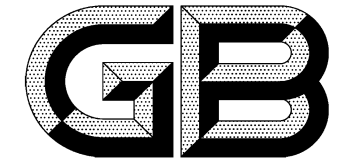


ICS 71.040.50
G 76



中华人民共和国国家标准

GB/T 31816—2015

GB/T 31816—2015

水处理剂 聚合物分子量 及其分布的测定 凝胶色谱法

Water treatment chemicals—Determination of the molecular weight and
molecular weight distribution of polymers—Gel filtration chromatography

中华人民共和国
国家标准
水处理剂 聚合物分子量
及其分布的测定 凝胶色谱法
GB/T 31816—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

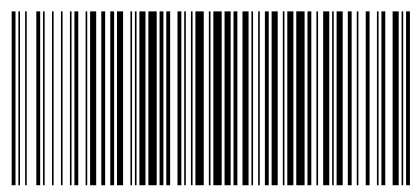
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2015年7月第一版 2015年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-51978 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 31816—2015

2015-07-03 发布

2016-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A

(资料性附录)

理论塔板数和分离度的计算

A.1 理论塔板数 N 的计算

理论塔板数是无量纲常数,与柱效和色谱系统中分散过程相关。测定理论塔板数时的测试条件应与本标准相同。用一种相对分子量均一的纯物质,如甲醇、乙腈等,作 GFC 测定,得到色谱峰,按照式(A.1)计算每米理论塔板数 N :

$$N = 16 \left(\frac{V_R}{W} \right)^2 \times \frac{100}{L} = 5.54 \left(\frac{V_R}{W_{1/2}} \right)^2 \times \frac{100}{L} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_R ——从样品加入到出现峰顶位置的淋洗体积;

W ——峰低宽,表示由峰的两侧曲线拐点处作出切线与基线所截得的基线宽度;

$W_{1/2}$ ——半高峰宽,表示通过色谱峰峰高的中间点做平行于峰底的直线,此直线与峰两侧相交点之间的距离;

L ——分离柱(组合)的长度,单位为厘米(cm)。

A.2 分离度 R 的计算

分离度 R 是无量纲常数,代表色谱柱和系列色谱柱的分离能力,与分散和带展宽效应相关。两个窄分布标准物质的已知分子量应不同且因数不小于 10,进样浓度不大于 0.05%,进样量不大于 100 μL 。 R 可按式(A.2)计算:

$$R = \frac{2(V_2 - V_1)}{W_1 + W_2} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V_1 、 V_2 ——对应于样品 1 和样品 2 的两个峰值的淋洗体积;

W_1 、 W_2 ——对应于样品 1 和样品 2 的两个峰的峰底宽。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院、河南清水源科技股份有限公司、山东省泰和水处理有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院燕山分院、天津正达科技有限责任公司。

本标准主要起草人:侯洋、靳晓霞、杨海星、程终发、王崇、朱传俊、李琳。

亲水性大孔径的 GFC/SEC 色谱柱, 色谱柱的量程应与待测物分子量分布范围相匹配。色谱柱组合理论塔板数要求达到每米至少 35 000, 分离度应大于 1.7。理论塔板数和分离度的计算方法参见附录 A。

- f) 恒温装置: 保证进样管、色谱柱、检测器和管路等仪器主要部件的临界温度恒定, 并与所选流动相一致。在分析过程中, 色谱柱的温度变化不超过 ± 1 °C。
- g) 检测器: 应具有足够的灵敏度和溶质浓度线性响应, 可持续不断地定量记录从色谱柱洗脱出的样品浓度。不能出现液流中浓度梯度失真的情况。为了避免不必要的峰加宽效应, 除光散射和黏度检测器外检测池体积不应超过 10 μL 。可配置的检测器包括示差折光检测器、紫外检测器、黏度检测器等。
- h) 数据采集与处理系统: 通过电子数据系统采集检测器输出信号, 测定色谱峰高或面积并积分, 实现实时数据采集及处理。

6.2 溶剂过滤器

用于试验前流动相的过滤, 与孔径小于 0.45 μm 的水相微孔滤膜配套使用。

6.3 注射器

对于手动进样系统, 应使用精确量程的平头注射器, 量程在 50 μL ~150 μL 之间。

6.4 真空干燥箱

温度可控制在 (74 ± 2) °C。

7 试验步骤

7.1 校正

7.1.1 以流动相为溶剂配制 5~10 个不同分子量的校正标准品溶液, 质量浓度为 1.0 g/L。轻微震荡, 然后静置 12 h 以上使其充分溶解, 避免使用超声、加热等手段加速溶解。有效期 48 h。

7.1.2 设置柱温 30 °C, 流动相流速 0.5 mL/min~1.2 mL/min, 用流动相冲洗柱子直至基线平稳。

7.1.3 手动进样时, 用注射器吸取校正标准品溶液冲洗进样孔, 再注射 50 μL ~150 μL , 由数据采集与处理系统记录各标样对应峰的保留时间。对于自动进样器, 按照使用说明书操作。

7.1.4 使用仪器配套的计算机软件建立校正曲线。也可手动建立校正曲线, 重复 7.1.3 操作三次以上, 计算每个标样保留时间的平均值, 以每个标样的平均保留时间对 $\lg M_i$ 作图, 并进行线性拟合, 线性相关系数 R 不小于 0.999 5。 R 值不符合要求时, 需对引起不良校正的标样重复校正步骤。不良校正点可通过计算实际分子量与用最佳拟合线的多项式计算出的分子量的差值找出。

7.1.5 校正曲线的使用期限为 7 d, 期间更换色谱柱或流动相组成、柱压等仪器参数发生变化时应重新建立校正曲线。

7.2 样品预处理

取 2 g~5 g 试样用氢氧化钠溶液调至 pH 值至 7~9, 置于真空干燥箱中, 于真空度 0.1 MPa、 (74 ± 2) °C 干燥至恒量。

7.3 样品测试

7.3.1 取 7.2 干燥后的试样配制成试样溶液, 配制方法同 7.1.1。

7.3.2 采用与 7.1 相同的色谱条件进样分析, 操作步骤同 7.1.3。

水处理剂 聚合物分子量 及其分布的测定 凝胶色谱法

1 范围

本标准规定了凝胶过滤色谱法 (GFC) 测定聚合物类水处理剂的分子量及其分布的方法和试验条件。

本标准适用于测定水处理剂中水溶性聚合物阻垢分散剂的相对平均分子量及分子量分布。本标准适用于测定分子量分布范围在 100~30 000 内的聚合物类水处理剂。

本标准不适用于与流动相、分离材料发生反应、吸收、吸附等相互作用的水溶性聚合物。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本 (包括所有的修改单) 适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

凝胶过滤色谱法 gel filtration chromatography; GFC

基于聚合物分子尺寸, 以水或缓冲溶液作流动相, 使聚合物的不同组分得以分开的一种液相色谱分离技术。

3.2

聚合物分子量 molecular weight of polymer

结构单元数与结构单元分子量的乘积, 可用数均分子量、重均分子量、Z 均分子量、黏均分子量或峰位分子量来表征。

3.3

数均分子量 number-average molecular weight

M_n

分子量按照分子数目的统计平均值, $M_n = \frac{\sum_{i=1}^n H_i}{\sum_{i=1}^n H_i M_i^{-1}}$ 。