18 Experimenteller Teil

18.1 Reinigung der Lösungsmittel und der Monomere

Die Reinigung der Lösungsmittel erfolgte nach Literaturangaben /34/. Das von der Fa. Herberts (Wuppertal) gelieferte tech. Xylol wurde ohne vorherige Reinigung eingesetzt. Die Monomere wurden, wie von der Fa. Herberts geliefert, eingesetzt. Das für die kinetischen Versuche verwendete HEMA wurde durch Destillation im Vakuum vom Inhibitor befreit. Bei allen durchgeführten Versuchen wurde Argon 4.6 als Schutzgas verwendet.

18.2 Aufbereitung der Polymerproben

Die erhaltenen Copolymere wurden, wenn nicht anderes angegeben, zuerst an der Vakuumpumpe von Lösungsmittel- und Monomerresten befreit, mit Wasser gewaschen und erneut an der Pumpe bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Die Polymerproben, welche gaschromatographisch untersucht werden sollten, wurden im Verhältnis 1 zu 10 in Aceton gelöst.

18.3 Gaschromatografische Untersuchungen

Die gaschromatographischen Untersuchungen im Rahmen der Umsatzbestimmung erfolgten auf einem Gerät der Fa. Hewlett Packard vom Typ 5730 A. Als Trennsäule wurde eine Kapillarsäule der Fa. Altech (Katalog Nr. 13789 AT-502,2) verwendet. Die Länge war 30 m bei einem Durchmesser von 0,32 mm. Die Stärke der stationären Phase war 1,8 µm. Es wurde folgendes Temperaturprogramm gefahren:

isotherm: 16 min. bei 100°C
Aufheizung auf 250°C mit 16°C / min.
isotherm: 250°C für 8 min.

Die Temperatur im Einspritzblock betrug 300°C. Die Detektion erfolgte mit Hilfe eines Flammenionisationsdetektors. Alle gaschromatographischen Untersuchungen wurden, wegen der erheblichen Streuung der Meßwerte, mindestens fünffach wiederholt und anschließend gemittelt. Als Standard diente Diphenylether.

18.4 Gelpermeationschromatographie (GPC)

Die Polymere wurden mit einer Konzentration von ~ 2,5 mg · L^{-1} in $CHCl_3$ gelöst und bei 30°C mit einer Fließgeschwindigkeit von 1 mL · $min.^{-1}$ vermessen. Die Trennung erfolgte über eine Kombination der Säulentypen Shodex AC-806/S, AC-804/S und AC-802/S der Fa. Showa Denko K. K., Tokyo. Die Auswertung erfolgte nach den Verfahren der Universellen Kalibrierung. Zur Aufnahme des Konzentrationssignales und zur Bestimmung der Viskosität am Säulenausgang kam eine Kombination aus Differentialrefraktometer und Viskometer der Fa. Knauer, Berlin zum Einsatz.

18.5 Dampfdruckosmometrie

Das Monomere HEMA und die dargestellten Oligomere wurden mittels Dampfdruckosmometrie in Chloroform bei 30°C vermessen. Die Kalibrierung des Gerätes (Fa. Knauer, Typ 11.00) erfolgte mit Benzil.

18.6 Kernresonanzspektroskopie

Die ^1H-NMR Aufnahmen erfolgten auf den Geräten der Fa. Varian, Typ Gemini 200 (200 MHz) und der Fa. Brucker, Typ AMX 300 (300 MHz). Das PolyHEMA wurde in deuteriertem DMF vermessen, während die anderen Polymere in deuteriertem Chloroform $CDCl_3$ vermessen wurden.

18.7 Elementaranalyse

Die Elementaranalyse erfolgte an einem Elementar Analysator Modell 1106 der Fa. Carlo ERBA.