

April 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-Dimethylacetamide (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)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 139 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-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.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde von CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem CEN-CENELEC-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.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

**Warnvermerk :** Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



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 .....	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 .....	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 .....	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 .....	16
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

13.2.1 Angaben zu den verwendeten Geräten.....	20
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 .....	23
Anhang B (informativ) Beispiel für ein Datenblatt eines Polymerstandards .....	25
Anhang C (informativ) Erläuterungen.....	27
Literaturhinweise.....	33

## 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 prEN ISO 13885-2:2021 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 13885-2:2020 wurde von CEN als prEN ISO 13885-2:2021 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](http://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](http://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](http://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](http://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 N,N-Dimethylacetamid (DMAC) 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/Trennmittel 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.

**WARNUNG — 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/>