

Präzise dn/dc Bestimmung mit 2 Wellenlängen

Die exakte Kenntnis des spezifischen Brechungsindexinkrements in Lösung für Lichtstreuuntersuchungen von großer Bedeutung, da das dn/dc bei der Bestimmung der Molmasse quadratisch eingeht (siehe Gleichung 1). Das spezifische Brechungsindexinkrement stellt hierbei keine universelle Konstante dar, sondern ist eine Funktion der Wellenlänge, der Temperatur und des verwendeten Lösungsmittels.

$$LS = RI \cdot M \cdot \left(\frac{dn}{dc} \right)^2 \quad \text{Gleichung 1}$$

LS = gemessene Streuintensität
 RI = Responsefaktor RI-Detektor
 M = Molmasse
 c = Einwaagekonzentration
 (dn/dc) = spezifisches Brechungsindexinkrement des Polymeren in Lösung

Für die exakte Molmassenanalyse aus LS Messungen muss das spezifische Brechungsindexinkrement dn/dc unter den für die Lichtstreuung gültigen Bedingungen, also bei der selben Wellenlänge des Lasers der für die Lichtstreuung eingesetzt wird, bestimmt werden.

Kommerziell erhältliche Laser-Lichtstredetektoren arbeiten bei Wellenlängenbereichen zwischen 435nm und 690nm.

Gl.1 zeigt, dass das spezifische Brechungsindexinkrement auf die Molmassenbestimmung mittels Streulichtmessungen einen großen Einfluss hat.

Tabelle 1 zeigt die Wellenlängenabhängigkeit des dn/dc für Polystyrol in THF. Das dn/dc steigt zwischen 633nm und 488nm um bis zu 8% an. Berücksichtigt man dieses nicht, so kann der resultierende Molmassenfehler 60% und mehr betragen.

Als Konsequenz für Streulichtmessungen folgt, dass exakte Molmassenmittelwerte aus LS Messungen nur zu erwarten sind, wenn die Bestimmung des dn/dc-Wertes bei identischer Wellenlänge erfolgt. Unterschätzt man diesen Zusammenhang, so kann dies z.B. dann zu großen Problemen führen, wenn mittels Lichtstreuungsmessungen sichergestellt werden soll, dass bestimmte Molmassengrenzwerte von Polymeren bei

Wellenlänge	dn/dc (Polystyrol in THF)	dn/dc Unterschied (%)	Molmassen-Fehler (%) ¹⁾ (aus LS Messungen)	Molmassen (Polystyrol)
633 nm	0,185	0	0	100.000
545 nm	0,192	3,78	11	89.000
488 nm	0,2	8,1	17	83.000

Tabelle 1: Abhängigkeit des spezifischen Brechungsindexinkrements von der Wellenlänge und der mögliche Fehler bei LS Messungen

Präzise dn/dc Bestimmung mit 2 Wellenlängen

bestimmten Anwendung einzuhalten sind. Mit dem neuen ScanRef Dualdetektor bietet PSS als einziger Anbieter einen Zweiwellenlängen – Brechungsincrement Detektor an. Dem Anwender wird damit die Möglichkeit gegeben, das spezifische Brechungsindexinkrement bei zwei unterschiedlichen Wellenlängen zu bestimmen und anschließend das dn/dc für jede gewünschte Wellenlänge zu extrapolieren (Abb. 1).

Diese konzeptionell neue Lösung liefert neben mehr Datensicherheit für Lichtstreuendaten eine Reihe weiterer Vorteile gegenüber konventionellen Systemen:

- sehr präzise Bestimmung der dn/dc -Werte
- einsetzbar für on-line (GPC-Kopplung) und offline (batch Messungen)
- basiert auf interferometrischem Meßprinzip
- operiert mit zwei Wellenlängen (633nm und 544nm)
- moderne scanning Technik kontrolliert Laserfluktuation
- beinhaltet eine Meßzelle und eine Referenzzelle
- temperierbar bis 70°C
- Wellenlängenwechsel auf Knopfdruck

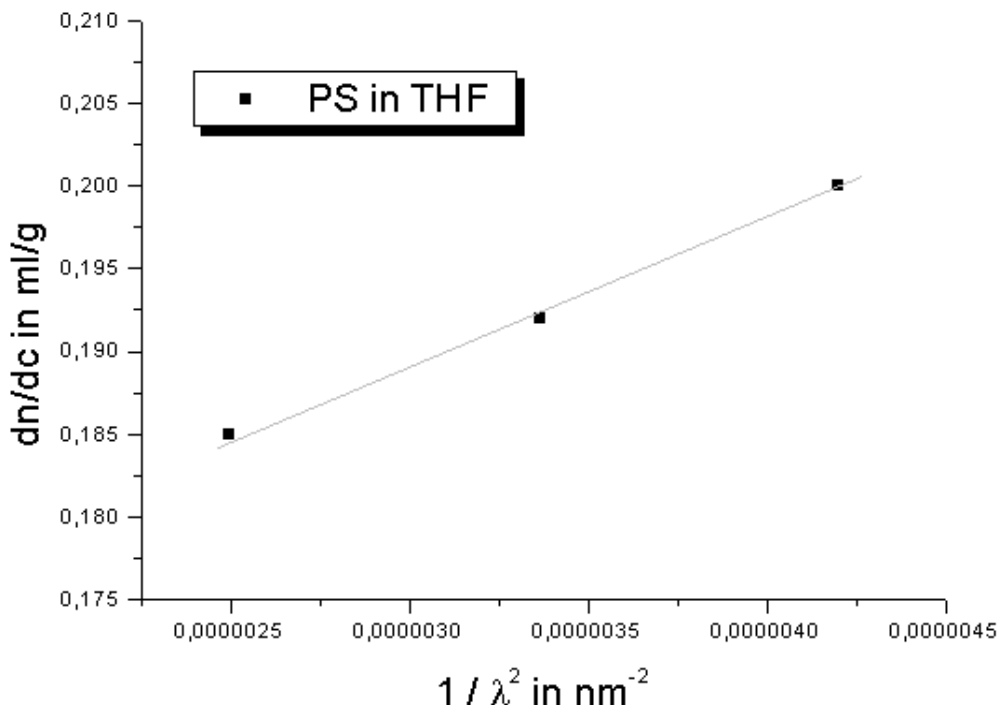


Abbildung 1: Wellenlängenabhängigkeit des dn/dc von Polystyrol in THF