DIN EN ISO 16014-5:2019-09 (D)

Kunststoffe - Bestimmung der durchschnittlichen Molmasse und der Molmassenverteilung von Polymeren mittels Gelpermeationschromatographie - Teil 5: Lichtstreudetektionsverfahren (ISO 16014-5:2019); Deutsche Fassung EN ISO 16014-5:2019

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4

Vorwort 5

1 Anwendungsbereich 6

2 Normative Verweisungen 6

3 Begriffe 6

4 Formelzeichen 7

5 Kurzbeschreibung 7
5.1 GPC 7
5.2 Lichtstreuung 7

6 Reagenzien 7

7 Gerät 8

8 Durchführung 10
8.1 Herstellen von Kalibrierlösungen 10
8.2 Herstellen einer Lösung zum Bestimmen des L-Punktes 10
8.3 Herstellen der Probenlösung 10
8.4 Herstellen von Lösungen für die Bewertung der Trennsäulenleistung 10
8.5 Vorbereiten des Gerätes 10
8.6 Betriebsparameter 10
8.6.1 Durchflussgeschwindigkeit 10
8.6.2 Injektionsmassen und -volumen 10
8.6.3 Trennsäulentemperatur 10
8.6.4 Detektorempfindlichkeit 11
8.7 Anzahl der Bestimmungen 11

9 Kalibrierung 11
9.1 Kalibrieren des Konzentrationsdetektors und des Lichtstreudetektors 11
9.1.1 Allgemeines 11
9.1.2 Kalibrierverfahren A 11
9.1.3 Kalibrierverfahren B 12
9.1.4 Kalibrierverfahren C 12
9.2 Signalversatz (Verzögerungsvolumen) 13
9.3 Normieren der Detektorempfindlichkeit 13
9.4 Brechungsindexinkrement 13

10 Datenaufnahme und -verarbeitung 13
10.1 Datenaufnahme 13
10.2 Auswertung von Daten und Korrektur von Chromatogrammen 13
10.3 Datenverarbeitung 13
10.3.1 Bestimmung der Basislinie 13
10.3.2 Bestimmung des Berechnungsbereiches 13
10.3.3 Berechnung der Signalintensität 13
10.3.4 Berechnung der Molmasse 14

10.3.5 Zweiter Virialkoeffizient A_2 14

11 Auswertung 14
11.1 Kalibrierkurve 14
11.1.1 Allgemeines 14
11.1.2 Verfahren A 15
11.1.3 Verfahren B 15
11.2 Berechnung der durchschnittlichen Molmasse 17
11.3 Differentialkurve für die Verteilung der Molmasse 17
11.4 Kumulative Molmassenverteilungskurve 17

12 Präzision 18

13 Prüfbericht 18
13.1 Allgemeines 18
13.2 Gerät und Parameter der Messung 18
13.3 Kalibrierung des Systems 19
13.4 Kalibrierkurve 19
13.5 Ergebnisse 19

Anhang A (informativ) Ringversuch 20
A.1 Allgemeines 20
A.2 Experimentelle Bedingungen 20
A.3 Ergebnisse des Ringversuches 20

Anhang B (informativ) Angaben zur Lichtstreuung 21
B.1 Prinzip der Lichtstreuung [1] 21
B.2 Rayleigh-Verhältnis von Lösemitteln 22
B.3 Brechungsindexinkrement, d_n/d_c 22
B.4 Verhältnis zwischen Trägheitsradius R_g und Molmasse M 24
B.5 Brechungsindex von Lösemitteln 25
B.6 Auswirkung des zweiten Virialkoeffizienten A_2 auf die Molmasse 25

Anhang C (informativ) Kalibrierkurve bei kleinem Bereich der Molmasse 26

Literaturhinweise 29