

DIN EN ISO 13885-1

ICS 87.060.20

Ersatz für
DIN 55672-1:2016-03**Gelpermeationschromatographie (GPC) –
Teil 1: Tetrahydrofuran (THF) als Elutionsmittel (ISO 13885-1:2020);
Deutsche Fassung EN ISO 13885-1:2021**

Gel permeation chromatography (GPC) –
Part 1: Tetrahydrofuran (THF) as eluent (ISO 13885-1:2020);
German version EN ISO 13885-1:2021

Chromatographie par perméation de gel (GPC) –
Partie 1: Utilisation de tétrahydrofurane (THF) comme éluant (ISO 13885-1:2020);
Version allemande EN ISO 13885-1:2021

Gesamtumfang 35 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)
DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13885-1:2020 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 13885-1:2021 durch das Technische Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 002-00-02-03 AK „Gelpermeationschromatographie“ im DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB).

DIN EN ISO 13885 besteht unter dem allgemeinen Titel *Gelpermeationschromatographie (GPC)* aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: Tetrahydrofuran (THF) als Elutionsmittel
- Teil 2: N,N Dimethylacetamid (DMAC) als Elutionsmittel
- Teil 3: Wasser als Elutionsmittel

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 1513	siehe	DIN EN ISO 1513
ISO 4618	siehe	DIN EN ISO 4618
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528
ISO 16014 (all parts)	siehe	DIN EN ISO 16014-5*

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN 55672-1:2016-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Status wurde durch die Übernahme der Europäischen Norm EN ISO 13885-1 geändert;
- b) die normativen Verweisungen wurden aktualisiert;
- c) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 55672-1: 1995-02, 2007-08, 2016-03

* Nur Teil 5 der Normenreihe ISO 16014 wurde übernommen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1513, *Beschichtungsstoffe — Prüfung und Vorbereitung von Proben*

DIN EN ISO 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN EN ISO 16014-5, *Kunststoffe — Bestimmung der durchschnittlichen Molmasse und der Molmassenverteilung von Polymeren mittels Gelpermeationschromatographie — Teil 5: Lichtstreuendetektionsverfahren*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Gelpermeationschromatographie (GPC) —
Teil 1: Tetrahydrofuran (THF) als Elutionsmittel
(ISO 13885-1:2020)

Gel permeation chromatography (GPC) —
Part 1: Tetrahydrofuran (THF) as eluent
(ISO 13885-1:2020)

Chromatographie par perméation de gel (GPC) —
Partie 1: Utilisation de tétrahydrofurane (THF) comme
éluant (ISO 13885-1:2020)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 23. August 2021 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Geräte	7
5.1 Elutionsmittelversorgung	8
5.2 Pumpe	8
5.3 Injektionssystem	8
5.4 Trennsäulen	8
5.5 Temperiereinrichtung	10
5.6 Detektor	10
6 Reagenzien	11
7 Kalibrierung der Apparatur	11
7.1 Allgemeines	11
7.2 Anforderungen an die Kalibrierstandards	11
7.3 Präparation der Kalibrier-Injektionslösungen	12
7.4 Bedingungen für die Kalibriermessungen	13
7.5 Messung des Elutionsvolumens	13
7.6 Konstruktion der Kalibrierkurve	13
8 Probenahme	14
9 Vorbereitung der Prüfung	14
9.1 Präparation der Injektionslösung	14
9.2 Vorbereitung der Analysenapparatur	15
10 Analysenparameter	15
11 Datenerfassung und Auswertung	15
11.1 Allgemeines	15
11.2 Berechnung des Nettochromatogramms aus den Rohdaten	16
11.2.1 Ermittlung der Basislinie	16
11.2.2 Nachbearbeitung der Messwerte bzw. des Nettochromatogramms	16
11.2.3 Auswertegrenzen	16
11.3 Berechnung der Mittelwerte	17
11.4 Berechnung der Verteilungskurven	18
12 Präzision	18
12.1 Allgemeines	18
12.2 Wiederholpräzision	18
12.3 Vergleichpräzision	19
13 Prüfbericht	19
13.1 Allgemeines	19
13.2 Allgemeine Angaben zu Geräten und Einstellungen	19

13.2.1 Angaben zu den verwendeten Geräten.....	19
13.2.2 Angaben zur Kalibrierung.....	20
13.2.3 Auswertung.....	21
13.3 Spezielle Angaben zur untersuchten Probe.....	21
Anhang A (informativ) Umrechnung der experimentellen Parameter bei abweichenden Säulendimensionen	22
Anhang B (informativ) Beispiel für ein Datenblatt eines Polymerstandards	24
Anhang C (informativ) Erläuterungen.....	25
Literaturhinweise.....	31

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 13885-1:2020 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ als EN ISO 13885-1:2021 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2022 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 13885-1:2020 wurde von CEN als EN ISO 13885-1:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35, *Paints and varnishes*, erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 13885-1:2008), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- dieses Dokument wurde an den aktuellen Stand der Technik, insbesondere in Bezug auf die Softwaretechnik, angepasst;
- der Anwendungsbereich wurde überarbeitet;
- die Definition für „Gelpermeationschromatographie“ wurde überarbeitet;
- der Text wurde redaktionell überarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 13885 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Ermittlung der Molmassenverteilung und der Molmassenmittelwerte M_n (Zahlenmittel) und M_w (Gewichtsmittel) von in Tetrahydrofuran (THF) löslichen Polymeren durch Gelpermeationschromatographie (GPC) fest.

ANMERKUNG Im Englischen auch als „size exclusion chromatography“ (SEC), übersetzt „Größenausschlusschromatographie“, bekannt.

Auf Grund spezifischer Wechselwirkungen (z. B. Adsorption) in dem System aus Probe/Elutionsmittel/Trennmaterial ist es möglich, dass dieses Verfahren trotz guter Wiederholbarkeit der resultierenden Chromatogramme auf einzelne Polymere nicht angewandt werden kann.

Die in diesem Dokument festgelegten Bedingungen sind nicht anwendbar bei GPC-Analysen von Polymerproben mit M_w -Werten größer 10^6 g/mol und/oder von Polymeren, deren Elutionsgrenzen außerhalb des Kalibrierbereiches liegen (siehe 7.6 und Anhang C).

Dieses Dokument umfasst keine Korrekturverfahren (z. B. Elimination der Peakverbreiterung). Wenn absolute Molmassenwerte benötigt werden, kann auf ein Absolutverfahren (z. B. Membranosmometrie für M_n oder Lichtstreuung für M_w) zurückgegriffen werden.

WARNHINWEIS — Dieses Dokument kann den Umgang mit gefährlichen Substanzen und Ausrüstungsteilen und die Ausführung gefährlicher Arbeitsgänge einschließen. Es erhebt nicht den Anspruch, auf alle gegebenenfalls vorhandenen und mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme hinzuweisen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und die Übereinstimmung mit jeglichen nationalen Bestimmungen sicherzustellen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 1513, *Paints and varnishes — Examination and preparation of test samples*

ISO 4618, *Paints and varnishes — Terms and definitions*

ISO 15528, *Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes — Sampling*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 4618 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Gelpermeationschromatographie GPC

Trennung von Molekülen, die hauptsächlich auf Ausschlusseffekten wie Unterschiede in der Molekülgröße und/oder -form (Größenausschlusschromatographie) oder in der Ladung (Ionenausschlusschromatographie) beruht

3.2

Systempeak

Signal, das bei Verwendung eines Brechzahl-detektors für die *Gelpermeationschromatographie* (3.1) typisch ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Signale erscheinen an der totalen Penetrationsgrenze der Säulen und werden nicht durch die Probe, sondern durch das Trennsystem als Ganzes ausgelöst.

4 Kurzbeschreibung

Die (molekulardispers) gelösten Moleküle einer Polymerprobe werden nach der Größe der Moleküle (bzw. genauer gesagt nach der Größe der im Elutionsmittel entstandenen Polymerknäuel) an einer porösen Trennmatrix fraktioniert. Dabei diffundieren kleine Moleküle häufiger in die Poren der Trennmatrix und werden so stärker retardiert als große Moleküle. Große Moleküle werden somit früher, kleine Moleküle später eluiert. Das Elutionsvolumen ist unter den gegebenen Prüfbedingungen eine alleinige Funktion der Knäuelgröße der analysierten Moleküle.

Der Polymergehalt der zu untersuchenden Probe wird bestimmt, dann wird mit dem Elutionsmittel eine verdünnte Lösung der Probe mit einer Massenkonzentration von weniger als 5 g/l hergestellt und ein aliquoter Teil dieser Probenlösung in das GPC-Trennsystem injiziert. Die Konzentration der aus den Trennsäulen nach fallender Knäuelgröße eluierten Moleküle wird mit einem konzentrationsempfindlichen Detektor (typischerweise ein Differentialrefraktometer) gemessen. Aus dem resultierenden Chromatogramm werden dann mit einer zuvor für das jeweilige GPC-System bestimmten Kalibrierkurve die relative Molmassenverteilung und die relativen Größen M_n und M_w und der Heterogenitäts- bzw. Polydispersitätsindex M_w/M_n berechnet.

5 Geräte

Die notwendige Apparatur muss aus den im Bild 1 gezeigten Komponenten, die im Folgenden näher beschrieben werden, bestehen.

Alle Teile, die mit dem Elutionsmittel oder der Probenlösung in Berührung kommen, müssen gegen diese beständig sein und dürfen keine irgendwie gearteten Adsorptions- oder Memory-Effekte zeigen. Die einzelnen Teile der hier für THF als Elutionsmittel beschriebenen GPC-Apparatur müssen mit Kapillaren aus hochwertigem Stahl oder Titan verbunden sein.

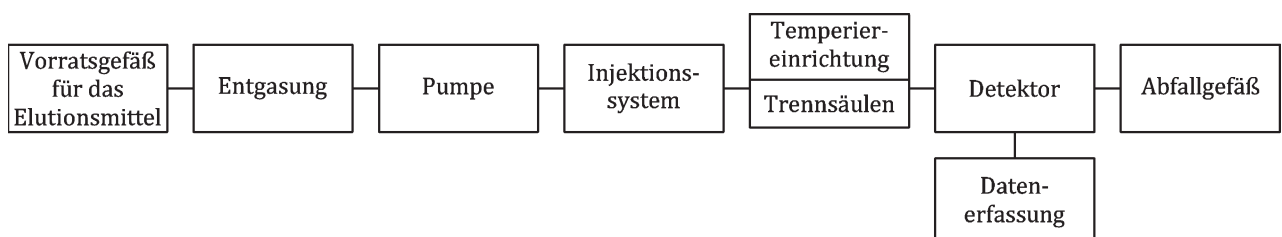


Bild 1 — Blocksaltbild einer GPC-Apparatur