

## Normen für GPC-Untersuchungen – macht das Sinn? PETER KILZ, PSS

### Problemstellung

Die Untersuchung von Makromolekülen mit der GPC ist eine Standardprüfmethode und wird häufig in Streitfällen eingesetzt. Worauf muss geachtet werden, damit die Prüfergebnisse robust sind?

### Frage

Die GPC-Analytik von Makromolekülen ist ein komplexes Verfahren mit vielen Einflussfaktoren. In vielen Bereichen helfen Normen Arbeitsprozesse zu vereinfachen. Gibt es eine DIN-Norm für GPC?

### Antwort

Es gibt eine ganze Reihe von nationalen (DIN, ASTM, etc.) und internationalen Normen, die sich mit der GPC-Prüfung beschäftigen und zum Ziel haben, Unsicherheiten in der Interpretation und der Bewertung der GPC-Resultate zu vermeiden. In Deutschland regeln drei DIN-Normen die Anwendung der GPC-Analytik:

- DIN 55672-1 (GPC mit THF als Elutionsmittel),
- DIN 55672-2 (GPC mit DMAc als Elutionsmittel) und
- DIN 55672-3 (GPC mit Wasser als Elutionsmittel).

International hat die Normenreihe ISO 13885 Bedeutung, die sich sehr eng an obige DIN-Normen anlehnt. Wer der DIN folgt, befolgt in der Praxis auch diese ISO-Normen. Im Umgang mit US-Firmen spielt die ASTM D 5296-05 eine große Rolle. Ähnliches gilt für Japan mit der ISO 16014 Normenreihe, die auf japanischen Arbeiten basiert. Beide sind viel weniger detailliert in der Ausführungsbeschreibung als die DIN. Besonders für GPC-Anwender, die diese Technik nicht regelmäßig benutzen und im Hause keine ausgeprägte GPC-Kompetenz besitzen, sind obige DIN- und ISO-Normen zu empfehlen, da dort viele konkrete Handlungsanleitungen und Erläuterungen niedergelegt sind. Alle Normen enthalten Richtlinien zur Ergebnisberechnung, zur Datenqualität und zur Ergebnisdokumentation. Tabelle 1 gibt einen Überblick über die wichtigsten Anforderungen der wesentlichen Normen. Da die ASTM und die ISO 16014 wenige Vorgaben machen, ist bei Anwendung dieser Normen zu beachten, dass die Ergebnisse nicht vergleichbar sein müssen und unterschiedlich interpretiert werden können. Das ist bei Anwendung der DIN und ISO 13885 deutlich besser, da hier der komplexe GPC-Prozess leicht vergleichbar geführt und die Ergebnisse direkt verwendet werden können. Wichtige Forderungen bezüglich der Genauigkeit der Ergebnisse sind die unabhängige Festlegung von Basislinien und Integrationsgrenzen

**Tabelle 1: Zusammenstellung der Anforderungen von Normen an die GPC-Datenanalyse am Beispiel von THF als Elutionsmittel**

Anforderung	ISO 13885	ISO 16014	ASTM D 5296-05	DIN 55672
Bodenzahl	>20000/m	ja, n.s.	>13100	>20000/m
Asymmetrie	1,00 ± 0,15	ja, n.s.	k.A.	1,00 ± 0,15
Resolution	>2,5	ja, n.s.	>1,7	>2,5
Trennleistung	>6,0	n.v	k.A.	>6,0
Temperaturkonstanz	± 1 °C	n.s.	<3 °C	± 1 °C
Signal-/Rausch-Verhältnis	>1:100	>1:200	<1:50	>1:100
Signaldrift	<1% I <sub>max</sub>	<20% I <sub>max</sub>	<2% I <sub>max</sub>	<1% I <sub>max</sub>
Datendichte	>60 Punkte	n/a	>40 Punkte	>60 Punkte
Auflösung Peakhöhe	>9 bit	n/a	k.A.	>9 bit
Kalibration	>5 Punkte >2/Dekade	n.s.	n.s. >3 Dekade	>5 Punkte >2/Dekade
Güte Kalibration	Residuen und Ableitung	k.A.	k.A.	Residuen und Ableitung
Basislinie	linear	linear	linear	linear
Integrationsgrenzen	unabhängig	unabhängig	k.A.	unabhängig
Flusskorrektur	RSD(V <sub>p</sub> ) <0,3%	RSD(V <sub>p</sub> ) <0,2%	RSD(V <sub>p</sub> ) <0,3%	RSD(V <sub>p</sub> ) <0,3%

n.s.: nicht spezifiziert, k.A.: nicht vorhanden

zen (Tipp 24, LP 1/2 2007) und die Exaktheit der Kalibration, die mit Residuenverteilung und Ableitung überprüft werden muss (Tipp 17, LP 5/2006). Diese Forderungen werden von HPLC-Datensystemen nicht erfüllt und bleiben dedizierten MCDS mit Schwerpunkt GPC vorbehalten.

### Fazit

- Normen spielen in der GPC-Analytik zur Verbesserung der Vergleichbarkeit eine bedeutende Rolle.
- Nationale und internationale Normen können in der Regel nur mit speziell für die GPC entwickelten Datensystemen erfüllt werden.
- Die korrekte Berechnung der Molmassenverteilung (vgl. Tipp 23, LP 12/2006) muss für Datensysteme, die nicht normenkonform arbeiten, vom Benutzer nachgewiesen werden.
- Für gerichtsrelevante Prüfergebnisse kann ein externer Experte wichtige Unterstützung leisten.

+49 (0) 61 31 / 9 62 39 - 31

### InfoClick

200045

Die nächste Ausgabe befasst sich mit Molmassenmittelwerten und deren Berechnung.