



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX.1—XXXX
代替 GB/T 36214.1—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1部分：通则

Plastics — Determination of average molecular weight and molecular weight
distribution of polymers using size-exclusion chromatography — Part 1:General
principles

(ISO 16014-1:2019,MOD)

(征求意见稿)

(本稿完成日期：2025-10-14)

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 3

5 试剂 3

 5.1 洗脱剂 3

 5.2 评价色谱柱的试剂 3

 5.3 分子量标样 3

 5.4 流速标记试剂（内标） 4

 5.5 添加剂 4

6 仪器 4

 6.1 总则 4

 6.2 洗脱剂贮槽 5

 6.3 泵系统 5

 6.4 进样器 5

 6.5 色谱柱 5

 6.6 检测器 7

 6.7 管路 8

 6.8 温度控制 8

 6.9 记录和绘图 8

 6.10 数据处理系统 8

 6.11 其它部件 8

7 步骤 8

8 数据采集和处理 8

 8.1 数据采集 8

 8.2 数据评价和谱图校正 8

 8.3 数据处理 9

9 结果表示 11

 9.1 校正曲线 11

 9.2 平均分子量的计算 12

 9.3 分子量微分分布曲线 12

 9.4 分子量积分分布曲线 13

10 精密度 14

11 试验报告 14

 11.1 总则 14

 11.2 仪器和测量参数 14

 11.3 系统校正 15

 11.4 校正曲线 15

 11.5 结果 15

附录 A（资料性） 补充资料..... 16

附录 B（资料性） 窄分子量分布标样..... 17

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。

本文件为GB/T 36214《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》的第1部分，GB/T 36214已发布以下部分：

- 第1部分：通则；
- 第2部分：普适校正法；
- 第3部分：低温法；
- 第4部分：高温法；
- 第5部分：光散射法。

本文件代替GB/T 36214.1—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1部分：通则》，与GB/T 36214.1—2018相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 范围中增加了本文件不适用的溶剂体系和温度范围（见第1章，2018年版第1章）；
- b) 更改了规范性引用文件（见第2章，2018年版第2章）；
- c) 删除了分子量等术语与定义（见第3章，2018年版第3章）；
- d) 在图2中增加了坐标并新增11项标引序号说明（见6.5.2图2，2018年版6.5.3图2）；
- e) 在图3中增加了坐标并新增4项标引序号说明（见6.5.3图3，2018年版6.5.3图3）；
- f) 将8.3.2中本文件不宜用于分子量低于1 000的组分的含量大于总聚合物峰面积的30%的样品更改为本文件不宜用于不被完全分离低分子量组分的含量大于总聚合物峰面积的30%的样品（见8.3.2, 2018年版8.3.2）；
- g) 在图4中增加了8项标引序号说明（见8.3.2, 2018年版8.3.2）；
- h) 在图4中增加了系统峰的说明，以增加测试结果准确性（见8.3.2, 2018年版8.3.2）；
- i) 将资料性附录更改为规范性附录并修改附录标题（见附录A，2018年版附录A）；
- j) 按IUPAC规则标题中分子量英文“molecular mass”修改为“molecular weight”。

本文件修改采用ISO 16014-1:2019《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1部分：通则》。

本文件与ISO 16014-1:2019的技术差异及其原因如下：

- a) 第1章范围中增加本文件不适用的溶剂体系和温度范围，以明确本文件的适用范围；
- b) 用规范性引用的GB/T 2035替换了ISO 472（见第3章）、GB/T 36214.3替换了ISO 16014-3（见6.5.2、6.5.4）、GB/T 36214.4替换了ISO 16014-4（见6.5.2、6.5.4）、GB/T 36214.2替换了ISO 16014-2（见9.1）、GB/T 36214.5替换了ISO 16014-5（见9.1），以适应我国的技术要求；
- c) 将本文件不宜用于分子量低于1 000的组分的含量大于总聚合物峰面积的30%的样品更改为本文件不宜用于不被完全分离低分子量组分的含量大于总聚合物峰面积的30%的样品（见8.3.2）；
- d) 将资料性附录更改为规范性附录并更改了附录标题（见附录A），以适应我国的技术要求；

本文件做了以下编辑性改动：

- a) 增加引言，以说明系列各部分之间的关系；
- b) 将6.6的注和附录A.1中关于系列标准可用的样品类型合并至引言，使结构更佳平衡；

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。

本文件标准起草单位：

本文件主要起草人：

本部分主要起草人：

本次为GB/T 36214.1的第一次修订。

引 言

GB/T 36214. 1—XXXX《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》规定使用体积排除色谱法(SEC)测定聚合物平均分子量和分子量分布的一般要求。GB/T 36214拟由以下五个部分组成：

- 第1部分：通则。目的在于规定测试聚合物的平均分子量和分子量分布的一般原则；
- 第2部分：普适校正法。目的在于给出采用普适校正法测试聚合物平均分子量和分子量分布的方法；
- 第3部分：低温法。目的在于给出采用低温法测试聚合物平均分子量和分子量分布的方法；
- 第4部分：高温法。目的在于给出采用高温法测试聚合物平均分子量和分子量分布的方法；
- 第5部分：光散射法。目的在于给出采用光散射法测试聚合物平均分子量和分子量分布的方法。

GB/T 36214的第2~4部分描述的体积排除色谱（SEC）方法假定样品为线性均聚物。然而，由于它们是相对方法，因此也可用于非线性均聚物，例如支化、星形、梳状、立构规整和立构不规整的聚合物，以及其他类型的聚合物，例如随机、嵌段、接枝和异相共聚物。GB/T 36214第5部分中描述的SEC-LS方法同样可用于线性均聚物和非线性均聚物，如支化、星形、梳状、立构规整和立构不规整的聚合物。它也可用于分子组成不变的异相共聚物。然而，SEC-LS不能用于分子组成变化的嵌段、接枝或异相共聚物。

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

1 范围

本文件描述了使用体积排除色谱(SEC)法测定聚合物平均分子量和分子量分布的通用方法。

若使用GB/T 36214第2至第4部分描述的SEC方法之一，则平均分子量和分子量分布是根据使用聚合物标准构建的校正曲线计算得到；若使用GB/T 36214.5中描述的与光散射检测联用的体积排除色谱(SEC-LS)法，则平均分子量和分子量分布根据使用绝对分子量数据构建的校正曲线计算。

本文件不适用于使用水作为洗脱剂，即不能用于检测水溶性的聚合物。

本文件不适用于柱温高于220 °C的检测。

本文件不适用于出现显著的次级效应的聚合物，例如聚合物分子在柱填充材料上发生吸附或聚合物分子以及和填充材料之间发生排斥的聚合物。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 2035 塑料 术语 (GB/T 2035—2024,ISO 472:2013, NEQ)
- 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：普适校正法 (GB/T 36214.2-XXXX, ISO 16014-2:2019, MOD)
- GB/T 36214.3 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 (GB/T 36214.3-XXXX, ISO 16014-3:2019, MOD)
- GB/T 36214.4 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4部分：高温法 (GB/T 36214.4-XXXX, ISO 16014-4:2019, MOD)
- GB/T 36214.5 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5部分：光散射法 (GB/T 36214.5-XXXX, ISO 16014-5:2019, MOD)

3 术语和定义

GB/T 2035界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

光散射检测 light-scattering detection
LS检测
一种通过测量溶液中聚合物分子的光散射来测定其分子质量或尺寸的技术。

4 原理

聚合物样品溶解在适宜的溶剂中配制成稀溶液,将该溶液注入到流动相并进入填充不同孔径的非吸收性多孔小颗粒填充材料的SEC柱。当聚合物样品通过柱子时,由于聚合物分子的分子质量不同或分子尺寸(即流体力学体积)不同而彼此分离。在SEC中,体积较大的分子不能进入填料孔,因此它们很快被洗脱;而较小的分子能够进入这些孔,从而较慢地从柱子中洗脱。洗脱剂中聚合物的浓度,被浓度响应检测器(若使用SEC-LS时则配置光散射检测器)连续地检测,从而给出SEC谱图。

在GB/T 36214第2至4部分描述的SEC方法中,在SEC谱图上的任意洗脱时间对应的分子量根据窄分子量分布聚合物标样建立的校正曲线确定。在GB/T 36214第5部分描述的SEC-LS方法中,校正曲线是由配备光散射检测器的体积排除色谱(SEC-LS)的绝对分子量数据计算得到。未知聚合物样品的平均分子量和分子量分布是由SEC谱图上的各个洗脱时间对应的分子量和浓度数据计算得到。

5 试剂

5.1 洗脱剂

SEC洗脱剂的纯度随应用要求变化,一般溶剂中宜无颗粒物质和能与聚合物反应或干扰聚合物检测的物质。可使用抗氧剂、盐等添加剂,以避免洗脱剂降解、聚合物分子聚集、聚合物吸附于填充材料上等。混合洗脱剂也可用于GB/T 36214第2~4部分描述的方法中,以便改善溶解度和折光指数,或降低流动相的成本。然而混合洗脱剂不能用于SEC-LS测量,因为聚合物在混合洗脱剂的不同组分中具有不同的光吸收性质,从而导致错误的结果。

5.2 评价色谱柱的试剂

用于测定理论塔板数、不对称因子和色谱柱的分辨因子的低分子量化合物。

5.3 分子量标样

GB/T 36214第2至4部分描述的试验方法不是绝对方法,而是一个相对方法,因此要求建立校正曲线,以便通过SEC谱图计算平均分子量和分子量分布。校正曲线通过使用窄分子量分布的已知分子量标样得到。标样的 M_w 和/或 M_n 的值是由绝对方法测得,例如光散射、膜渗透法、蒸汽压渗透法、超离心法或端基分析法等。多分散性(M_w/M_n)以 M_w 的绝对值除以 M_n 的绝对值计算获得。聚合物标样的多分散性应符合以下要求:

$$M_p < 2 \times 10^3 \quad M_w/M_n < 1.20$$

$$2 \times 10^3 \leq M_p < 10^6 \quad M_w/M_n < 1.10$$

$$10^6 \leq M_p \quad M_w/M_n < 1.20$$

式中:

M_w — 重均分子量;

M_n — 数均分子量;

M_p — 最大峰值的分子量。

M_p 可使用式(1)计算:

$$M_p = (M_n \times M_w)^{1/2} \quad (1)$$

注:部分市售的分子量标样只给出了 M_w 和 M_n 的值,没有给出 M_p 的值。当聚合物样品的分子量分布呈对数正态分布时,式(1)给出了计算 M_p 的值的方法。

附录B给出了部分市售的分子量标样的示例。

5.4 流速标记试剂(内标)

用于监测洗脱时间的准确性（如评价测试数据是否在规定的范围内）的低分子量化合物。

5.5 添加剂

用于改进SEC性能和避免样品降解等添加至洗脱剂中的添加物质。

6 仪器

6.1 总则

SEC系统的示意图见图1。其基本组成部分包括洗脱剂贮槽、泵系统、进样器、色谱柱、检测器、连接管、温度控制系统和数据处理系统。对SEC-LS测量设备来说，光散射检测器如分子质量响应检测器与常规（浓度响应）检测器联用，任何能满足本方法要求的光散射检测器均可使用。

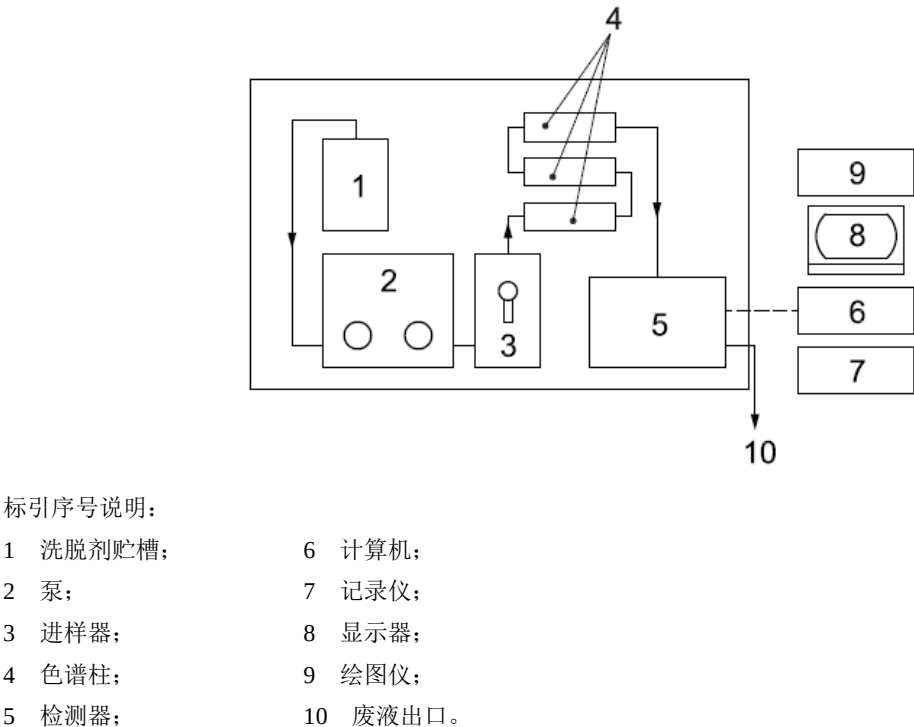


图1 SEC 系统示意图

6.2 洗脱剂贮槽

洗脱剂贮槽应具有能贮存进行色谱柱校正和测试所需洗脱剂量的容量。洗脱剂应在使用前进行脱气，排除溶剂中的空气。将洗脱剂放入适用的减压容器中放置于超声浴中进行脱气或在贮槽和泵之间使用真空脱气。洗脱剂中的颗粒可通过滤膜过滤除去。除了使用惰性气体排空洗脱剂的上部空气外，还宜遮盖贮槽以避免光照。

6.3 泵系统

洗脱剂以恒定的、无脉冲流速通过色谱柱。对于约8 mm内径的色谱柱，流速宜为1 cm³/min。SEC系统流速精确度应在±0.3%的范围内。对于高分子量和/或剪切敏感的聚合物和粘稠的洗脱剂，宜使用较低的流速。为保持流速恒定，泵系统温度控制稳定性应至少为±1 °C。

应使用内标或按附录A中描述的体积/质量测量法，监测流速和校正明显偏离的流速。在GB/T 36214第2至4部分描述的方法中，未描述流动速度，因为该方法是相对方法，试验的结果从分子量标样测量所得的校正曲线计算得到。

6.4 进样器

除具有一个洗脱旁路外，进样器还应具备保持样品溶液并在具有最小的峰展宽和最小的压力变化下把样品溶液注入色谱的能力。

为维持流速准确性，进样系统应配置温度控制装置或精密的空调。

6.5 色谱柱

6.5.1 总则

色谱柱的功能是根据样品分子的体积(质量)不同分离样品。色谱柱通常由带末端接套头的不锈钢管、过滤器和多孔填充材料组成。柱子的长度、直径或填充材料的颗粒尺寸值根据实际使用选择。

6.5.2 理论塔板数的测定

使用低分子量化合物，例如乙苯，得到一个色谱峰(见图2)并依据式(2)或(3)计算色谱柱的理论塔板数N。

$$N = 5.54 \times (t_e / W_{1/2})^2 \tag{2}$$

$$N = 16 \times (t_e / W)^2 \tag{3}$$

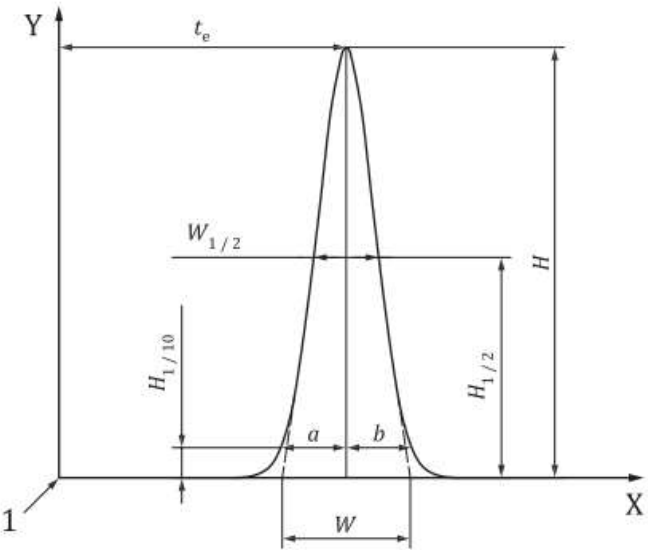
式中：

t_e ——峰顶保留时间；

$W_{1/2}$ ——半峰宽；

W ——峰的两侧正切线和基线之间的截距差。

在GB/T 36214.3和GB/T 36214.4中给出了理论塔板数的要求。



- 标引序号说明：
- 1 进样；
 - H 峰高；
 - $H_{1/10}$ 十分之一峰高处的峰高；
 - $H_{1/2}$ 半峰高；
 - W 峰两侧的正切线和基线交点之间的距离；
 - $W_{1/2}$ 半峰宽；
 - a 10%峰高处得到的前半峰宽；
 - b 10%峰高处得到的后半峰宽；
 - t_e 峰顶洗脱时间；
 - X 洗脱时间，min；
 - Y 折光指数，mV。

图2 低分子量化合物的 SEC 谱图

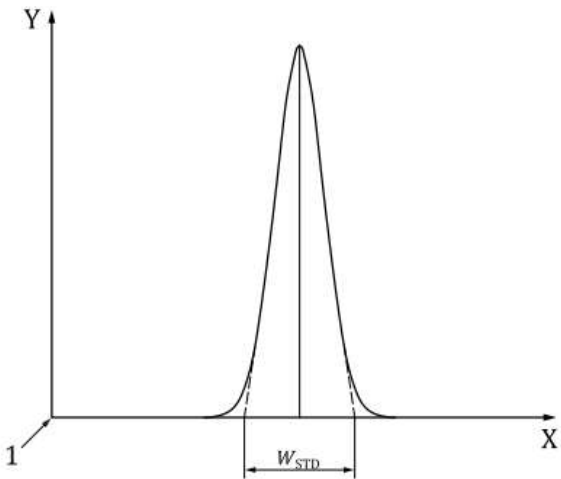
6.5.3 分辨因子的测定

色谱柱组的分辨因子 R 通过校正曲线(见9.1和图5)和一个洗脱峰顶时间与样品相近的窄分子量分布的分子量标样(见5.3和图3)按式(4)计算得到：

$$R = -1/(D \times W_{STD}) \tag{4}$$

- 式中：
- D —校正曲线在相应样品峰峰顶处的斜率；
 - W_{STD} —分子量标样在基线上的峰宽。

在GB/T 36214-3和GB/T 36214-4中给出了分辨因子的要求。



- 标引序号说明：
- 1 进样；
 - W_{STD} 分子量标样在基线上的峰宽；
 - X 时间；
 - Y 信号强度。

图3 窄分子量分布标样的 SEC 谱图

6.5.4 不对称因子的测定

色谱柱组的不对称因子 A_s 可利用低分子量化合物（如乙苯）产生的峰数据(见图2)根据式(5)计算得到：

$$A_s = (a + b) / (2 \times a) \quad (5)$$

式中：

A_s ——不对称因子；

a ——10%峰高处得到的前半峰宽；

b ——10%峰高处得到的后半峰宽。

在GB/T 36214.3和GB/T 36214.4中给出了不对称因子的要求。

6.6 检测器

检测器用于连续监测从色谱柱中洗脱出的聚合物的浓度。几种市售的浓度敏感型检测器有示差折光检测器、紫外光可见光检测器、红外检测器和荧光检测器。而SEC-LS设备则是使用光散射检测器与SEC系统直接联用。

流动池的体积应足够的小，以保持从色谱柱分离出来的聚合物的分子量分布足够窄并满足6.5.2和6.5.3中规定的色谱柱总理论塔板数和分辨因子的要求。

在GB/T 36214第2至4部分使用的浓度敏感型检测器的灵敏度应能检测出 10^{-8} 的折光指数或 10^{-4} 的紫外吸收信号的差异。信噪比宜大于200，虽然低的信噪比有利于宽分子量分布样品或超高分子量样品在低浓度下的测量，但为保证适宜灵敏度水平，此时信噪比仍应大于20。每小时信号强度的漂移应小于峰高10%。由于随着检测器类型和试验条件的不同，LS检测器的灵敏度变化较大，本文件未规定LS检测器的灵敏度。

6.7 管路

用于连接样品进样器到第一根色谱柱、色谱柱相互间连接(包括管件长度)和色谱柱到检测器的管路，其内径应足够小、长度足够短，以防止被分离的组分重新混合，并满足6.5.1中规定的性能要求。从进样器到检测器使用的管路的内径应小于或等于0.05 cm。不应使用内径过小的管路，以免引起聚合物链断裂和检测池的扰动。

6.8 温度控制

色谱柱、泵系统、进样器和管路的温度控制系统应保持恒定在每个部件相应的条款中叙述的窄的温度范围内。对于检测器的温度控制应满足SEC的性能要求。

6.9 记录和绘图

应清晰地记录并绘制SEC曲线，以便评价峰高、基线水平、信号漂移和峰分离等参数是否适宜于数据处理。

6.10 数据处理系统

数据处理系统能采集数据，生成校正曲线，并按要求计算出分子量和分子量分布并显示数据和/或图谱。这一系统应能按本系列标准的要求收集、分析和报告数据。

应实时生成SEC或SEC-LS色谱图并储存这些数据供后续的脱机处理使用。

6.11 其它部件

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

7 步骤

试验步骤包括组建SEC或SEC-LS仪器、建立数据采集和数据处理系统、制备分子量标样溶液、样品溶液和测定色谱柱性能的溶液、过滤溶液并进样。

详细步骤在GB/T 36214系列的相关部分中作出规定。

8 数据采集和处理

8.1 数据采集

数据采集应从样品洗脱开始到样品峰结束，或直到信号下降到基线时为止。每个数量级下的数据点或读出值的数量应不少于50个。应记录足够的数据点以提供准确的峰面积和峰顶洗脱时间以及准确的分子量分布曲线，从而从该曲线得到准确的平均分子量。

8.2 数据评价和谱图校正

每次运行时应监测SEC图谱，以确保内标的洗脱时间的误差或洗脱剂的体积/质量的误差在校正值的 $\pm 0.3\%$ 范围内。

如果误差超出 $\pm 0.3\%$ 的范围，数据应被舍弃，并进行重复测量。不要求进行峰展宽校正。

洗脱时间和洗脱体积/质量的监测方法按附录A进行。

8.3 数据处理

8.3.1 基线的确定

如果检测器的信号落在系统峰之前的基线上，如图4a)所示，则应假设基线为从 t_a 到 t_b 的直线。

如果检测器的信号落在系统峰之前而没有回到基线，如图4b)所示，则应假设基线为样品正好开始洗脱前 t_a 到系统峰正好洗脱后 t_c 的直线。

SEC-LS色谱的基线与GB/T 36214第2到第4部分描述的使用其中一种SEC方法获得色谱的方式相同，即一条连接样品洗脱点和基线恢复点的直线。一般情况下，在确定基线之前，通过消除尖峰噪声和平滑基线以消除短期噪声。

8.3.2 计算范围的确定

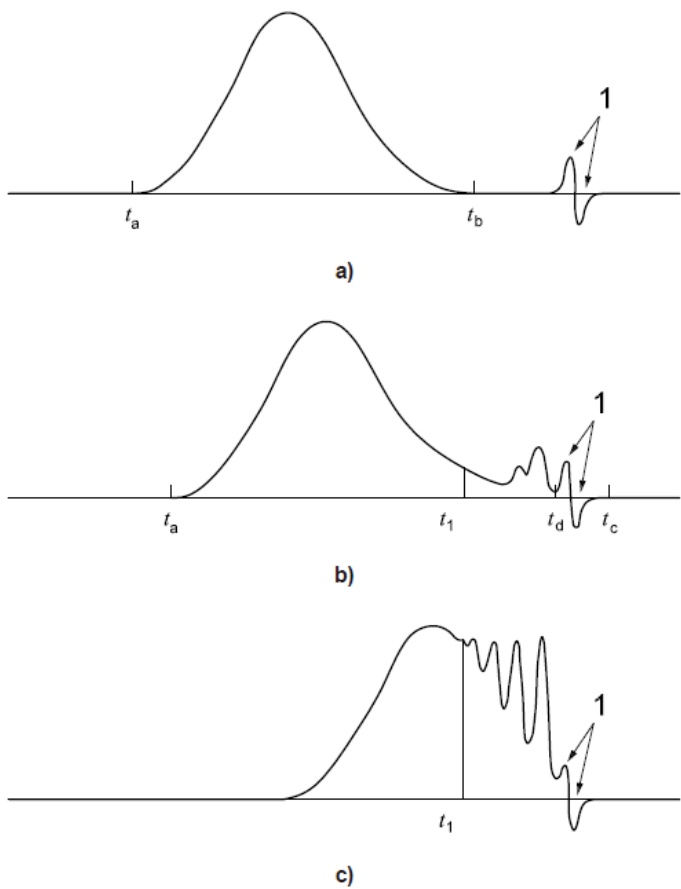
如果该样品不含不能分离的低分子量组分，如图4a)所示，则应用基线上的点 t_a 和点 t_b 之间的范围进行计算。

如果样品含有不能完全分离的低分子量组分，而且这些低分子量组分的含量小于总聚合物峰面积的30%，如图4b)所示，则应用以下两种方法之一进行计算：

- 计算从点 t_a 到点 t_1 （低分子量组分洗脱时间）的曲线面积。
- 计算从点 t_a 到覆盖整个聚合物（包括低聚物和单体，但是不包括添加剂）点 t_d 的曲线面积。点 t_d 由洗脱剂的色谱峰确定。

不宜使用本文件描述的方法检测样品中不能被完全分离低分子量组分的含量大于总聚合物峰面积的30%的样品，如图4c)所示。

注：检测器在低分子量区域的响应可能发生改变，若低分子量物质的比例较大时会导致计算结果不可靠。



标引序号说明：

1	系统峰	t_d	d分子量样品的洗脱时间
t_a	a分子量样品的洗脱时间	t_i	不被分离低分子量组分的洗脱时间
t_b	b分子量样品的洗脱时间	X	时间
t_c	c分子量样品的洗脱时间	Y	信号强度

注1：系统峰是SEC使用折光指数（RI）检测器的信号特点。
注2：系统峰信号值出现在色谱柱的总穿透极限处。这些峰不是样品的一部分，而是整个系统的一部分。

图4 典型的 SEC 曲线

9 结果表示

9.1 校正曲线

对GB/T 36214第2至4部分描述的SEC方法，校正曲线是由洗脱时间对 $\lg M_p$ 作图得到，如图5所示。
 M_p 的值是按照以下方法中的一种得到：

- a) 从标样物质的数据表中得到；
- b) 使用式(1)，根据标样物质的数据表给出的 M_w 和 M_n 值计算得到；
- c) 使用式(1)，根据标样物质的数据表给出的 M_w 值或 M_n 值和 M_w/M_n 的值计算得到。

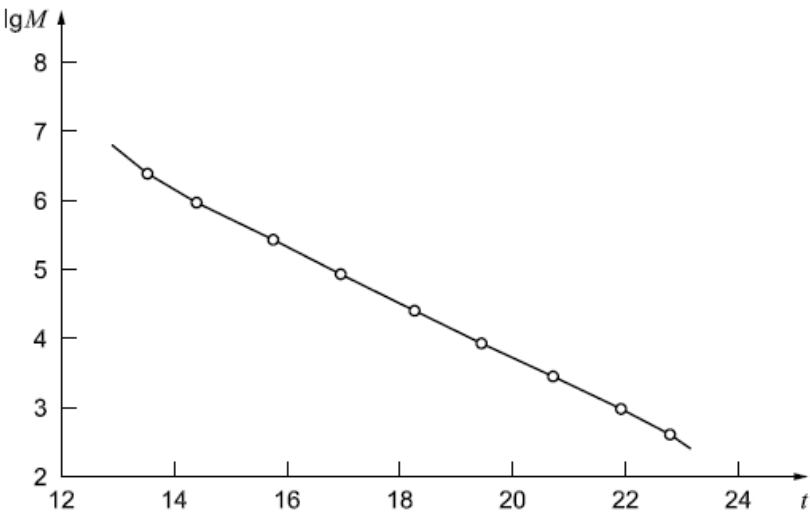
该校正曲线通常由含有洗脱时间 t 的三次幂的多项式表示。更高次幂项的增加可改善曲线与数据的拟合度：

$$\lg M = A_0 + A_1 t \tag{6}$$

$$\lg M = A_0 + A_1 t + A_2 t^2 + A_3 t^3 \tag{7}$$

式中：
 M ——分子量；
 A_0, A_1, A_2, A_3 ——系数；
 t ——洗脱时间。

其它方法或方法间的联用可改善拟合度。
普适校正曲线的构建见GB/T 36214.2-XXX。SEC-LS校正曲线的构建见GB/T 36214.5-XXXX。



标引序号说明：
 t 洗脱时间 (min)
 $\lg M$ 分子量以10为底的对数

图5 校正曲线

9.2 平均分子量的计算

使用校正曲线(见9.1)和已确定基线和计算范围(见8.3.1和8.3.2)的聚合物样品的SEC谱图，按下述方法计算每处洗脱时间上的分子量 M_i 和信号强度 H_i ：

- a) 通过在式(6)或式(7)中代入 t_i 计算第 i 洗脱时间 t_i 处的分子量；
- b) 通过从洗脱时间 t_i 处的总检测器信号强度减去基线信号强度，计算第 i 洗脱时间 t_i 处的信号强度 H_i 。

将 M_i 和 H_i 值代入(8)到(12)计算平均分子量和多分散性，其中 n 指第 n 组分的数据：

$$M_n = \frac{\sum_{i=1}^n H_i}{\sum_{i=1}^n (H_i / M_i)} \tag{8}$$

$$M_w = \frac{\sum_{i=1}^n (H_i \times M_i)}{\sum_{i=1}^n (H_i)} \quad (9)$$

$$M_z = \frac{\sum_{i=1}^n (H_i \times M_i^2)}{\sum_{i=1}^n (H_i \times M_i)} \quad (10)$$

$$M_v = \left[\frac{\sum_{i=1}^n (H_i \times M_i^a)}{\sum_{i=1}^{\infty} (H_i)} \right]^{1/a} \quad (11)$$

$$\text{多分散性} = M_w/M_n \quad (12)$$

9.3 分子量微分分布曲线

分子量微分分布曲线是由 $dW_i/d(\lg M_i)$ 对 $\lg M_i$ 作图得到的，如图6所示。 W_i 是由以下公式计算得到：

$$\Delta W_i = \frac{H_i}{\sum_{i=1}^n H_i} \quad (13)$$

$$W_i = \Delta W_i \times \frac{1}{I} \quad (14)$$

$$\frac{dW_i}{d(\lg M_i)} = -W_i \times \frac{dt_i}{d(\lg M_i)} \quad (15)$$

式中 I 是数据采集的时间间隔。

如果样品含有分子量小于1 000的组分，并且这些低分子量组分含量小于样品的30%，那么在分子量 $M_{1\,000}$ 的对应点处画一垂线。

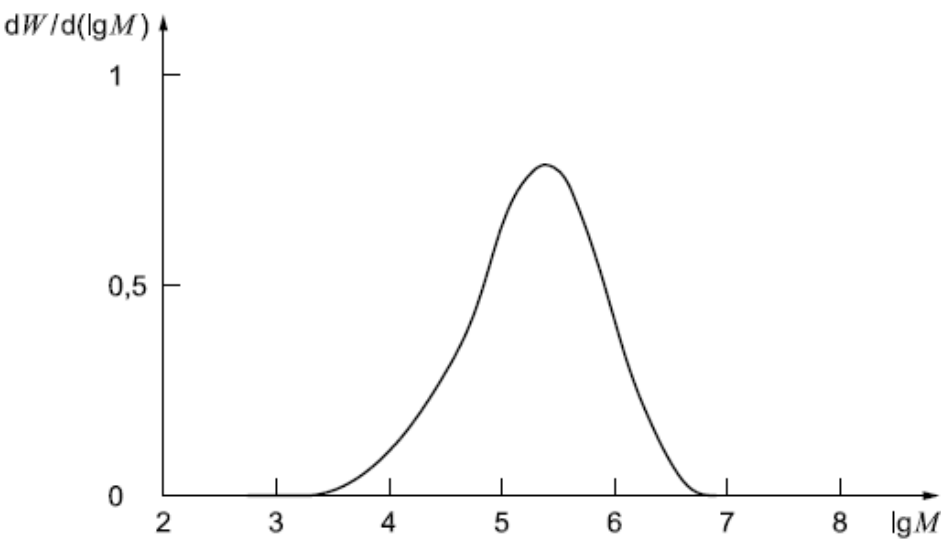
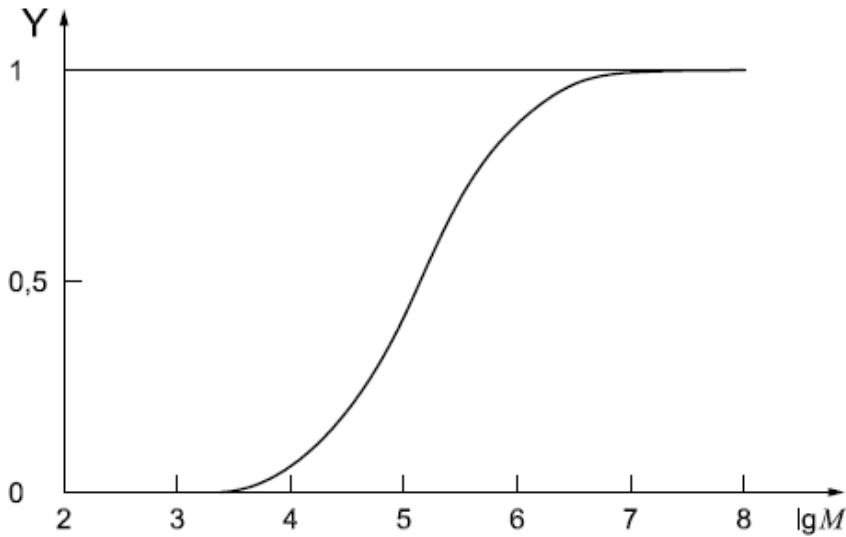


图6 分子量微分分布曲线

9.4 分子量积分分布曲线

分子量积分分布曲线是由质量分数 C_i 对 $\lg M_i$ 作图得到的，如图7所示。 C_i 由式（16）计算得到：

$$C_i = \sum_{j=1}^i (\Delta W_{j-1} + \Delta W_j) / 2 \tag{16}$$



说明：
Y 质量分数 C_i

图7 分子量积分分布曲线

10 精密度

精密度见GB/T 36214的其它部分。

11 试验报告

11.1 总则

试验报告应包括以下信息：

- a) 注明引用本文件及其他相关部分或其他引用文件；
- b) 被分析聚合物所必需的信息；
- c) 测试和校正的日期。

11.2 仪器和测量参数

GB/T 36214第2至4部分描述的SEC方法，包括如下信息：

- a) SEC 仪器的类型、型号和制造商；
 - b) 色谱柱填充材料的类型、颗粒尺寸和制造商名称；
 - c) 柱温；
 - d) 所使用色谱柱的理论塔板数、分辨因子和不对称因子，及测定这些值所使用的低分子量标样和窄分子量分布标样；
 - e) 洗脱剂、添加剂的信息，以及所使用的流速；
 - f) 检测器的类型、型号和制造商；
 - g) 聚合物样品溶液的浓度；
 - h) 数据处理系统的类型、型号和制造商；
 - i) 所使用软件的版本号；
- SEC-LS 见 GB/T 36214-5。

11.3 系统校正

对GB/T 36214第2至4部分描述的SEC方法，报告系统是否使用校正；
SEC-LS见GB/T 36214.5。

11.4 校正曲线

对GB/T 36214第2至4部分描述的SEC方法，应包括如下信息：

- a) 标样的名称；
- b) 标样的制造商；
- c) 标样的特征值，包括制造商提供的分子量如 M_n 、 M_w 、 M_z 和多分散性；
- d) 进样体积和浓度；
- e) 洗脱时间或洗脱质量/体积；
- f) 校正曲线拟合方法的信息，包括方程式等；
- g) 校正曲线版本。

SEC-LS 见 GB/T 36214.5。

11.5 结果

包括如下：

- a) 色谱图上的特征点(t_a 、 t_b 、 t_c 、 t_d 、 t_{1000} ，如适用)；
- b) 计算得到的平均分子量 M_n 、 M_w 、 M_z 、 M_v (如适用) 和多分散性 M_w/M_n ，指明计算所使用的范围(见 8.3.2)；

- c) 以列表或作图形式表示的 SEC 曲线、分子量微分分布和分子量积分分布曲线。

附 录 A
(规范性)
数据评价

应检查SEC色谱图以评估洗脱时间、洗脱体积或质量的误差是否在校正的洗脱时间、洗脱体积/质量的 $\pm 0.3\%$ 以内。如果误差大于 $\pm 0.3\%$ ，则重复试验。宜选用以下3种方法之一进行监测和纠正任何流速的误差。

a) 内标法

例如，将硫加入到样品的四氢呋喃溶液中，然后将制得的溶液注入色谱柱。硫在系统峰或鬼峰之后被洗脱出来。另一个例子是*N*，*N*-二甲基甲酰胺溶液中的乙苯在聚苯乙烯凝胶柱中洗脱。

b) 延时注射法

在样品进样后的一定时间内，将溶解在四氢呋喃中低分子量化合物(例如乙苯)注入色谱柱，使其恰好在系统峰或鬼峰之后从色谱柱中洗脱。

c) 直接测量法

直接使用带刻度的量筒或天平测量洗脱液的体积或质量。

附 录 B
(资料性)
窄分子量分布标样

市售的具有窄分子量分布的聚合物标样的例子见表B.1。

表B.1 市售的窄分子量分布标样

聚合物	分子量范围
聚苯乙烯	$5.0\times10^2\sim2.0\times10^7$
聚(1-甲基苯乙烯)	$1.0\times10^3\sim1.0\times10^6$
聚甲基丙烯酸甲酯	$2.0\times10^3\sim1.5\times10^6$
聚乙二醇	$2.0\times10^2\sim2.2\times10^4$
聚环氧乙烷	$2.0\times10^3\sim1.0\times10^6$
聚异戊二烯	$1.0\times10^3\sim3.0\times10^6$
聚四氢呋喃	$1.0\times10^3\sim5.0\times10^5$
聚丁二烯	$1.0\times10^3\sim1.0\times10^6$
聚乙烯	$1.0\times10^3\sim1.2\times10^6$
聚丙烯	$4.8\times10^4\sim3.5\times10^5$