

## 9 Experimentelle Methoden

### 9.1 ThFFF

Die ThFFF-Experimente wurden mit einem Polymer Fractionator Modell T-100 der Firma FFFractionation, LLC (Salt Lake City, Utah, USA) durchgeführt. Der Kanalfluss wurde mit einer programmierbaren HPLC-Doppelkolbenpumpe L-7100 der Firma Merck/Hitachi (Darmstadt, Deutschland) erzeugt. Die Detektion erfolgte mit einem MALLS und konzentrationssensitiven Detektoren wie UV/VIS-Detektor spectroMonitor 3000 (Fa. LDC/Milton Roy, Analytical GmbH, Gelnhausen, Deutschland), RI-Detektor RI-71 (Fa. Merck, Darmstadt, Deutschland) und/oder ELSD. Alle verwendeten Lösemittel (p. a.) wurden über 0,2  $\mu\text{m}$ -Membranfilter filtriert und im Ultraschallbad entgast.

### 9.2 AF<sup>4</sup>

Die AF<sup>4</sup>-Messungen erfolgten mit einem Komplettsystem Modell AF<sup>4</sup> der Firma postnova analytics (München, Deutschland). Das Eluens wurde vor der Verwendung über 0,2  $\mu\text{m}$ -Membranfilter filtriert und online entgast. Die Detektion erfolgte mit einem MALLS und ELSD.

### 9.3 MALLS

Die statische Lichtstreuung ist eine Absolutmethode zur Bestimmung von Molmassen und Größen von Polymeren, Partikeln, etc.. Beim Vielwinkelstreulichtphotometer (MALLS) erfolgen die Messungen simultan bei 18 Winkeln ( $2^\circ$ - $158^\circ$ ). Ein HeNe-Laser, welcher Licht der Wellenlänge  $\lambda_0 = 632,8 \text{ nm}$  emittiert, dient dabei als Lichtquelle.

In dieser Arbeit wurde ein DAWN DSP Streulichtphotometer der Firma Wyatt Technology Corp. (Santa Barbara, Californien, USA) eingesetzt.

#### 9.4 ELSD

Das Eluat wird im ELSD zuerst in einem Stickstoff- oder Druckluftstrom vernebelt und anschließend das Lösemittel in einem beheizten Rohr verdampft. Die verbleibenden Polymermoleküle (Mikropartikel) passieren einen Lichtstrahl und das erzeugte Streulicht wird mittels eines Photomultipliers registriert.

Das hat den Vorteil, dass auch Polymere ohne UV-Aktivität nachgewiesen und Eluentien, die nicht UV-transparent sind, eingesetzt werden können.

Ein Nachteil ist die Nichtlinearität zwischen Detektorsignal und Probenkonzentration im Bereich höherer Konzentrationen. Die untersuchten Polymere wurden jedoch immer mit den gleichen, geringen Konzentrationen gelöst, so dass diese Eigenschaft vernachlässigt werden konnte.

Die Messungen wurden mit einem ELSD Sedex 45 der Firma ERC (Vitry/Seine, Frankreich) durchgeführt. Die Temperaturen des Verdampfungsrohres variierten je nach verwendetem Lösemittel zwischen 65-85°C, der Druckluftstrom betrug  $2 \cdot 10^5$  Pa.

#### 9.5 FTIR-Spektrometer

Die infrarot-spektroskopischen Untersuchungen wurden mit einem FTIR-Spektrometer Vector 22 der Firma Bruker-Saxonia (Leipzig, Deutschland) durchgeführt. Die Proben wurden mittels Dünnschichttechnik auf Siliziumscheiben präpariert.