

## Referenzmaterialien in der Qualitätskontrolle

DR. THORSTEN HOFE, PSS

### Problemstellung

Wie kann im Rahmen der Qualitätskontrolle und Freigabe eines Produktes sichergestellt werden, dass die gewonnenen GPC-Messdaten rückführbar sind?

### Frage

Welche polymeren Referenzmaterialien sind für welche Anwendung geeignet? Wieso gibt es so viele verschiedene Klassen an polymeren Referenzmaterialien?

### Antwort

Der Einsatz polymerer Referenzmaterialien ist nicht nur auf GPC-Messungen beschränkt. Auch für methodenvergleichende Messungen (z.B. zwischen GPC und MALDI oder MALLS) und als definierte Modellsubstanzen zur Grundlagenforschung an Polymeren werden sie eingesetzt. Aus der Vielzahl der Fragestellungen und Einsatzmöglichkeiten für Polymerstandards hat sich ein breit gefächertes Produktportfolio etabliert. Die Anzahl der Methoden und der Umfang der Charakterisierung ist dabei das eigentliche Qualitätsmerkmal. Einfache GPC-Standards sind hinsichtlich Molmassenmittelwerten und Verteilungsbreite mittels GPC charakterisiert und eignen sich hervorragend als GPC-Kalibrierstandards.

Für möglichst reproduzierbare GPC-Kalibrationen empfehlen sich vorkonfektionierte Standards, durch die falsche Einwaagekonzentrationen und Molmassenbereiche vermieden werden können. Für den Vergleich der GPC-Daten unter standardisierten Bedingungen und/oder mit anderen Molmassenbestimmungsmethoden kann auf DIN-, Visco/LS- oder sog. MALDI-Referenzstandards zurückgegriffen werden. DIN-Standards beziehen die GPC-Randbedingungen der DIN Norm 55672 sowie der ISO EN 13885 für Polymere ein, und beinhalten die Molmasseninformationen von Relativmethoden (GPC) und einer Absolutmethode, z.B. MALLS oder NMR. Auch die MALDI-Referenzstandards beinhalten Molmasseninformationen unterschiedlicher, relativer und absoluter Messmethoden (GPC, MALDI-Tof, NMR oder MALLS). Visco/LS-Referenzstandards stellen den GPC-Daten die Messergebnisse aus Viskositätsuntersu-

chungen und MALLS-Messungen gegenüber. Jede einzelne Molmassenbestimmungsmethode ist physikalischen Randbedingungen unterworfen, die eine intrinsische Messunsicherheit begründen. Die aus den einzelnen Methoden bestimmten Molmassenmittelwerte können Diskrepanzen von bis zu 10 bis 15 Prozent aufweisen. Welche Daten sind also die richtigen? Hier helfen zertifizierte Referenzmaterialien weiter, für die Molmassenmittelwerte auf der Basis von Rundversuchen und für verschiedene Molmassenbestimmungsmethoden (GPC, Viskosimetrie und MALLS) ermittelt wurden.

Zertifizierte polymere Referenzmaterialien CRM sind die am umfassendsten und besten charakterisierten Polymer-Standards und werden mit einem mehrseitigen Analysenbericht ausgeliefert. Dieser beinhaltet alle Messmethoden, Messbedingungen, Probenvorbereitung sowie die Analyse der Rundversuchsergebnisse. Gerade bei Fragen der Rückführbarkeit von Messergebnissen im Rahmen von QM- und QC-Aufgaben können die CRM sehr hilfreich sein. Für physikalische Messungen werden oftmals Polymere mit besonderen Eigenschaften verlangt. Hier sind u.a. deuterierte Referenzpolymere (Streuexperimente, NMR-Relaxations-Experimente) und Polymere mit definierter Mikrostruktur oder Funktionalisierung zu nennen.

### Fazit

- Referenzmaterialien unterscheiden sich in Art und Anzahl der Messmethoden (GPC, MALLS, MALDI-Tof, NMR, Viskometrie, Osmometrie).
- Die Ergebnisse der verschiedenen Methoden können sich um bis zu  $\pm 10$  Prozent unterscheiden.
- Die zertifizierten Referenzmaterialien sind die am besten charakterisierten Molmassenstandards.
- Spezialpolymere sind Polymere mit definierten chemischen und physikalischen Eigenschaften.

+49 (0) 61 31 / 962 39 - 30

In der nächsten Ausgabe geht es um die Validierung von GPC-Anlagen.

laborpraxis.de

InfoClick  
258889

**Tabelle: Polymere Referenzmaterialien für Qualitätssicherung und Grundlagenforschung**

Klassifizierung der Standards	Charakterisierungsmethode	Anwendungen
GPC / SEC organisch und wässrig	GPC / SEC	Molmassenbestimmung; Probenvergleich; Modellpolymere für physikalische Messungen
Vorkonfektionierte Standards (z.B. ReadyCal)	GPC / SEC	schnelle reproduzierbare Kalibration
DIN-zertifiziert	GPC / SEC + Absolutmethode	Methodenvergleich, normierte standardisierte Qualitätskontrolle
MALDI	GPC / SEC + MALDI + Absolutmethode	Methodenvergleich, MALDI-Tof-Detektorvalidierung
Visco/LS	GPC / SEC + Lichtstreuung + Viskosität	Methodenvergleich, Visco-LS Detektor- und Anlagenvalidierung
Zertifizierte Referenzmaterialien (CRM)	GPC / SEC + Lichtstreuung + Viskosität, z.T. NMR, IR und MALDI-Tof	Rückführbarkeit von Messergebnissen (Traceability); Qualitätskontrolle
Spezialpolymere	Deuteriert, hochtaktisch etc.	Streuexperimente, NMR, dielektrische Messungen