

GB/T 27843—2011

参 考 文 献

[1] Yau, W. W., Kirkland, J. J., and Bly, D. D. Modern Size Exclusion Liquid Chromatography. *J. Wiley and Sons*, 1979

GB/T 27843—2011

ICS 13.300
A 80



中华人民共和国国家标准

GB/T 27843—2011

化学品 聚合物低分子量组分含量测定 凝胶渗透色谱法(GPC)

Chemicals—Determination of the low molecular weight content of a
polymer using Gel permeation chromatography (GPC)



GB/T 27843-2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-44809

定价: 16.00 元

2011-12-30 发布

2012-08-01 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
(规范性附录)

聚合物溶液中存在不溶性聚合物计算低分子量时的校正指南

A.1 当被测样品中含有不溶性聚合物时,经 GPC 分析会造成质量损失。因为不溶性聚合物会滞留在色谱柱中或过滤器上,只有溶解的部分才通过色谱柱。在这种情况下通过测定或计算聚合物溶液浓度的折光指数增量(dn/dc)就可以计算聚合物溶液流经色谱柱造成的质量损失。这可以用已知浓度和 dn/dc 的外部标准物质采用外部校正方法来校正示差折光仪的响应值。下面例子是以甲基丙烯酸甲酯 (PMMA) 为标准物质进行校正。

A.2 用外标校正一种丙烯酸酯聚合物,可以用标准物质 PMMA 配成已知浓度的 THF 溶液进行 GPC 分析,测得的数据可按式(A.1)求得示差折光仪常数 K :

$$K = \frac{R}{(C \times V \times dn/dc)} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- K ——示差折光仪常数,单位为微伏秒每毫升($\mu V \cdot s/mL$);
- R ——标准样品 PMMA 的响应值,单位为微伏秒($\mu V \cdot s$);
- C ——标样 PMMA 的溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V ——进校体积,单位为毫升(mL);
- dn/dc ——标准样品 PMMA 的 THF 溶液的折光指数增量,单位为毫升每毫克(mL/mg)。

A.3 下列数据为标准物质 PMMA 的典型数据:

- $R=293\ 789$;
- $C=1.07\ mg/mL$;
- $V=0.1\ mL$;
- $dn/dc=9 \times 10^{-5}\ mL/mg$ 。

A.4 如果注射的聚合物 100% 从检测器流出,按此检测器的理论响应值计算得到的 K 值为 3.05×10^{11} 。

中华人民共和国
国家标准
化学品 聚合物低分子量组分含量测定
凝胶渗透色谱法(GPC)

GB/T 27843—2011

*

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(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

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 17 千字

2012 年 4 月第一版 2012 年 4 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44809 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

- 制造商提供或其后测定并用定义法计算得到的标准样品的特性参数 $M_n, M_w, M_p, M_n/M_w$;
- 标准样品浓度及进样体积;
- 校正中使用标样的 M_p 值;
- 测得的标样峰最大值的淋出体积或保留时间;
- 按峰最大值计算的分子量 M_p ;
- M_p 和校准值的百分比误差。

9.2.4 低分子量聚合物含量的数据

- 9.2.4.1 处理样品的过程及所使用的分析方法的描述;
- 9.2.4.2 低分子量组分在整个样品中所占的质量分数;
- 9.2.4.3 杂质、添加剂及其他非聚合物成分在整个样品中所占质量分数。

9.2.5 计算

进行计算时,应注意以下内容:

- 以时间为基准计算,所用方法都应达到所要求的重复性(标明校正方法,内标等);
- 以洗脱体积或保留时间为基准计算的影响因素;
- 如果峰未完全分离,列出计算范围;
- 如果曲线经过平滑处理,列出所用的平滑处理方法;
- 样品预处理及溶液制备的方法、步骤;
- 样品中是否有不溶解的颗粒存在;
- 样品浓度(mg/mL)和样品进样体积(μL);
- 观察到的导致偏离理想 GPC 谱图的因素;
- 详细说明测试过程中所做的所有修正;
- 说明误差范围;
- 任何与测试结果相关的报告及数据。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的技术内容与经济合作与发展组织(OECD)化学品测试方法 No. 119(1996 年)《凝胶渗透色谱法(GPC)测定聚合物低分子量组分的含量》(英文版)相同。

本标准作了下列编辑性修改:

- 增加了范围部分;
- 重新编排了页码;
- 对原文重新进行了编号。

本标准由全国危险化学品管理标准化技术委员会(SAC/TC 251)提出并归口。

本标准起草单位:中国检验检疫科学研究院、中国化工经济技术发展中心、江苏煤化工程设计研究院有限公司、中化化工标准化研究所。

本标准主要起草人:宋乃宁、陈会明、王晓兵、杨挺、郭新宇。