



中华人民共和国国家标准

GB/T 21864—2008

聚苯乙烯的平均分子量和分子量分布的 检测标准方法 高效体积排阻色谱法

Standard test method for molecular weight averages and
molecular weight distribution of polystyrene—
High performance size-exclusion chromatography

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

本标准等同采用美国材料与试验协会标准 ASTM D 5296:2005《聚苯乙烯的平均分子量和分子量分布的检测标准方法 高效体积排阻色谱法》(英文版),其有关的技术内容与上述方法完全一致。

本标准附录 B 为规范性附录、附录 A 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。

本标准负责起草单位: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。

聚苯乙烯的平均分子量和分子量分布的 检测标准方法 高效体积排阻色谱法

1 范围

1.1 本标准规定了用高效体积排阻色谱法(HPSEC)测定线性可溶性聚苯乙烯平均分子量(M_w)和分子量分布的方法。本方法不是绝对的方法,要求使用市售窄分子量分布聚苯乙烯标准物质进行校正。本标准适用于含有分子量组分的淋洗体积,在聚苯乙烯标准物质确定的范围内的样品测定(分子量一般在 $2\,000\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}\sim 2\,000\,000\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$)。

1.2 HPSEC 不同于传统尺寸排阻色谱 SEC(参考凝胶渗透色谱 GPC),每米塔板数是 SEC 的 10 倍(见 ASTM D 883 和 ASTM D 3016)。HPSEC 系统由低体积液相色谱部件组成,色谱柱填充小的微孔颗粒($3\ \mu\text{m}\sim 20\ \mu\text{m}$)。高效液相色谱仪器和自动数据处理系统用于数据采集和处理。

1.3 本标准使用国际单位制单位。

1.4 本标准未给出所有相关的安全性,如果有其他的安全性也应结合使用。本标准的使用者有责任建立安全和健康守则,在操作期间测试规定应用限制。第 9 章规定了特定的预防措施。

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,但是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。

ASTM D 691 测定试验方法精密性进行实验室间研究的标准规范

ASTM D 883 塑料术语定义

ASTM D 2857 聚合物稀释溶液黏度的测定方法

ASTM D 3016 液相排阻色谱法术语及其相互关系使用标准规范

ASTM E 685 液相色谱法用固定波长光度探测装置试验的标准实施规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

定义 Definition

本标准使用塑料技术术语见 ASTM 883。

4 方法概要

4.1 本方法为在聚苯乙烯样品稀释溶液注入含有同样溶剂的流动相。流动相将聚合物载入和通过色谱柱(或系列色谱柱),柱填料可使用微粒、半刚性有机凝胶、刚性固体、多孔填料,按照聚合物分子大小顺序分离。自进样开始检测器持续监测从柱中出来的淋洗体积(时间),从柱中流出分子按照尺寸分离,并按照其浓度分离的分子量被检测和记录。通过校正曲线,淋洗体积(时间)可以转为分子量,样品的各种分子量参数可由分子量/浓度数据计算得出。

5 意义和范围

5.1 一般应用

分子量(M_w)和分子量分布(M_wD)是聚合物样品的性能参数,在性能研究中广泛使用。例如:观察