

ICS 13.300
A 80



中华人民共和国国家标准

GB/T 21863—2008

GB/T 21863—2008

凝胶渗透色谱法(GPC) 用四氢呋喃做淋洗液

Gel permeation chromatography(GPC)—
Tetrahydrofuran as elution solvent

中华人民共和国
国家标准
凝胶渗透色谱法(GPC)
用四氢呋喃做淋洗液
GB/T 21863—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 1.5 字数 33 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

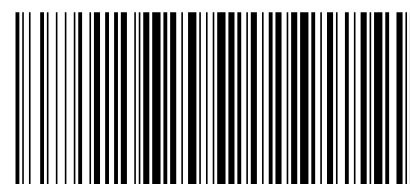
*

书号:155066·1-32471 定价 20.00 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)68533533



GB/T 21863—2008

2008-05-12 发布

2008-09-01 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

前 言

本标准等同采用德国标准化组织 DIN 55672-1:2007《凝胶渗透色谱法(GPC) 第1部分:用四氢呋喃(THF)作洗脱溶剂》(德文版)。

本标准的附录 A、附录 C 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

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、中化化工标准化研究所。

本标准主要起草人:于文莲、陈会明、王军兵、周新、郝楠、梅建、王晓兵、王立峰、孙鑫、王峥。

本标准首次发布。

C.9 关于 12 精密度

根据 GB/T 6379.1 计算精度,在两次环行试验中对以下试样进行分析,见表 C.1:

表 C.1

试样	M_w 聚苯乙烯摩尔质量/(g/mol)	M_w/M_n	参与的实验室数量
聚苯乙烯	2 100	5	17
显著小分子侧面的聚苯乙烯	187 000	50	16
含氢氧基的亚克力树脂	19 600	6	10
氯乙烯-马来酸酯共聚物	56 000	37	10
醇酸树脂(酸值 13)	7 000	7	9
反相醇酸树脂(酸值 65)	8 400	12	10
三聚氰胺-甲醛树脂	3 400	6	10
苯酚酚醛树脂	2 900	9	9

在计算所有试样的单独标准偏差时根据各自的实验室数量进行加权。偏差值首先通过使用 r 值检验根据 Nalimove 进行排除。如果对于一个试样而言一个实验室的分子量值结果大于偏差值,则同时不考虑该实验室的其他 M 以及 M_w/M_n 数值。

凝胶渗透色谱法(GPC) 用四氢呋喃做淋洗液

1 范围

本标准规定了凝胶渗透色谱法(GPC)测定在四氢呋喃(THF)中溶解的聚合物的分子量分布、数均分子量 M_n 和重均分子量 M_w 的方法和试验条件。

如果试样/洗脱剂/分离材料系统中发生特殊的相互作用(例如吸收),即使单个聚合物得到色谱分离且有良好的可重复性也不适用本方法。

凝胶渗透色谱(GPC)是相对测定方法,需要用市售线性、使用绝对方法已知分子量的聚苯乙烯标准物质进行校正。其结果对于具有不同结构的聚合物试样仅可以作为相同结构试样组的参考值。

本标准不适用于测定 M_w 大于 10^6 g/mol 的聚合物(见附录 C)。

本标准无法实施校正方法(如消除峰值扩散)。如果需要测定绝对摩尔质量,则应使用绝对方法(例如:用于测定 M_n 的膜渗透法,或者 M_w 的光散射法)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 3186—2006 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样(ISO 15528:2000, IDT)

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004, ISO 5725-1:1994, IDT)

GB/T 20777—2006 色漆和清漆 试样的检查和制备(ISO 1513:1992, IDT)

DIN 50014 气候及其技术应用 标准大气压

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

凝胶渗透色谱(GPC) gel permeation chromatography

凝胶渗透色谱法是液相色谱法的特殊形式,聚合物试样分子分散溶解到洗脱剂里,根据溶质分子的体积大小分离,大分子先行洗脱,小分子随后洗脱,聚合物按照分子量大小得到分离。淋洗体积在规定的试验条件下是聚合物分子的单一函数。

4 方法概要

试样溶解在淋洗液中,制备成待测试样溶液(质量浓度小于 5 g/L),并将试样溶液以整除部分注入 GPC 系统中。淋洗液中溶质从色谱柱洗脱,经检测器连续检测,其对应浓度通常由示差折光检测器测量,从而得到相应色谱图,使用该系统测定的校正曲线计算相对分子量分布、数均分子量 M_n 和重均分子量 M_w 以及重均数均比 M_w/M_n 。

5 试验设备

5.1 总则

凝胶渗透色谱法(GPC)仪器由以下部件组成(见图 1),这些部件在下文中作了详细说明。