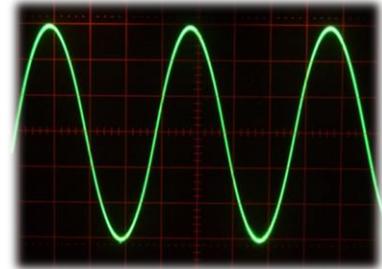
Bestimmung der Dichte unter erhöhtem Druck / erhöhter Temperatur

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 einer 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



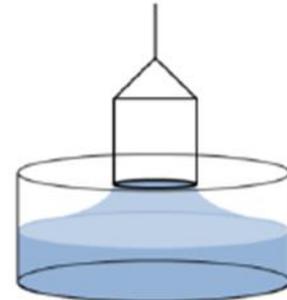


Oberflächen- / Grenzflächenspannung

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



SCHULUNGEN

Die WEE-Solve GmbH bietet Ihnen flexible kundenspezifische Schulungen zu folgenden Themen an:

- (Kapillar-) Viskosimetrie
- Rheologie

Die Seminare können sowohl als Inhouse-Schulungen Ihrer Mitarbeiter vor Ort als auch in unseren Laboren durchgeführt werden.

Zu jeder abgeschlossenen Schulung erhalten alle Teilnehmer ein Teilnehmer-Zertifikat.

Die Inhalte werden individuell an Ihre Wünsche angepasst. Bitte sprechen Sie uns an!





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

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
Telefax: +49 (0) 6131 / 4948-648
E-Mail: info@wee-solve.de

Handelsregister-Nummer: Amtsgericht Mainz HRB 40955
Umsatzsteueridentifikationsnummer: DE255212689