

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

THAI INDUSTRIAL STANDARD

มอก. 2250 เล่ม 3- 2548

ISO 16014-3: 2003

พลาสติก – การทดสอบหาค่าเฉลี่ยของมวลโมเลกุล และการกระจายมวลโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยใช้ โครมาโทกราฟิคัดขนาดโมเลกุล

เล่ม 3 : วิธีอุณหภูมิต่ำ

PLASTICS – DETERMINATION OF AVERAGE MOLECULAR MASS AND MOLECULAR MASS DISTRIBUTION OF POLYMERS USING SIZE– EXCLUSION CHROMATOGRAPHY–

PART 3: LOW - TEMPERATURE METHOD

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พลาสติก – การทดสอบหาค่าเฉลี่ยของมวลโมเลกุล และการกระจายมวลโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยใช้โครมาโทกราฟิคัดขนาดโมเลกุล

เล่ม 3 : วิธีอุณหภูมิต่ำ

มอก. 2250 เล่ม 3 – 2548

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม ถนนพระรามที่ 6 กรุงเทพ 10400 โทรศัพท์ 0 2202 3300 วิธีทดสอบอุณหภูมิต่ำ เป็นเล่มหนึ่งในชุดมาตรฐานพลาสติก-การทดสอบหาค่าเฉลี่ยของมวลโมเลกุลและการ กระจายมวลโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยใช้โครมาโทกราฟิคัดขนาดโมเลกุล จึงกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พลาสติก – การทดสอบหาค่าเฉลี่ยของมวลโมเลกุล และการกระจายมวลโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยใช้โครมาโทกราฟิ คัดขนาดโมเลกุล เล่ม 3: วิธีทดสอบอุณหภูมิต่ำ ขึ้น

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้กำหนดขึ้นโดยรับ ISO 16014-3: 2003 Plastics-Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography-part 3: Low temperature method มาใช้ในระดับเหมือนกันทุกประการ (identical) โดยใช้ ISO ฉบับภาษาอังกฤษเป็นหลัก มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้กำหนดขึ้นเพื่อให้ทันกับความต้องการของผู้ใช้ และจักได้แปลเป็นภาษาไทยในโอกาส อันสมควร หากมีข้อสงสัยโปรดติดต่อสอบถามที่สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

คณะกรรมการมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมได้พิจารณามาตรฐานนี้แล้ว เห็นสมควรเสนอรัฐมนตรีประกาศตาม มาตรา 15 แห่งพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พ.ศ. 2511



ประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 3421 (พ.ศ. 2548)

ออกตามความในพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

พ.ศ. 2511

เรื่อง กำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
พลาสติก–การทดสอบหาค่าเฉลี่ยของมวลโมเลกุล
และการกระจายมวลโมเลกุลของพอลิเมอร์
โดยใช้โครมาโทกราฟีคัดขนาดโมเลกุล
เล่ม 3 : วิธีอุณหภูมิต่ำ

อาศัยอำนาจตามความในมาตรา 15 แห่งพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พ.ศ. 2511 รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรมออกประกาศกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พลาสติก–การทดสอบ หาค่าเฉลี่ยของมวลโมเลกุลและการกระจายมวลโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยใช้โครมาโทกราฟิคัดขนาดโมเลกุล เล่ม 3: วิธีอุณหภูมิต่ำ มาตรฐานเลขที่ มอก. 2250 เล่ม 3-2548 ไว้ ดังมีรายการละเอียดต่อท้ายประกาศนี้

ประกาศ ณ วันที่ 31 สิงหาคม พ.ศ. 2548

นายสุริยะ จึงรุ่งเรื่องกิจ
รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรม

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พลาสติก – การทดสอบหาค่าเฉลี่ยของมวลโมเลกุล และการกระจายมวลโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยใช้โครมาโทกราฟิคัดขนาดโมเลกุล

เล่ม 3 : วิธีอุณหภูมิต่ำ

บทนำ

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้กำหนดขึ้นโดยรับ ISO 16014-3: 2003 Plastics-Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography- part 3: Low temperature method มาใช้ในระดับเหมือนกันทุกประการ (identical) โดยใช้ ISO ฉบับภาษาอังกฤษเป็นหลัก

ขอบข่าย

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้กำหนดวิธีทดสอบหาค่าเฉลี่ยของมวลโมเลกุลและการกระจายมวลโมเลกุลของ พอลิเมอร์ โดยใช้ตัวชะอินทรีย์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 60 องศาเซลเซียส ค่าเฉลี่ยมวลโมเลกุลและการกระจายมวลโมเลกุล คำนวณได้จากการสร้างโค้งสอบเทียบซึ่งสร้างจากพอลิเมอร์มาตรฐาน วิธีตามมาตรฐานนี้จัดเป็นวิธีสัมพัทธ์ (ดูใน ISO 16014-1: 2003, Annex A)

เอกสารอ้างอิง

ISO 16014-1, Clause 4

าเทนิยาม

ความหมายของคำที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ให้เป็นไปตามที่ระบุไว้ใน ISO 16014-1 : 2003 ข้อ 3

หลักการ

หลักการในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ให้เป็นไปตามที่ระบุไว้ในข้อ ISO 16014-1 : 2003 ข้อ 4

สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ให้เป็นไปตามที่ระบุไว้ในข้อ ISO 16014-1 : 2003 ข้อ 5

เครื่องมือ

เครื่องมือที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ให้เป็นไปตามที่ระบุไว้ใน ISO 16014-1 : 2003 ข้อ 6

การทดสอบ

การทดสอบที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ให้เป็นไปตามที่ระบุไว้ใน ISO 16014-1 : 2003 ข้อ 7

การหาข้อมูล

การหาข้อมูลในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ให้เป็นไปตามที่ระบุไว้ในข้อ ISO 16014-1 : 2003 ข้อ 8

การแสดงผลลัพธ์

การแสดงผลลัพธ์ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ให้เป็นไปตามที่ระบุไว้ใน ISO 16014-1 : 2003 ข้อ 9

ความเที่ยง

ความเที่ยงในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ให้เป็นไปตามที่ระบุไว้ในข้อ ISO 16014-1: 2003 ข้อ 10

การรายงานผลทดสอบ

การรายงานผลทดสอบในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ให้เป็นไปตามที่ระบุไว้ใน ISO 16014-1 : 2003 ข้อ 11

Plastics — Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography —

Part 3:

Low-temperature method

1 Scope

This part of ISO 16014 specifies a method for determining the average molecular mass and the molecular mass distribution of polymers by size-exclusion chromatography (SEC) using an organic eluent at a temperature lower than 60 °C. The average molecular mass and the molecular mass distribution are calculated from a calibration curve constructed using polymer standards. Therefore, this test method is classified as a relative method (see ISO 16014-1:2003, Annex A).

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 472, Plastics — Vocabulary

ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions

ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

ISO 16014-1:2003, Plastics — Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography — Part 1: General principles

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in ISO 472 and in ISO 16014-1 apply.

4 Principle

See ISO 16014-1:2003, Clause 4.

มอก. 2250 เล่ม 3 – 2548 ISO 16014 – 3 : 2003

5 Reagents

5.1 Eluent

For a general discussion of eluents, see ISO 16014-1:2003, Subclause 5.1.

For examples of eluents used for SEC measurements at temperatures below 60 °C, see Annex B.

NOTE Water is often used for SEC measurements on water-soluble polymers at temperatures below 60 °C, but it is not suitable for use in this method.

5.2 Reagent for column evaluation

See ISO 16014-1:2003, Subclause 5.2.

There are several low molecular mass compounds that can be used, for example ethylbenzene when tetrahydrofuran is used as eluent or diethylene glycol when *N*,*N*-dimethylformamide is used as eluent.

5.3 Molecular mass standards

See ISO 16014-1:2003, Subclause 5.3.

Some examples of commercially available molecular mass standards are given in Annex B.

5.4 Reagent for flow rate marker (internal standard)

See ISO 16014-1:2003, Subclause 5.4.

It is often very difficult to find a low molecular mass compound suitable for use as a flow rate marker because it should not co-elute with the polymer peak, the system peak or the solvent peak.

Examples of compounds suitable for use as a flow rate marker are sulfur when tetrahydrofuran is used as eluent and ethylbenzene when N,N-dimethylformamide is used as eluent.

5.5 Additives

LiBr or LiCl, for example, are used as additives in N,N-dimethylformamide to avoid aggregation of polyacrylonitrile, and sodium trifluoroacetate is added to hexafluoroisopropanol for SEC measurements on polyamide.

6 Apparatus

6.1 General

A schematic diagram of an SEC system is shown in ISO 16014-1:2003, Figure 1.

Either commercially available or assembled SEC systems can be used, provided they meet the component requirements specified and have the capability to maintain a constant column temperature below 60 °C.

6.2 Eluent reservoir

See ISO 16014-1:2003, Subclause 6.2.

It is not necessary to keep the reservoir at the same temperature as the columns.

6.3 Pumping system

See ISO 16014-1:2003, Subclause 6.3.

In order to maintain the flow rate accurate to within \pm 0,3 %, the pumping system shall be kept at a controlled temperature. It is, however, not necessary to keep the pumping system at the same temperature as the columns.

6.4 Injector

See ISO 16014-1:2003, Subclause 6.4.

In order to maintain an accurately known flow rate, the injector temperature-control equipment shall be capable of keeping the injector at within \pm 1 °C of the temperature set. It is not necessary to keep the injector at the same temperature as the columns.

6.5 Columns

See ISO 16014-1:2003, Subclause 6.5.

Organic or inorganic packing materials can be used, and there are no limitations on particle size or shape.

The set of columns used shall have a total theoretical plate number greater than 15 000 and the resolution factor R shall be greater than 1,5 close to the polymer peak. The asymmetry factor shall be within the range 1,00 \pm 0,15. The set of columns used shall cover the whole range of molecular masses being determined and the calibration curve shall be as linear as possible (the correlation factor shall be very close to 1). Determination of the theoretical plate number, the resolution factor and the asymmetry factor of the columns shall be carried out as described in ISO 16014-1:2003, Subclause 6.5.

The column temperature-control equipment shall be capable of keeping the columns within $\pm\,0.5\,^{\circ}\text{C}$ of the temperature set to ensure adequate reproducibility of the results.

6.6 Detector

See ISO 16014-1:2003, Subclause 6.6.

The detector temperature-control equipment shall be capable of keeping the detector within \pm 1 °C of the temperature set, in order to meet the requirements for flow rate and baseline stability (sensitivity). It is recommended that the columns and detector be kept at the same temperature.

6.7 Tubing

See ISO 16014-1:2003, Subclause 6.7.

The temperature of the tubing shall be kept constant to ensure that the column performance requirements are met, but is not necessary to keep the tubing at the same temperature as the column.

6.8 Temperature control

One of the important factors in SEC is that all components need to be kept at a constant temperature. Therefore, an accurate temperature-control system is essential to meet the performance requirements for SEC.

6.9 Recorder and plotter

See ISO 16014-1:2003, Subclause 6.9.

มอก. 2250 เล่ม 3 – 2548 ISO 16014 – 3 : 2003

6.10 Data-processing system

See ISO 16014-1:2003, Subclause 6.10.

6.11 Other components

In addition to the components described above, a column guard filter, pressure monitor, pulse damper or related components may be used, if necessary.

7 Procedure

7.1 Preparation of solutions of molecular mass standards

The molecular mass standards used to construct the calibration curve shall be selected so as to cover the range of molecular masses of the polymer being analysed and so that there are at least two standards in each molecular mass decade. Solutions may be prepared which contain more than one narrow molecular mass distribution standard, but only when the standards are perfectly separated from each other on the chromatogram. Solutions of standards of molecular mass greater than 1 000 000 shall be prepared separately.

If molecular mass standards having the same chemical structure as the polymer being analysed are not available, the calibration curve may be constructed using standards consisting of a different type of polymer.

If gentle shaking and/or stirring or heating is required to accelerate dissolution, the time shall be as short as possible to avoid any rupture of the polymer chains.

Filtration of the solutions is recommended to protect the column from clogging. In such cases, membrane filters or sintered-metal filters with a pore size between $0.2~\mu m$ and $1~\mu m$ shall be used. If solid material is observed on the filter, indicating incomplete dissolution, repeat the dissolution process. If a membrane filter is used, the membrane and backing shall be inert to the solvent being used.

In general, use solutions within 48 h of preparation. However, longer storage times are allowed if the solution is kept in a cool, dark place to prevent polymer degradation and solvent evaporation.

Recommended concentrations for solutions of molecular mass standards are as follows:

$$M_{\rm p} < 5 \times 10^4$$
 0,4 mg/cm³ $5 \times 10^4 \leqslant M_{\rm p} < 10^6$ 0,2 mg/cm³ $10^6 \leqslant M_{\rm p}$ 0,1 mg/cm³

If a viscometric detector is used, higher molecular mass standard concentrations are required in the lower molecular mass region. Sample elution times shall be measured at lower concentrations, however.

7.2 Preparation of sample solutions

Prepare sample solutions by weighing accurately 10 mg to 250 mg of sample into a 10 cm³ to 50 cm³ flask. Add eluent and, if necessary, an internal standard and dissolve, in the same way as for the molecular mass standard solutions, within 30 min. In general, samples with molecular masses greater than 10⁵ have a slow rate of dissolution, however, and it may be necessary to continue beyond 30 min to ensure complete dissolution. Fltration of solutions is recommended to avoid clogging of the column.

Sample solution concentrations shall not exceed the following limits:

$$M_{\rm w} < 1 \times 10^5$$
 5,0 mg/cm³

$$1 \times 10^5 \leqslant M_{\rm w} < 10^6$$
 2,0 mg/cm³

$$10^6 \leqslant M_{\rm w}$$
 0,5 mg/cm³

7.3 Preparation of solutions for column performance evaluation

Prepare a 10 mg/cm³ solution of a suitable low molecular mass compound to determine the theoretical plate number, asymmetry factor and resolution factor of the set of columns.

7.4 Setting up the apparatus

Place the amount of eluent required for the SEC measurements in the reservoir and degas. Flush all the SEC components, except for the columns, with fresh eluent. Connect the set of columns into the system. Inspect all connections for leakage under the test conditions.

Keep the system at the test conditions (e.g. flow rate, detection sensitivity and temperature) until a flat baseline is obtained, with no drift or noise.

7.5 Operating parameters

7.5.1 Flow rate

A flow rate of approximately 1 cm³/min is recommended for a series of two or three high-performance columns of around 30 cm in length and 8 mm in diameter. For high molecular mass and/or shear-sensitive polymers, the flow rate shall be reduced so that no chain rupture will occur during elution of the polymer.

7.5.2 Injection masses and injection volumes

The mass of polymer sample and volume of sample solution injected depend on the column dimensions and the detector sensitivity. The optimum sample injection mass has been found experimentally to be about 0,01 mg per cubic centimetre of empty column (without packing). The maximum mass injected shall be less than 0,1 mg per cubic centimetre of empty column.

The optimum sample solution injection volume has been found experimentally to be about 0,005 cm³ per cubic centimetre of empty column. The maximum injection volume shall be less than 0,01 cm³ per cubic centimetre of empty column.

The injection volumes of the solutions of molecular mass standards shall be the same as for the sample solution.

The injection volume of the solution of low molecular mass compound shall be less than 0,005 cm³ per cubic centimetre of empty column.

7.5.3 Column temperature

The column temperature shall be selected based on the solubility of the sample, the viscosity and boiling point of the eluent, and the ambient temperature.

มอก. 2250 เล่ม 3 – 2548 ISO 16014 – 3 : 2003

7.5.4 Detector sensitivity

The signal intensity depends on the amount of sample injected and on the specific refractive index increment dn/dc for an RI detector and the absorbance per unit mass concentration for a UV detector. The detector sensitivity shall be set to obtain a strong peak signal for the sample to ensure accurate data handling.

The linear relationship between solute concentration and peak height shall be maintained by keeping the sensitivity at the same setting. Recommended sensitivities are around 1×10^{-5} to 9×10^{-4} RI units at full scale for a refractive index detector and around 0,1 to 0,9 absorbance units at full scale for a UV detector.

7.6 Number of determinations

Carry out at least two sample runs to ensure the repeatability of the positions and shapes of the peaks in the chromatogram.

8 Data acquisition and processing

See ISO 16014-1:2003, Clause 8.

9 Expression of results

See ISO 16014-1:2003, Clause 9.

10 Precision

10.1 General

The precision of this method has been determined in several round-robin tests carried out between 1995 and 1997 in accordance with ISO 5725-1 and ISO 5725-2.

10.2 Experimental conditions

The test samples, which included three types of polystyrene, one type of poly(methyl methacrylate) and one type of polyacrylonitrile, and the calibration standards of narrow molecular mass distribution were distributed to the participating laboratories by the organizer. The details of the round-robins were as follows:

1st round-robin (1995)

Polymer samples (three samples) Polystyrene PS-1

Polystyrene PS-2

Polystyrene PS-3

Calibration 14 polystyrene standards

Column packing material Polystyrene gel Eluent Tetrahydrofuran

Column temperature 40 °C Number of laboratories 13

2nd round-robin (1996)

Polymer sample Poly(methyl methacrylate) (PMMA)

Calibration 14 polystyrene standards

Column packing material Polystyrene gel Eluent Tetrahydrofuran

Column temperature 40 °C Number of laboratories 14

3rd round-robin (1997-1998)

Polymer sample Polyacrylonitrile (PAN)

Calibration a) 14 polystyrene standards

b) 14 poly(ethylene glycol) and poly(ethylene oxide) standards

Column packing materials a) Polystyrene gel

b) Poly(vinyl alcohol) gel

Eluent *N,N*-dimethylformamide (additive: 20 mM of LiBr)

Column temperature 40 °C

Number of laboratories a) 8 for polystyrene gel column

b) 10 for poly(vinyl alcohol) gel column

10.3 Results of round-robin tests

The results, expressed as repeatability and reproducibility, are summarized in Table 1.

NOTE Both the repeatability and the reproducibility of this method are sufficient for it to be the standard method except when measurements are carried out using non-ideal SEC conditions as shown in the 3rd round-robin using polystyrene gel columns and N,N-dimethylformamide, with 20 mM of LiBr as additive, as eluent. In this round-robin, large deviations in s_R were caused by interactions between the polystyrene gel column and the polymer sample and/or the standards used for calibration. Therefore this test method cannot be used for polymers that exibit appreciable secondary effects, such as adsorption of the polymer molecules on the column packing material or repulsion between the polymer molecules and the packing material.

11 Test report

See ISO 16014-1:2003, Clause 11.

Table 1 — Results of round-robin tests

Polymer	Average values of $$M_{\rm n}$$ and ${M_{\rm w}}^{\rm a}$	Repeatability, $s_r^{\ \ a}$	Reproducibility, $s_R^{\;\;a}$ %	Round- robin
PS-1	M _n = 13 700	3,1	8,0	1st
	$M_{\rm W}$ = 37 300	1,3	8,1	
PS-2	M _n = 70 400	3,1	5,6	1st
	$M_{\rm W}$ = 226 000	2,1	6,1	
PS-3	M _n = 38 000	2,8	6,9	1st
	$M_{\rm W}$ = 157 000	2,4	4,9	
PMMA ^b	M _n = 163 000	2,1	9,0	2nd
	M _w = 617 000	1,7	7,8	
PMMA ^c	M _n = 215 000	2,4	5,7	2nd
	$M_{\rm W}$ = 834 000	1,4	8,4	
PAN ^d	M _n = 202 000	2,3	28,2	3rd
	$M_{\rm W}$ = 467 000	0,7	19,8	
PAN ^e	M _n = 79 200	3,2	18,7	3rd
	$M_{\rm W}$ = 208 000	1,1	8,2	
PAN ^f	M _n = 126 000	2,3	5,8	3rd
	M _w = 418 000	0,4	5,1	
PAN ^g	M _n = 77 800	1,9	6,4	3rd
	M _w = 468 000	0,7	6,6	

^a Outliers were eliminated by Grubbs' and Cochran's methods.

b Calibration: polystyrene standards.

^c Calibration: poly(methyl methacrylate) standards.

d Column: polystyrene gel; calibration: polystyrene standards.

^e Column: polystyrene gel; calibration: poly(ethylene glycol) and poly(ethylene oxide) standards.

f Column: poly(vinyl alcohol) gel; calibration: polystyrene standards.

^g Column: poly(vinyl alcohol) gel; calibration: poly(ethylene glycol) and poly(ethylene oxide) standards.

Annex A (informative)

Further information on applicability of method

The method described in this part of ISO 16014 concerns SEC measurements at temperatures lower than 60 °C and assumes the sample is a linear homopolymer. However, because it is a relative method, it is also applicable to non-linear homopolymers, such as branched, star-shaped, comb-like, stereo-regular and stereo-irregular polymers, and to other types of polymer, such as random, block, graft and heterophasic copolymers. The method is applicable to molecular masses ranging from that of the monomer to 3 000 000, but is not applicable to samples that contain more than 30 % of components having a molecular mass lower than 1 000.

The method cannot be used with water as eluent, i.e. for water-soluble polymers, or at column temperatures higher than 60 °C (e.g. for polyethylene) or with polymers that exhibit appreciable secondary effects such as adsorption of the polymer molecules on the column packing material or repulsion between the polymer molecules and the packing material.

Annex B (informative)

Further information on reagents

B.1 Examples of suitable eluents

The following are examples of combinations of eluents and polymers for SEC measurements at temperatures lower than 60 °C:

- a) tetrahydrofuran for polystyrene, poly(methyl methacrylate), polycarbonate, poly(vinyl acetate), etc.;
- b) chloroform for aliphatic polyesters, etc.;
- c) toluene for poly(dimethylsiloxane), etc.;
- d) *N,N*-dimethylformamide for polyacrylonytrile, polyurethanes, etc.;
- e) 1,1,1,3,3,3-hexafluoroisopropanol for polyamides, polyesters, etc.

B.2 Examples of column evaluation reagents

Examples of organic reagents recommended for the evaluation of polystyrene gel columns are given in Table B.1. Reagents having ionic groups, e.g. carboxyl or amino groups, cannot be used because of their potential to interact with the column packing material.

Table B.1 — Examples of column evaluation reagents

Eluent	Reagent	
Tetrahydrofuran	Ethylbenzene	
Chloroform	Ethylbenzene	
Toluene	Ethylbenzene	
N,N-Dimethylformamide	Ethylene glycol	
1,1,1,3,3,3-Hexafluoroisopropanol	Ethyl acetate	

B.3 Narrow molecular mass distribution standards

Examples of commercially available polymer standards with a narrow molecular mass distribution are given in Table B.2. Polymers soluble only in water, such as pullulan, poly(sodium styrene sulfonate), poly(sodium acrylate), and polymers soluble only at high temperatures, such as polyethylene, are excluded.

Table B.2 — Commercially available narrow molecular mass distribution standards

Polymer	Molecular mass range
Polystyrene	$5.0 \times 10^2 \text{ to } 2.0 \times 10^7$
Poly(1-methylstyrene)	$1.0 \times 10^{3} \text{ to } 1.0 \times 10^{6}$
Poly(methyl methacrylate)	2.0×10^3 to 1.5×10^6
Poly(ethylene glycol)	$2.0 \times 10^2 \text{ to } 2.2 \times 10^4$
Poly(ethylene oxide)	2.0×10^3 to 1.0×10^6
Polyisoprene	$1.0 \times 10^{3} \text{ to } 3.0 \times 10^{6}$
Poly(tetrahydrofuran)	$1.0 \times 10^{3} \text{ to } 5.0 \times 10^{5}$
Polybutadiene	$1.0 \times 10^{3} \text{ to } 1.0 \times 10^{6}$