

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

Kunststoffe - Bestimmung der durchschnittlichen Molmasse und der Molmassenverteilung von Polymeren mittels Gelpermeationschromatographie - Teil 5: Lichtstreuendetektionsverfahren (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 Lichtstreuendetektors.....	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