



中华人民共和国国家标准

GB/T 36214.3—XXXX/ISO 16014-3:2019

塑料 体积排除色谱法测定聚合物的平均分子量 和分子量分布 第3部分：低温法

Plastics — Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size exclusion chromatography —Part 3:Low-temperature method

(ISO 16014-3:2019, MOD)

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 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

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 36214.3-2018《塑料 体积排除色谱法测定聚合物的平均分子量和分子量分布 第3部分 低温法》，与GB/T 36214.3-2018相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了引用文件的年代号。
- b) 删除了引用文件的章节号。

本文件等同采用国际标准ISO 16064-3《塑料 体积排除色谱法测定聚合物的平均分子量和分子量分布 第3部分 低温法》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国塑料标准化技术委员会（SAC/TC 15）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件于2018年首次发布，本次为第一次修订。

塑料 体积排除色谱法测定聚合物的平均分子量和分子量分布 第3部分：低温法

1 范围

本文件描述了温度在60℃以下以有机溶剂为洗脱剂，用体积排除色谱法（SEC）测定聚合物平均分子量及分子量分布的方法（见附录A）。平均分子量和分子量分布根据使用聚合物标样建立的标准曲线计算得到。因此，该方法为相对方法（见GB/T 36214.1）。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所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）适用于本部分。

GB/T 2035 塑料 术语

GB/T 36214.1 塑料 体积排除色谱法测定聚合物的平均分子量和分子量分布 第1部分：通则

GB/T 36214.2 塑料 体积排除色谱法测定聚合物的平均分子量和分子量分布 第2部分：普适校正方法

3 术语和定义

GB/T 2035和GB/T 36214.1中界定的以及术语和定义适用于本文件。

4 原理

见GB/T 36214.1。

5 试剂

5.1 洗脱剂

洗脱剂的一般要求见GB/T 36214.1。

低于60℃时SEC使用的洗脱剂参看附录B。

水通常用于在<60℃的温度下对水溶性聚合物进行 SEC 测量，本方法不适用于低于 60℃时用水作为洗脱剂的水溶性聚合物的 SEC 测试。

5.2 评价色谱柱的试剂

见GB/T 36214.1。

有几种低分子量化合物可用来测定色谱柱的理论塔板数、不对称因子和分辨因子。如当用四氢呋喃做洗脱剂时可使用乙苯，或当用N，N-二甲基甲酰胺做洗脱剂时可使用二乙二醇（见附录B）。

5.3 分子量标样

GB/T 36214. 1。附录B中列出了一些商品化的分子量标样。

5.4 流速标记试剂（内标）

见GB/T 36214. 1。

因为内标物峰不能与聚合物峰、系统峰或溶剂峰重叠，所以难以找到一种用于标记流速的低分子量化合物。

适合做流速标记的化合物，如当用四氢呋喃作洗脱剂时使用硫磺，当用N, N-二甲基甲酰胺作洗脱剂时使用乙苯等。

5.5 添加剂

例如，LiBr和LiCl用于N, N-二甲基甲酰胺中防止聚丙烯腈的团聚，三氟乙酸钠用于1, 1, 1, 3, 3, 3-六氟异丙醇中聚酰胺的测试等。

6 仪器

6.1 总则

SEC系统示意图见GB/T 36214. 1。

SEC系统必需满足各部件单元规定的要求，并能保持低于60℃的恒定柱温，商业化或组装的SEC仪器都可以使用，

6.2 洗脱剂贮槽

见GB/T 36214. 1。

温度与色谱柱的温度不必保持一致。

6.3 泵系统

见GB/T 36214. 1。

为保证流速误差在±0. 3%内，泵系统应保持在在一个可以控制的温度。泵系统与色谱柱的温度不必保持一致。

6.4 进样器

见GB/T 36214. 1。

为保持精确的设定流速，进样器温度控制设备应能使注射器温度保持在设定温度±1℃范围内。进样器与色谱柱的温度不需要保持一致。

6.5 色谱柱

见GB/T 36214. 1。

色谱柱填充物为有机物或无机物，尺寸和形状没有限制。色谱柱填充物与样品间没有吸附或排斥等明显次级效应。

所用的色谱柱组的总理论塔板数应大于15000，聚合物峰附近的分辨因子R应大于1. 5，不对称因子应为(1±0. 15)。所用的色谱柱组应适用于所测分子量的全部范围，校正曲线应尽可能的接近线性（拟合系数应接近于1）。理论塔板数、分辨因子及不对称因子的测定见GB/T 36214. 1。

为保证测试结果的重复性，色谱柱控温系统应保证色谱柱的温度在设定温度的 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 范围内。

6.6 检测器

见GB/T 36214.1。

为保证系统流速和基线稳定性（灵敏度）的要求，检测器温度控制系统应保持检测器温度在设定温度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 范围内。检测器宜与色谱柱温度保持一致。

6.7 管路

见GB/T 36214.1。

管路的温度应保持稳定，以确保满足色谱柱的性能要求。管路与色谱柱的温度不必保持一致。

6.8 温度控制

进样器（6.4），色谱柱（6.5）和检测器（6.6）的温度控制。SEC的一个重要因素是所有单元应保持在一个恒定的温度。

6.9 记录和绘图

见GB/T 36214.1。

6.10 数据处理系统

见GB/T 36214.1。

6.11 其它部件

除上述部件外，需要时还可使用色谱柱保护过滤器、压力监测器、脉冲阻尼减震器或其它相关部件。

7 步骤

7.1 分子量标样溶液的制备

用来建立校正曲线的分子量标样应涵盖被测量的聚合物样品分子量的全部范围，因此每个分子量数量级至少需要两个标样。当多个标样在色谱上能彼此完全分开的情况下，可以配制含有多个标样的混合溶液。

含有高分子量标样（ $>1\,000\,000$ ）的混合标样溶液，由于溶液黏度较高，可能会发生峰的拖尾和变形。当发生上述情况时，高分子量标样溶液应单独配制。

如果没有和测试样品化学结构相同的分子量标样，可以用不同结构的聚合物标样建立校正曲线，按GB/T 36214.2建立普适校正曲线。

如果需要温和的摇动和/或搅拌或加热加速（样品）溶解，时间要尽可能短，以避免聚合物分子链断裂。

推荐过滤溶液来避免色谱柱堵塞。在这种情况下，应当使用孔径在 $0.2\,\mu\text{m}$ 和 $1\,\mu\text{m}$ 之间的膜过滤器或烧结金属过滤器。如果在过滤器上发现固体物质，表明溶解不完全，应对样品进行重新溶解。如果使用膜过滤器，膜及支撑物应对所使用的溶剂是惰性的。

通常情况下，标样溶液应在配制后48小时之内使用。如果将标样溶液存放在阴凉、黑暗的地方来防止聚合物的降解和溶剂的挥发，可保存更长时间。

推荐分子量标样溶液的浓度如下：

$M_p < 5 \times 10^4$	0.4 mg/cm ³
$5 \times 10^4 \leq M_p < 10^6$	0.2 mg / cm ³
$10^6 \leq M_p$	0.1 mg / cm ³

如果使用黏度检测器，较低分子量范围的测试应使用较高浓度的标样溶液。然而，样品的洗脱时间更宜在较低的浓度下测定。

7.2 样品溶液的制备

准确称取10 mg~250 mg的样品加入到10 cm³~50 cm³的样品瓶中，加入洗脱剂溶解。如需要，可再加入内标物，样品用与标准样品溶液制备相同的方法在30分钟内溶解。通常，分子量大于10⁵的样品溶解速度较慢，溶解时间可能需要超过30分钟以保证完全溶解。推荐对样品溶液进行过滤，避免色谱柱堵塞。

样品溶液浓度不应超过以下范围：

$M_w < 1 \times 10^5$	5.0 mg/cm ³
$1 \times 10^5 \leq M_w < 10^6$	2.0 mg/cm ³
$10^6 \leq M_w$	0.5 mg/cm ³

7.3 色谱柱柱效评价溶液的制备

选择合适的低分子量化合物，配制浓度为10 mg/cm³的溶液，用来测定色谱柱组的理论塔板数、不对称因子和分辨因子。

7.4 设备安装

按SEC测试所需洗脱剂放入贮槽中脱气。用洗脱剂冲洗SEC除色谱柱以外的所有单元。连接色谱柱组。在试验条件下，检查所有连接处有无泄漏。

在试验条件下（如流速、检测器灵敏度和温度）保持系统稳定，直到获得一条没有漂移和噪音的平直基线，

7.5 操作参数

7.5.1 流速

对2或3根长约30cm、直径8mm的高效色谱柱组，推荐的流速约为1 cm³/min。对于大分子量和剪切敏感的聚合物，应降低流速，以避免在洗脱过程中发生聚合物分子链的断裂。

7.5.2 进样质量和进样体积

聚合物样品进样质量和进样体积取决于色谱柱的尺寸和检测器的灵敏度。每立方厘米空色谱柱（无填充物）的理想进样量约为0.005mg”。聚合物最大进样质量应小于0.05mg每立方厘米空色谱柱。

试验得到的理想进样体积约为0.005 cm³聚合物溶液每立方厘米空色谱柱。最大进样体积应小于0.01 cm³聚合物每立方厘米空色谱柱。

分子量标样与样品进样溶液体积应相同。

低分子量化合物的进样体积应小于0.005 cm³每立方厘米空色谱柱体积。

7.5.3 色谱柱温度

色谱柱温度的选择应考虑样品的溶解性、洗脱剂的黏度、沸点及室温。

7.5.4 检测器灵敏度

对于RI检测器，信号强度依赖于进样量和样品的示差折光指数增量 dn/dc 。对于UV检测器，信号强度依赖于进样量和样品每单位质量浓度的吸光度。检测器灵敏度宜设定到能获得强的样品信号峰，以确保精确的数据处理。

为保持溶液浓度与峰值之间的线性关系，同样设置下检测器应保持其灵敏度。推荐折光指数检测器灵敏度约为全范围 $1 \times 10^{-5} \sim 9 \times 10^{-4}$ RI单位，UV检测器全范围灵敏度约为0.1~0.9吸光度单位。

7.6 测定次数

测定次数应不小于2次，以验证样品色谱图峰形状和峰位置的重复性。如果两次测试间的流速差大于0.3%， M_n 相对偏差大于3%， M_w 相对偏差大于2%，需要重新对样品进行测定。

8 数据采集和处理

见GB/T 36214.1。

9 结果表示

见GB/T 36214.1。

10 精密度

由于未获得足够的实验室间的数据，尚未得到本试验方法的精密度。在获得实验室间数据后，下一个版本将增加精密度的说明。

注：本标准采用的ISO 16014-3:2019精密度数据见附录C。

11 试验报告

见GB/T 36214.1。

附 录 A
(资料性附录)
方法应用的更多信息

本部分适用于低于60 °C的SEC测试，样品为线性均聚物。然而，由于这是一相对方法，也可以应用到非线性均聚物，如支化、星型、梳型、立构规整和立构无规聚合物，及其他类型聚合物，如无规共聚物、嵌段共聚物、接枝共聚物和多相共聚物。

该方法不适用于水做洗脱剂的测试，即不适用于水溶性聚合物，或柱温高于60°C（如聚乙烯），或样品分子与色谱柱填充物能发生吸附或排斥这类明显次级效应的样品。

附 录 B

(资料性附录)

试剂的更多信息

B.1 洗脱剂示例

下面是一些适合低于60 °C的SEC测试的洗脱剂及相应聚合物：

- a) 四氢呋喃可用于聚苯乙烯、聚甲基丙烯酸甲酯、聚碳酸酯、聚醋酸乙烯酯等；
- b) 氯仿可用于脂肪族聚酯等；
- c) 甲苯可用于聚二甲基硅氧烷等；
- d) N, N-二甲基甲酰胺可用于聚丙烯腈、聚氨酯类等；
- e) 1, 1, 1, 3, 3, 3-六氟异丙醇可用于聚酰胺、聚酯等。

B.2 色谱柱评价试剂示例

推荐的评价聚苯乙烯凝胶色谱柱性能的有机试剂见表B. 1。由于离子基团可能会与色谱柱填充材料发生相互作用，不能使用含有离子基团的化合物作为评价试剂，如含有羧基或氨基等基团。

表B. 1 色谱柱评价试剂示例

洗脱剂	试剂
四氢呋喃	乙苯
氯仿	乙苯
甲苯	乙苯
N, N-二甲基甲酰胺	乙二醇
1, 1, 1, 3, 3, 3-六氟异丙醇	乙酸乙酯

B.3 窄分子量分布标样

见GB/T 36214. 1中附录B。

只能在高温下溶解的聚合物不适用于该方法，如聚乙烯和聚丙烯等。

附 录 C

(资料性附录)

ISO 16014-3:2012 精密度试验

C.1 概况

1995年~1998年,按照ISO 5725-1和ISO 5725-2的原则组织了多次精密度的试验。

C.2 试验条件

试验样品包括3种聚苯乙烯样品、1种聚甲基丙烯酸甲酯样品和1种聚丙烯腈样品,建立标准曲线的窄分子量分布标样由试验组织单位向各实验室分发。试验情况具体如下:

第一次精密度试验(1995)

聚合物样品(3种样品)	聚苯乙烯 PS-1
	聚苯乙烯 PS-2
	聚苯乙烯 PS-3
校正	14种聚苯乙烯标样
色谱柱填充材料	聚苯乙烯凝胶
洗脱剂	四氢呋喃
柱温	40℃
实验室数量	13

第二次精密度试验(1996)

聚合物样品	聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)
校正	14种聚苯乙烯标样
色谱柱填充材料	聚苯乙烯凝胶
洗脱剂	四氢呋喃
柱温	40℃
实验室数量	14

第三次精密度试验(1997~1998)

聚合物样品	聚丙烯腈
校正	a) 14种聚苯乙烯标样 b) 14种聚乙二醇和聚氧化乙烯标样
色谱柱填充材料	a) 聚苯乙烯凝胶 b) 聚乙醇凝胶
洗脱剂	N,N-二甲基甲酰胺(添加剂: 20mM LiBr)
柱温	40℃
实验室数量	a) 8个聚苯乙烯凝胶色谱柱实验室 b) 10个聚乙醇凝胶色谱柱实验室

C.3 原始数据

表C.1至表C.3列出了第一次精密度试验得到的原始数据（平均分子量平均值和方差）。

每个试验的测定次数（见7.6）为3次（ $n=3$ ）。一些实验室对同一样品进行了2个或3个独立试验。例如，试验室B进行了3个试验，用B1、B2和B3表示。这些数据的处理方式与来自于不同实验室的数据相同。

表C.1 聚苯乙烯（PS-1）的平均分子量平均值及方差

实验室	$M_n (\times 10^{-4})$		$M_w (\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
A1	14.6	0.281	35.9	0.013
B1	14.6	0.051	38.9	0.031
B2	13.9	0.249	37.2	0.823
B3	13.8	0.059	37.8	0.178
C1	13.0	0.666	37.1	0.002
C2	13.3	0.446	37.6	0.020
C3	13.6	0.095	38.4	0.162
D1	13.1	0.135	41.9	0.062
D2	13.1	0.135	41.9	0.062
D3	13.8	0.140	12.2	0.002
E1	13.5	0.000	38.3	0.000
E2	13.3	0.012	38.0	0.007
F1	14.2	0.007	40.8	0.018
F2	14.2	0.002	40.4	0.005
F3	14.3	0.017	40.2	0.000
G1	15.0	0.012	37.6	0.009
G2	13.6	0.038	35.8	0.037
H1	13.3	0.001	38.0	0.011
H2	13.5	0.035	38.2	0.021
I1	16.3	0.436	40.2	0.203
I2	16.6	0.247	39.4	0.859
J1	11.9	0.187	31.8	0.815
J2	11.6	0.086	31.8	0.482
J3	12.5	0.016	32.4	0.002
K1	13.8	0.009	37.5	0.007
K2	14.5	0.036	38.1	0.016
L1	13.9	0.024	37.0	0.158
L2	12.6	0.000	35.2	0.260
M1	12.6	0.062	33.3	0.140
M2	13.1	0.107	32.2	0.002
M3	12.0	0.109	32.1	0.362
注：括号内的值为离群值。				

表C.2 聚苯乙烯（PS-2）的平均分子量平均值及方差

实验室	$M_n (\times 10^{-4})$		$M_w (\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
A1	7.24	0.026	22.6	0.006
B1	7.65	0.098	23.1	0.096
B2	7.54	0.038	22.4	(0.212)
B3	7.45	0.031	22.9	0.060
C1	6.70	0.149	21.9	0.007
C2	6.47	0.060	22.2	0.042
C3	6.95	0.009	22.7	0.002
D1	6.89	0.015	24.8	0.047
D2	7.00	0.003	24.7	0.002
D3	6.75	0.084	24.6	0.009
E1	7.19	0.000	23.0	0.000
E2	7.07	0.002	22.9	0.010
F1	7.51	0.002	24.1	0.009
F2	7.61	0.001	23.8	0.000
F3	7.65	0.002	23.6	0.004
G1	7.34	0.002	23.0	0.002
G2	7.09	0.000	22.4	0.010
H1	6.70	0.007	23.5	0.005
H2	6.88	0.002	23.2	0.019
I1	(9.13)	(5.707)	23.4	(2.628)
I2	(9.72)	(0.590)	24.9	(0.887)
J1	6.62	0.004	20.0	0.095
J2	6.73	0.001	20.1	0.042
J3	6.65	0.095	21.0	0.016
K1	7.07	0.007	22.9	0.007
K2	6.78	0.038	22.8	0.020
L1	6.52	0.136	21.7	0.016
L2	6.59	0.020	22.0	0.099
L3	6.74	0.013	20.6	0.050
M1	7.60	0.006	21.8	0.042
M2	7.66	0.084	21.4	0.047
M3	6.55	0.004	19.6	0.042
注：括号内的值为离群值。				

表C.3 聚苯乙烯（PS-3）的平均分子量平均值及方差

实验室	$M_n (\times 10^{-4})$		$M_w (\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
A1	3.70	0.008	15.7	0.004
B1	4.12	0.006	16.4	0.059
B2	3.99	0.017	15.7	0.052
B3	4.05	0.005	16.0	0.014
C1	3.67	0.005	15.4	0.095
C2	3.55	0.001	15.3	0.020
C3	3.78	(0.038)	15.8	0.056
D1	3.84	0.001	16.8	0.020
D2	3.74	0.002	16.4	0.029
D3	3.76	0.014	16.6	0.007
E1	3.69	0.000	16.1	0.000
E2	3.60	0.000	16.0	0.000
F1	3.95	0.000	16.6	0.003
F2	4.00	0.001	16.3	0.001
F3	4.08	0.001	16.2	0.002
G1	3.99	0.000	16.2	0.001
G2	3.89	0.000	16.0	0.002
H1	3.50	0.001	16.8	0.020
H2	3.59	0.003	16.2	0.039
I1	4.04	0.005	15.3	(2.247)
J1	3.47	0.002	14.6	0.016
J2	3.50	0.002	14.5	0.002
J3	3.70	0.000	14.5	0.009
K1	3.80	0.000	16.1	0.000
K2	3.70	0.000	16.0	0.002
L1	3.75	0.004	15.8	0.012
L2	3.60	0.001	15.0	0.009
L3	3.50	0.002	14.4	0.031
M1	4.42	0.003	15.6	0.002
M2	4.50	(0.069)	15.4	0.016
M3	3.46	(0.038)	13.6	0.016
注：括号内的值为离群值。				

表C.4列出了第2次精密度试验（聚甲基丙烯酸甲酯样品）得到的原始数据（平均分子量平均值及方差）。每个试验的测定次数（见7.6）为3次（ $n=3$ ）。

表C.4 聚甲基丙烯酸甲酯（PMMA）的平均分子量平均值及方差

实验室	$M_n (\times 10^{-4})$	$M_w (\times 10^{-4})$
-----	------------------------	------------------------

	平均值	方差	平均值	方差
校正：聚苯乙烯标样				
A	18.0	0.39	59.3	0.16
B	16.5	(1.14)	72.6	0.01
C	15.4	0.09	57.2	0.42
D	14.4	0.09	62.9	0.02
E	14.0	0.17	58.0	2.20
F	17.3	0.02	65.8	0.02
G	17.4	0.00	59.7	0.13
H	16.3	0.02	63.6	0.20
I	22.8	(47.85)	66.7	(43.04)
J	15.8	0.20	62.3	3.48
K	(23.5)	0.66	66.4	4.97
L	18.9	0.24	58.7	2.14
M	15.9	0.06	53.8	0.04
N	16.3	0.02	62.1	0.19
校正：聚甲基丙烯酸甲酯标样				
A	22.4	0.78	82.3	0.33
B	19.9	0.41	87.3	0.01
C	20.1	0.21	82.1	1.10
D	19.5	0.20	73.5	0.02
E	18.3	0.16	71.7	1.85
F	21.0	0.03	83.9	0.03
G	20.6	0.00	81.4	0.26
H	19.9	0.03	88.4	0.47
I	(29.8)	(89.49)	90.4	(76.41)
J	19.7	0.35	88.3	6.01
K	(27.7)	0.93	93.9	3.23
L	22.4	0.34	78.8	4.06
M	19.9	0.09	74.3	0.06
N	20.4	0.12	91.3	0.80
注：括号内的值为离群值。				

表C.5列出了第3次循环试验（聚丙烯腈样品）得到的原始数据（平均分子量平均值及方差）。每个试验的测定次数（见7.6）为3次（n=3）。

表C.5 聚丙烯腈（PAN）的平均分子量平均值及方差

实验室	$M_n (\times 10^{-4})$		$M_w (\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
色谱柱：聚苯乙烯凝胶				
校正：聚苯乙烯标样				

A	15.78	0.07	33.94	0.20
B	22.73	0.54	49.93	(0.89)
C	31.13	0.05	62.43	0.06
D	19.20	0.37	41.23	0.08
E	15.00	0.03	41.25	0.02
G	23.17	0.14	52.34	0.27
H	20.87	0.51	45.92	0.08
I	13.61	0.00	50.38	0.05
色谱柱：聚苯乙烯凝胶				
校正：聚乙烯醇和聚氧乙烯标样				
A	8.70	0.02	19.23	0.08
B	8.40	0.18	20.93	0.17
C	8.38	0.01	23.60	0.01
D	9.68	0.05	20.63	0.04
E	8.51	0.01	21.00	0.00
G	6.42	0.04	18.32	0.03
H	8.25	0.22	21.73	0.01
I	5.00	0.00	(47.01)	(7.87)
色谱柱：聚乙烯醇凝胶				
校正：聚苯乙烯标样				
A	11.92	0.07	38.86	(0.99)
B1	11.70	(1.00)	39.70	(2.92)
B2	12.67	0.12	44.43	(0.60)
C	12.99	0.19	44.05	0.06
D1	14.30	0.04	38.67	(0.34)
D2	13.07	0.02	45.86	0.01
E	11.97	0.05	33.65	0.08
F	11.85	0.15	59.48	(1.85)
G	12.69	0.07	41.59	0.03
H1	12.39	0.13	40.15	0.05
H2	11.63	0.05	41.23	0.03
I	12.83	0.01	40.38	0.08
J	(9.36)	0.7.	39.24	0.00
K	13.11	0.08	41.38	0.00
色谱柱：聚乙烯醇凝胶				
校正：聚乙二醇和聚氧乙烯标样				
A	7.11	0.02	20.29	(0.29)
B1	7.31	(0.30)	22.00	(0.64)
B2	8.18	0.04	25.67	(0.16)
C	8.04	0.03	23.74	0.00
D1	8.67	0.01	21.27	0.10

D2	8.10	0.00	23.67	0.00
E	7.59	0.02	25.39	0.06
F	6.98	0.06	27.12	0.02
G	7.93	0.02	23.72	0.01
H1	7.68	0.04	22.96	0.01
H2	7.15	0.01	22.52	0.01
I	7.99	0.00	23.72	0.03
J	(6.00)	0.07	22.33	0.00
K	7.96	0.02	24.33	0.00
注：括号内的值为离群值。				

C.4 精密度试验结果

本部分的重复性和再现性结果见表C.6。

注 1：排除第三次，使用聚苯乙烯凝胶色谱柱和添加 20mM 溴化锂的 N,N-二甲基酰胺为洗脱剂，在不理想条件下得到的循环测试结果，该方法的重复性和再现性足以使其成为标准方法。在第三次循环试验中，较大偏差 S_R 是由于聚苯乙烯色谱柱和聚合物样品或者校正标样之间的相互作用导致的。因此该方法不能用于存在可预见副作用的聚合物样品，如聚合物分子在色谱柱填充材料上的吸附或者聚合物分子与填充材料间的排斥。

表C.6 精密度试验结果

聚合物	M _n 、M _w 平均值	重复性, S _r ^a	再现性, S _R ^a	循环试验
PS-1	M _n =137000	3.1	8.0	1st
	M _w =373000	1.3	8.1	
PS-2	M _n =70400	3.1	5.6	1st
	M _w =226000	2.1	6.1	
PS-3	M _n =38000	2.8	6.9	1st
	M _w =157000	2.4	4.9	
PMMA ^b	M _n =163000	2.1	9.0	2nd
	M _w =617000	1.7	7.8	
PMMA ^c	M _n =215000	2.4	5.7	2nd
	M _w =834000	1.4	8.4	
PAN ^d	M _n =202000	2.3	28.2	3rd
	M _w =467000	0.7	19.8	
PAN ^e	M _n =79200	3.2	18.7	3rd
	M _w =208000	1.1	8.2	
PAN ^f	M _n =126000	2.3	5.8	3rd
	M _w =418000	0.4	5.1	
PAN ^g	M _n =77800	1.9	6.4	3rd
	M _w =468000	0.7	6.6	
a 用 Grubbs-cochran 方法排除了异常值				
b 校正：聚苯乙烯标准样品				

- c 校正：聚甲基丙烯酸甲酯标准样品
- d 色谱柱：聚苯乙烯凝胶填料；校正：聚苯乙烯标准样品
- e 色谱柱：聚苯乙烯凝胶填料；校正：聚乙二醇和聚氧化乙烯标准样品
- f 色谱柱：聚乙醇凝胶填料；校正：聚苯乙烯标准样品
- g 色谱柱：聚乙醇凝胶填料；校正：聚乙二醇和聚氧化乙烯标准样品

参考文献

- [1] Grubbs, F.E., and Beck, G.: Technometrics, 14, p. 847 (1972)
