

Fehler vermeiden durch richtige Auswertung

PETER KILZ, PSS

Problemstellung

Wiederhol- und Vergleichsmessungen zeigen unbefriedigende Reproduzierbarkeit; Proben lassen sich nicht konsistent auswerten, da niedermolekulare Komponenten mit der Probe coeluieren.

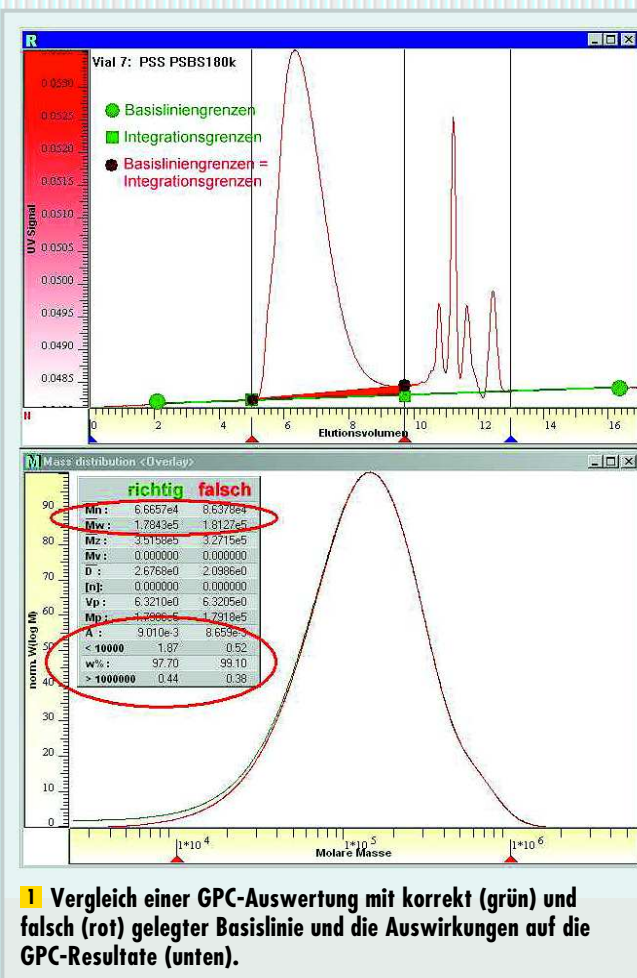
Frage

Wie kann man sicherstellen, dass die GPC-Ergebnisse reproduzierbar und vergleichbar sind, auch wenn die Basislinie sich nicht einfach festlegen lässt und die Automatik der Software versagt?

Antwort

Häufig stellt sich für Polymeranalytiker das Problem, dass der Polymerpeak für einzelne Detektoren nicht mehr auf die ursprüngliche Grundlinie zurückgeht. Für diese schwierigen Auswertungen ist ein zweistufiges Auswerteverfahren nötig: zuerst wird die Basislinie korrekt abgezogen, danach wird der zu integrierende Bereich definiert. Für diesen wird die Molmassenverteilung ermittelt. Ohne dieses zweistufige Verfahren kann die Polymerprobe nicht vollständig ausgewertet werden und die erhaltenen Ergebnisse sind falsch und schlecht reproduzierbar. Abbildung 1 zeigt dieses Verfahren beispielhaft an einem zertifizierten Referenzmaterial, wobei die senkrechten Linien die Integrationsgrenzen zeigen. Die Abbildung zeigt weiterhin die korrekte (grüne Linie) und die falsche (rote Linie) Wahl der Basislinie. Sind Basisliniengrenzen und Integrationsgrenzen nicht unabhängig voneinander wählbar, wird ein Teil der Probe (rot markierter Bereich) nicht mit ausgewertet. Offensichtlich wird ein Teil der injizierten Probenmasse bei dieser Auswertung nicht erfasst. In der erhaltenen Molmassenverteilung zeigen sich die Unterschiede graphisch und numerisch ganz deutlich (Abb. 1 unten). Da im angegebenen Fall ein Teil des niedermolekularen Bereichs unberücksichtigt geblieben ist, ist der M_n -Wert besonders betroffen, die anderen Molmassenmittelwerte weniger. Wenn der Basislinienbeginn betroffen wäre, würde sich das im M_z -Wert besonders bemerkbar machen. Ebenfalls falsch bestimmt werden die Polydispersität der Probe, die Peakfläche und die Massenanteile der Probe unter/oberhalb bestimmter Molmassengrenzen (s. hervorgehobene Bereiche in Ergebnistabelle). Neben der Richtigkeit der Ergebnisse ist aber auch die Reproduzierbarkeit in solchen Fällen betroffen: auch gute Datensysteme integrieren solche Proben nicht reproduzierbar, wodurch auch im eigenen Labor die Vergleichsmessungen leiden.

Diese Problematik ist der Grund dafür, dass Normen (z.B. DIN 55672) für GPC-Analysen zwingend vorschreiben, dass Basislinie und Integrationsgrenzen separat gesetzt werden können. Datensysteme, die das nicht leisten, dürfen nach DIN 55672 nicht für GPC-Prüfungen verwendet werden.



1 Vergleich einer GPC-Auswertung mit korrekt (grün) und falsch (rot) gelegter Basislinie und die Auswirkungen auf die GPC-Resultate (unten).

Fazit

- GPC-Ergebnisse werden durch die Wahl und Lage der Basislinie erheblich beeinflusst.
- Richtigkeit, Reproduzierbarkeit und Vergleichbarkeit sind durch separate Wahl von Basislinie und Integrationsgrenzen besser zu erreichen.
- DIN- und ISO-GPC-Normen erfordern deshalb ein zweistufiges Auswerteverfahren.

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

InfoClick

194790

Die nächste Ausgabe beschäftigt sich mit den weiteren Forderungen von GPC-Normen.