DIN EN ISO 13885-2

ICS 87.060.20

Ersatz für
DIN 55672-2:2016-03

Gelpermeationschromatographie (GPC) – Teil 2: N,N-Dimethylacetamid (DMAC) als Elutionsmittel (ISO 13885-2:2020); Deutsche Fassung EN ISO 13885-2:2021

Gel permeation chromatography (GPC) –
Part 2: N,N-Dimenthylacetamide (DMAC) as eluent (ISO 13885-2:2020);
German version EN ISO 13885-2:2021

Chromatographie par perméation de gel (GPC) –
Partie 2: Eluant au N,N-Diméthylacetamide (DMAC) (ISO 13885-2:2020);
Version allemande EN ISO 13885-2:2021

Gesamtumfang 37 Seiten

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

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13885-2:2020 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 13885-2:2021 übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 002-00-02-03 AK „Gelpermeations-chromatographie“ 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

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 55672-2:2016-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) der Status wurde durch die Übernahme der Europäischen Norm EN ISO 13885-2 geändert;

b) die normativen Verweisungen wurden aktualisiert;

c) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 55672-2: 1999-05, 2008-06, 2016-03

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

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*

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

— Leerseite —

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

EN ISO 13885-2

September 2021

ICS 87.060.20

Deutsche Fassung

Gelpermeationschromatographie (GPC) — Teil 2: N,N-Dimethylacetamid (DMAC) als Elutionsmittel (ISO 13885-2:2020)

Gel permeation chromatography (GPC) — Part 2: N,N-Dimenthylacetamide (DMAC) as eluent (ISO 13885-2:2020)

Chromatographie par perméation de gel (GPC) — Partie 2: Eluant au N,N-Diméthylacetamide (DMAC) (ISO 13885-2:2020)

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

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

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 ... 11
6 Reagenzien ... 11
7 Kalibrierung der Apparatur ... 11
7.1 Allgemeines ... 11
7.2 Anforderungen an die Kalibrierstandards ... 12
7.3 Präparation der Kalibrier-Injektionslösungen ... 13
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 ... 16
11.1 Allgemeines ... 16
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 ... 17
11.2.3 Auswertegrenzen ... 17
11.3 Berechnung der Mittelwerte ... 17
11.4 Berechnung der Verteilungskurven ... 18
12 Präzision ... 19
12.1 Allgemeines ... 19
12.2 Wiederholpräzision ... 19
12.3 Vergleichpräzision ... 19
13 Prüfbericht ... 20
13.1 Allgemeines ... 20
13.2 Allgemeine Angaben zu Geräten und Einstellungen ... 20

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

13.2.1 Angaben zu den verwendeten Geräten 20
13.2.2 Angaben zur Kalibrierung 21
13.2.3 Auswertung 21
13.3 Spezielle Angaben zur untersuchten Probe 22

Anhang A (informativ) Umrechnung der experimentellen Parameter bei abweichenden Säulendimensionen 23

Anhang B (informativ) Beispiel für ein Datenblatt eines Polymerstandards 25

Anhang C (informativ) Erläuterungen 27

Literaturhinweise 33

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 13885-2:2020 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 13885-2:2021 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 13885-2:2020 wurde von CEN als EN ISO 13885-2:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

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.

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.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Ermittlung der Molmassenverteilung und der Molmassenmittelwerte M_n (Zahlenmittel) und M_w (Gewichtsmittel) von in N,N-Dimethylacetamid (DMAC) löslichen Polymeren durch Gelpermeationschromatographie (GPC) fest.

ANMERKUNG Im Englischen auch als „size exclusion chromatography“ (SEC), übersetzt „Größenausschluss-chromatographie“, 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 http://www.electropedia.org/

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

3.1
Gelpermeationschromatographie
GPC
Trennung von Molekülen, die hauptsächlich auf Ausschlusseffekten wie Unterschiede in der Molekülgröße und/oder -form (Größenausschlusschromatographie) oder in der Ladung (Ionenausschluss-chromatographie) beruht

[QUELLE: ISO 13885-1:2020, 3.1]

3.2
Systempeak
Signal, das bei Verwendung eines Brechzahldetektors 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.

[QUELLE: ISO 13885-1:2020, 3.2]

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.

Das im Abschnitt 6 beschriebene Elutionsmittel kann bei längerer Nutzung Korrosion verursachen. Es ist daher notwendig, für alle Teile hochwertigen Stahl oder Titan zu verwenden und die einzelnen Module mit Kapillaren aus hochwertigem Stahl oder Titan miteinander zu verbinden.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11

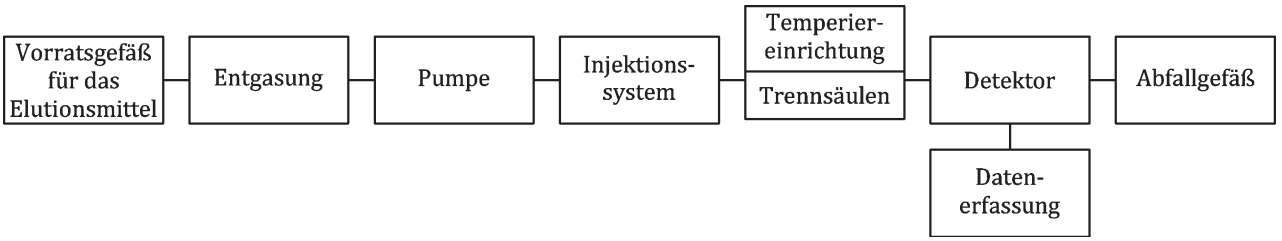

Bild 1 — Blockschaltbild einer GPC-Apparatur

5.1 Elutionsmittelversorgung

Das Vorratsgefäß für das Elutionsmittel muss das Elutionsmittel ausreichend gegen äußere Einflüsse (Luftkontakt, Lichteinfall) abschirmen, gegebenenfalls unter Verwendung eines Schutzgases oberhalb der Flüssigkeitsoberfläche.

Das Vorratsgefäß für das Elutionsmittel muss einen für die Gleichgewichtseinstellung der Apparatur und für mehrere Wiederholungsanalysen ausreichenden Vorrat des benutzten Elutionsmittels enthalten.

Fehlfunktionen der Pumpe oder Blasenbildung im Detektor müssen durch Entgasen des Elutionsmittels vor dem Einfüllen in das Vorratsgefäß für das Elutionsmittel oder durch eine zwischen dem Vorratsgefäß für das Elutionsmittel und der Pumpe eingebaute Vorrichtung verhindert werden. Das Entgasungsverfahren (z. B. Blasenfalle, Online-Begasung mit Helium, Vakuumentgasung) ist freigestellt.

5.2 Pumpe

Die Pumpe muss für einen möglichst gleichmäßigen und pulsationsfreien Transport des Elutionsmittels durch die Trennsäulen sorgen. Der Durchfluss muss 1 ml/min betragen (siehe Anhang A). Zur Erfüllung dieser Anforderungen muss die Pumpe bei diesem Durchfluss in ihrem optimalen Förderbereich arbeiten.

Der Durchfluss der verwendeten Pumpe darf eine Grenzabweichung von höchstens 0,1 % haben.

5.3 Injektionssystem

Das Injektionssystem dient zum schnellen und gleichmäßigen Einbringen einer exakt vorgegebenen Menge der Probenlösung in das chromatographische Trennsystem. Dieses Einbringen darf manuell oder automatisch erfolgen.

Wenn das Einbringen manuell erfolgt, muss sichergestellt werden, dass die Probenschleife vollständig mit Lösemittel gefüllt ist, bevor die Probe eingebracht wird.

Memory-Effekte im Injektionssystem durch vorhergehende Probenlösungen müssen konstruktiv oder durch ausreichende Spülungen ausgeschlossen werden.

5.4 Trennsäulen

Das Trennsystem muss aus einer oder mehreren hintereinander geschalteten Säulen bestehen, die mit einem kugelförmigen porösen Trennmaterial gefüllt sind, wobei der Durchmesser der Poren der Größe der zu untersuchenden Polymermoleküle entsprechen muss.

Das Trennmaterial besteht typischerweise aus einem durch spezielle Polymerisationsverfahren hergestellten Styrol-Divinylbenzol-Copolymer (S-DVB), das im Elutionsmittel nur geringfügig quillt und sich daher bei dem Druck, der sich mit dem üblichen Durchfluss von 1 ml/min einstellt, nicht verformen kann.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 13885-2:2021-11