

ICS 83.080.01;83.040.01

G 31

备案号:18491—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3872—2006

体积排斥色谱法测定聚苯乙烯标准 样品的平均分子量及分布

Determination of molecular weight averages and molecular weight distribution of
polystyrene standards by steric exclusion chromatography

2006-07-27 发布

2006-10-11 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准为国家标准清理后由 GB/T 6599—1986 转化制定。

本标准在技术上与 GB/T 6599—1986 一致。本标准发布后 GB/T 6599—1986 作废。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：上海市合成树脂研究所。

本标准主要起草人：姜尔芳。

体积排斥色谱法测定聚苯乙烯标准样品的平均分子量及分布

1 范围

本标准规定了用体积排斥色谱法(SEC)测定聚苯乙烯标准样品的分子量及分布的方法。适用的分子量范围为 2×10^2 g/mol ~ 3×10^6 g/mol。

本方法也可作为其他高聚物体系的通用方法。用于不同类型的高聚物时,溶剂和柱填料体系等应另作规定。

2 原理

体积排斥色谱法是利用聚合物溶液通过填充有特种多孔填料的柱子,在柱子上按照分子尺寸大小进行分离并自动检测其浓度的方法。被测样品的分子量和分子量分布等参数,可以由其 SEC 谱图根据由已知分子量的聚苯乙烯标样得到的标定曲线求得。分子量分布用多分散系数来表征。

3 试剂

四氢呋喃(THF),分析纯。使用前应用颗粒状的氢氧化钠或氢氧化钾干燥,重新蒸馏。
为确保操作过程中溶剂的均一,应有足够供多天实验的数量,保存于干燥避光处。

4 仪器

4.1 体积排斥色谱仪

仪器的基本组成是溶剂贮槽、恒流泵、进样系统、填充柱和浓度检测器。

4.1.1 溶剂贮槽

溶剂贮槽应能耐受四氢呋喃的腐蚀,其容积必须满足一周的实验用量。贮槽应能防尘、防潮、避光。连接泵的导管应有过滤装置,确保无任何悬浮粒子入泵。

4.1.2 恒流泵

流量稳定性为 $\pm 1\%$ 。

4.1.3 进样系统

在操作过程中无泄露和样品残存,确保进样重复性。

4.1.4 填充柱

4.1.4.1 柱填料

可采用经过去极性处理的无机胶和有机胶作柱填料,常规粒度和微粒的凝胶均可。

4.1.4.2 柱分离范围

柱分离范围应对所测聚苯乙烯样品的全部分子量分布范围有效。填充组合柱的连接以最小到最大孔径依次排列为宜,也可等效混合。

4.1.4.3 柱效

柱效在测试条件下标定:苯或邻二氯苯作标定样品,塔板数 N 按式(1)、式(2)计算:

$$N = 16 \left(\frac{V_R}{W} \right)^2 \dots\dots\dots (1)$$

$$N = 5.54 \left(\frac{V_R}{W_{1/2}} \right)^2 \dots\dots\dots (2)$$