



中华人民共和国国家标准

GB/T 36214.4—2018/ISO 16014-4:2012

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

Plastics—Determination of average molecular mass and molecular mass
distribution of polymers using size-exclusion chromatography—
Part 4: High-temperature method

(ISO 16014-4:2012, IDT)

2018-05-14 发布

2018-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

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》分为 5 个部分：

- 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。

本部分为 GB/T 36214 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 16014-4:2012《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》。

本部分做了下列编辑性修改：

- 附录 C 补充了精密度试验的试验条件和试验结果。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会(SAC/TC 15)归口。

本部分起草单位：广州质量监督检测研究院、同轨科技成都有限公司、中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司树脂应用研究所、北京普立泰科仪器有限公司、中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、中蓝成都检测技术有限公司。

本部分主要起草人：潘永红、王万卷、李君、陈宏愿、张林、田莉娟、王莉、义建军、孙丽君、祖凤华、罗晓霞、徐菁、何国山、陈敏剑。

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

1 范围

GB/T 36214 的本部分规定了在 60 ℃~180 ℃下使用有机洗脱剂,通过体积排除色谱法(SEC)测定聚合物平均分子量和分子量分布的方法。依据聚合物标样构建的校正曲线计算得到平均分子量和分子量分布,因此该测试方法属于相对法(参见附录 A 及 GB/T 36214.1—2018 的附录 A)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅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)适用于本文件。

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(ISO 16014-1:2012, IDT)

ISO 472 塑料 术语及其定义(Plastics—Vocabulary)

ISO 16014-2 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(Plastics—Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography—Part 2: Universal calibration method)

3 术语和定义

ISO 472 和 GB/T 36214.1—2018 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

见 GB/T 36214.1—2018 中第4章。

5 试剂

5.1 洗脱剂

洗脱剂的通用要求见 GB/T 36214.1—2018 中 5.1。

高于 60 ℃时 SEC 设备使用的洗脱剂的例子参见附录 B。

5.2 评价色谱柱的试剂

见 GB/T 36214.1—2018 中 5.2。

可使用数种低分子量化合物,例如用 1,2-二氯苯作洗脱剂时可使用二苯基甲烷,或用 1,2,4-三氯苯作洗脱剂时可使用乙苯。

5.3 分子量标样

见 GB/T 36214.1—2018 中 5.3。

几种市售的分子量标样的例子参见附录 B。

5.4 流速标记试剂(内标)

见 GB/T 36214.1—2018 中 5.4。

当用 1,2-二氯苯或 1,2,4-三氯苯作洗脱剂时,适合作流速标记的化合物是 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚。

5.5 添加剂

酚类抗氧剂,如 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚,较宜添加进去以避免聚合物样品的降解。更多的抗氧剂例子参见附录 B。

6 仪器

6.1 总则

SEC 系统示意图见 GB/T 36214.1—2018 中图 1。

只要满足各部件规定的要求,而且在 60 ℃~180 ℃时能够维持恒定的柱温,市售或组装的 SEC 系统都可使用。然而在进样器前的各部件,如洗脱剂贮槽、泵系统管路,不必与色谱柱保持一致的温度。

6.2 洗脱剂贮槽

见 GB/T 36214.1—2018 中 6.2。

如 6.1 提及的,洗脱剂贮槽不必与色谱柱保持一致的温度。

6.3 泵系统

见 GB/T 36214.1—2018 中 6.3。

为了保证流速精度在±0.3%的范围内,泵系统应维持一恒定温度。然而如 6.1 提及的,不必与色谱柱保持一致的温度。

6.4 进样器

见 GB/T 36214.1—2018 中 6.4。

为保证聚合物溶液澄清、没有任何沉淀,进样器温度控制设备应能使进样器与色谱柱保持在同一温度(误差±1 ℃)。因为在这样的温度下不可能手动进样,所以应使用自动进样系统。

6.5 色谱柱

见 GB/T 36214.1—2018 中 6.5。

可使用有机或无机填料,对填料颗粒的尺寸和形状没有限制;除了分析高分子量和/或剪切敏感的聚合物时,填料颗粒的尺寸宜足够大,以避免聚合物洗脱过程中发生聚合物链的断裂。

色谱柱组的理论塔板数应大于 12 000/m,聚合物峰附近的分辨因子 R 应大于 1.5,不对称因子应在 1.00 ± 0.15 的范围内。色谱柱组宜覆盖整个测定的分子量范围,校正曲线应尽可能是一条直线(相关系数应非常接近于 1)。色谱柱的理论塔板数、分辨因子和不对称因子的测定应按 GB/T 36214.1—2018 中 6.5 进行。

在 60 °C~180 °C 时,色谱柱温度控制设备应能使色谱柱的温度控制在操作温度的 ± 0.5 °C 范围内。

6.6 检测器

见 GB/T 36214.1—2018 中 6.6。

为了满足流速和基线稳定性(灵敏度)的要求,检测器温度控制设备应能使检测器的温度保持在设定温度的 ± 0.5 °C 范围内。推荐色谱柱与检测器保持一致的温度。

6.7 管路

见 GB/T 36214.1—2018 中 6.7。

管路的温度应保持恒定并且足够高,以确保满足色谱柱的性能要求。但管路不必与色谱柱保持一致的温度。

6.8 温度控制单元

所有部件需保持恒定温度是 SEC 的重要要求之一,对 GB/T 36214 的本部分描述的方法,某些部件还需保持高温状态。因此,为满足 SEC 的性能要求,一个精确的温度控制系统是必不可少的。

6.9 记录和绘图

见 GB/T 36214.1—2018 中 6.9。

6.10 数据处理系统

见 GB/T 36214.1—2018 中 6.10。

6.11 其他部件

除了上述部件外,需要时还可能使用柱保护过滤器、压力监测器、脉冲阻尼减震器或其他相关部件。

7 步骤

7.1 分子量标样溶液的制备

用于构建校正曲线的分子量标样宜覆盖被测聚合物的分子量范围,每个数量级的分子量至少选两个标样。只有标样在色谱上能彼此完全分离的情况下,才可将多个窄分子量分布的标样混在一起制成溶液。分子量大于 1 000 000 的标样溶液应单独制备。

如果没有与被测聚合物化学结构相同的分子量标样,可使用不同结构类型的聚合物标样构建校正曲线,普适校正曲线就是用这种不同类型的聚合物构建的(见 ISO 16014-2)。

如果只准许温和地摇晃和/或搅拌或加热以加速溶解,该过程应尽可能短,以避免聚合物链的断裂。

推荐过滤溶液来保护色谱柱以免堵塞。在这种情况下,应使用孔径在 0.2 μm 和 1 μm 之间的滤膜或烧结金属过滤器。如果在过滤器上发现固体物质,表明溶解不完全,应重复溶解过程。如果使用滤膜,膜及支撑物对所用的溶剂应是惰性的。

一般在 48 h 之内使用这些溶液。然而,如果将溶液存放在阴凉、黑暗的地方来防止聚合物的降解和溶剂的挥发,则允许保存较长的时间。

分子量标样溶液的浓度推荐如下:

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

$$10^6 \leq M_p \quad 0.1 \text{ mg/cm}^3$$

如果使用黏度检测器,在低分子量范围内应该用较高的分子量标样浓度。然而,样品洗脱时间宜在较低浓度下测量。

7.2 样品溶液的制备

准确称取 10 mg~250 mg 的样品并加入 10 cm³~50 cm³ 的瓶中,加入洗脱剂,如有必要,加入内标,用与分子量标样溶液制备同样的溶解方法溶解 30 min。一般分子量大于 10⁵ 的样品溶解速度较慢,因此可能需要比 30 min 更长的时间,以保证完全溶解。推荐过滤溶液,避免色谱柱堵塞。

如果在过滤器上发现固体物质,表明溶解不完全,应重复溶解过程。随后,将样品溶液转移到样品瓶中并在室温下储存。

样品应该充分加热以使其完全溶解。但应避免过分或过长时间加热,否则可能导致热降解或氧化降解。宜通过试验确定最优的溶解温度和时间。例如,除了高分子量或高密度样品外,聚乙烯在 1,2-二氯苯中,在 140 ℃ 下加热 1.5 h 能完全溶解。分子量大于 10⁶ 的聚乙烯溶解就较难,需要更高的温度和更长的时间。

进样前,样品溶液可在室温和溶解温度之间保存。进样器温度应足够高,溶液在进样器中的停留时间应足够长,以确保样品保持溶解和无沉淀的状态。但是温度不能太高或停留时间不能太长,否则样品会发生降解。

样品溶液浓度不应超过以下界限:

$M_w < 1 \times 10^5$	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

制备浓度为 10 mg/cm³ 适宜的低分子量化合物溶液,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

将 SEC 设备所需数量的洗脱剂装入贮槽中,并脱气。用新鲜的洗脱剂冲洗 SEC 除色谱柱的所有部件。将色谱柱组接入系统。在试验条件下检查所有连接处有无泄漏。

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

7.5 操作参数

7.5.1 流速

对 2 或 3 根长约 30 cm、直径约 8 mm 的高效色谱柱组推荐的流速约为 1 cm³/min。对于高分子量和/或剪切敏感的聚合物,流速宜减小,以免聚合物在洗脱过程中发生分子链的断裂。

7.5.2 进样质量和进样体积

进样的聚合物样品质量和聚合物溶液体积由色谱柱尺寸和检测器灵敏度决定。试验上已经得到的最优进样质量大约为 0.01 mg 每立方厘米空色谱柱(无填料)。最大进样质量应小于 0.1 mg 每立方厘米空色谱柱,最大进样体积应小于 0.01 cm³ 每立方厘米空色谱柱。

分子量标样溶液的进样体积应与样品溶液的一致。

推荐低分子量化合物溶液的进样体积与样品溶液的一致。

7.5.3 进样器温度和停留时间

进样口的温度宜与色谱柱一致,应保证样品溶液在进样器的停留时间不会导致样品的降解(如使用自动进样器也是如此)。

7.5.4 色谱柱温度

色谱柱温度的选择宜基于样品的溶解性、洗脱剂的黏度、沸点及室温。

7.5.5 检测器灵敏度

信号强度取决于进样量,同时对于 RI 检测器,取决于示差折光指数增量 dn/dc ;对于 UV 检测器,取决于每单位质量浓度的吸光度。检测器灵敏度宜设定到能获得一强的样品信号峰,以确保精确的数据处理。

通过同样的设定方式保持灵敏度应能维持溶液浓度与峰高之间的线性关系。

7.6 测定次数

测定次数应不少于 2 次,以验证样品色谱图峰位置和峰形状的重复性。

8 数据采集和处理

见 GB/T 36214.1—2018 中第 8 章。

9 结果表示

见 GB/T 36214.1—2018 中第 9 章。

10 精密度

由于未获得足够的实验室间的数据,本试验方法的精密度尚未知道。在获得这些实验室间数据后,下一个版本将增加精密度的说明。

注:本部分采用的 ISO 16014-4:2012 精密度数据参见附录 C。

11 试验报告

见 GB/T 36214.1—2018 中第 11 章。

除 GB/T 36214.1—2018 中 11.2 关于仪器和测量参数所要求的信息外,试验报告还应包括如下内容:

- a) 进样口的温度和样品溶液在进样器中的停留时间;
- b) 样品溶解的温度和所需的时间。

附 录 A
(资料性附录)
方法应用的更多信息

本部分描述的 SEC 方法适用于在 60 °C~180 °C 下的测量,而且假设样品是线性均聚物。然而,因为它是相对方法,因此也适用于非线性均聚物,例如支化、星形、梳型、立构规整和立构无规的聚合物和其他类型的聚合物,例如无规、嵌段、接枝和多相共聚物。该方法适用的分子量范围是从单体到 3 000 000,但不适用于分子量低于 1 000 的组分含量超过 30% 的样品。

本方法不能使用水作为洗脱剂,即不能用于水溶性的聚合物,或柱温高于 180 °C(例如聚苯硫醚)或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和填充材料之间发生排斥的聚合物。

附 录 B
(资料性附录)
试剂的更多信息

B.1 合适的洗脱剂示例

下面是一些适合超过 60 ℃ 的 SEC 测试的洗脱剂示例：

- a) 1,2-二氯苯；
- b) 1,2,4-三氯苯；
- c) 1-氯萘；
- d) 甲苯；
- e) *N,N*-二甲基甲酰胺。

B.2 窄分子量分布标样

参见 GB/T 36214.1—2018 的附录 B。

B.3 添加剂

下面是一些超过 60 ℃ 的 SEC 测试时可作为抗氧化剂添加到样品中的添加剂的例子：

- 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚
- 4-羟甲基-2,6-二叔丁基苯酚
- 1,1,3-三(叔丁基羟甲基苯基)丁烷
- 4,4'-硫代双(6-叔丁基间甲酚)

当使用 *N,N*-二甲基甲酰胺做高温 SEC 的洗脱剂时，如溴化锂这样的无机盐也可用做添加剂。

附录 C
(资料性附录)

ISO 16014-4:2012 中关于精密度的描述

C.1 总则

在 1999 年依据 ISO 5725-1 和 ISO 5725-2 通过循环试验(RRT 试验)测定了本测试方法的精密度。

C.2 试验条件

包括 3 种聚乙烯和 1 种聚丙烯的测试样品,还有窄分子量分布校正标样,已经由组织方分配给参与实验室。循环试验的细节如下:

聚合物样品	样品 A 聚乙烯(高分子量、宽分子量分布样品)
	样品 E 聚乙烯(窄分子量分布样品、NIST SRM-1475)
	样品 F 聚乙烯(低分子量、宽分子量分布样品)
	样品 G 聚丙烯(宽分子量分布样品)
校正	14 种聚苯乙烯标样
色谱柱填料	聚苯乙烯凝胶
洗脱剂	1,2-二氯苯和 1,2,4-三氯苯
柱温	135 °C 或 140 °C
实验室数量	11

注:含有分子量大于 1×10^6 的组分的聚乙烯样品使用更高的柱温 140 °C。

C.3 循环试验结果

以重复性和再现性表示的结果见表 C.1。

表 C.1 高温 SEC 循环试验结果

聚合物	M_n 和 M_w^* 的平均值		重复性 s_r^* %		再现性 s_R^* %	
	Tosoh ^b	PL ^c	Tosoh ^b	PL ^c	Tosoh ^b	PL ^c
样品 A (聚乙烯)	$M_n=130\ 000(5/11)^d$ $M_w=526\ 000(9/11)$	$M_n=145\ 000(6/10)$ $M_w=574\ 000(9/10)$	1.72 2.18	2.19 3.08	7.21 11.35	14.22 12.95
样品 E (聚乙烯)	$M_n=39\ 200(11/11)$ $M_w=120\ 000(10/11)$	$M_n=39\ 100(10/10)$ $M_w=128\ 000(10/10)$	3.50 1.40	4.68 1.52	11.26 9.75	11.99 13.23
样品 F (聚乙烯)	$M_n=57\ 400(10/11)$ $M_w=218\ 000(11/11)$	$M_n=55\ 100(10/10)$ $M_w=239\ 000(10/10)$	3.26 1.67	7.15 2.14	14.55 7.86	14.56 11.21

表 C.1 (续)

聚合物	M_n 和 M_w^a 的平均值		重复性 s_r^a %		再现性 s_R^a %	
	Tosoh ^b	PL ^c	Tosoh ^b	PL ^c	Tosoh ^b	PL ^c
样品 G (聚丙烯)	$M_n=68\ 100(10/11)$	$M_n=69\ 100(10/10)$	5.86	5.73	21.33	17.49
	$M_w=323\ 000(9/11)$	$M_w=363\ 000(10/10)$	1.29	2.34	4.59	11.24
注：由于存在 6 个离群值，样品 A 显示了 M_n 的非常小的标准差。如果使用所有 11 个实验室的结果，则计得 M_n 的 s_R 为 35.61%。样品 A 被发现不合适，因为其含有的超高分子量组分超过了校正曲线的有效范围。						
^a 离群值依据 Grubbs 和 Cochran 方法消除。						
^b 聚苯乙烯校正标样由 Tosoh Co.(日本)提供。						
^c 聚苯乙烯校正标样由 Polymer Laboratories Ltd.(英国)提供。						
^d 括号中数字表示(总值减去离群值)/(实验室总数)。						

C.4 循环试验的更多信息

C.4.1 循环试验的原始数据

表 C.2 到表 C.5 显示的原始数据(分子量平均值和方差)由循环试验获得。每次测定测试 3 个(即 $n=3$)样品(见 7.6)。

表 C.2 聚乙烯(样品 A)的分子量平均值和方差

实验室	$M_n(\times 10^{-4})$		$M_w(\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
样品 A(聚乙烯) 校正:聚苯乙烯标样(Tosoh)				
A	2.29	(0.015 7)	57.4	0.26
B	2.06	(0.007 2)	48.4	0.21
E	1.29	0.000 1	49.9	0.21
F	1.38	(0.061 0)	45.5	(9.62)
G	1.19	0.000 7	54.6	2.73
H	1.42	0.000 8	58.4	1.95
I	1.40	0.000 8	46.8	2.21
J	(1.75)	0.000 4	43.7	0.08
K	(3.17)	0.008 7	(114.9)	0.64
L	1.35	0.000 1	61.9	3.18
M	1.30	(0.030 4)	51.9	0.97

表 C.2 (续)

实验室	$M_n(\times 10^{-4})$		$M_w(\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
样品 A(聚乙烯) 校正:聚苯乙烯标样(Polymer Laboratories)				
A	1.57	0.001 9	52.2	3.87
B	(2.21)	0.001 7	58.9	2.50
F	1.40	(0.038 1)	47.5	10.89
G	1.21	0.000 7	62.0	3.50
H	1.55	0.000 2	71.9	1.78
I	1.43	0.000 7	54.0	3.06
J	1.74	0.000 4	50.3	0.12
K	(3.32)	(0.009 9)	(135.1)	0.88
L	1.24	0.002 1	61.8	2.22
M	1.30	(0.008 1)	58.1	0.20
注:括号中的值是离群值。				

表 C.3 聚乙烯(样品 E)的分子量平均值和方差

实验室	$M_n(\times 10^{-4})$		$M_w(\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
样品 E(聚乙烯) 校正:聚苯乙烯标样(Tosoh)				
A	4.46	0.008	13.0	0.08
B	4.13	0.016	13.4	0.01
E	3.80	0.004	12.6	0.01
F	3.28	0.035	10.8	0.00
G	4.07	0.028	12.3	0.06
H	3.28	0.081	10.6	0.07
I	3.90	0.001	11.8	0.00
J	3.63	0.003	10.0	0.01
K	4.58	0.002	13.6	(0.46)
L	3.82	0.010	12.6	0.01
M	3.98	0.020	12.6	0.02

表 C.3 (续)

实验室	$M_n (\times 10^{-4})$		$M_w (\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
样品 E(聚乙烯) 校正:聚苯乙烯标样(Polymer Laboratories)				
A	3.19	0.003	10.2	0.01
B	4.38	0.033	15.1	0.03
F	3.40	0.038	11.9	0.00
G	4.14	0.029	13.3	0.08
H	3.42	0.074	11.5	0.09
I	3.98	0.002	12.8	0.01
J	3.67	0.003	10.7	0.02
K	4.63	0.082	14.9	0.04
L	4.17	0.020	14.2	0.09
M	4.08	0.052	13.0	0.00
注:括号中的值是离群值。				

表 C.4 聚乙烯(样品 F)的分子量平均值和方差

实验室	$M_n (\times 10^{-4})$		$M_w (\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
样品 F(聚乙烯) 校正:聚苯乙烯标样(Tosoh)				
A	7.32	0.009	23.80	0.244
B	5.31	0.109	21.90	0.003
E	5.19	0.003	21.10	0.004
F	5.68	0.022	19.30	0.223
G	5.90	0.005	22.30	0.513
H	3.87	(0.445)	20.30	0.111
I	5.33	0.095	20.10	0.003
J	6.14	0.013	21.60	0.001
K	6.82	0.061	25.40	0.061
L	4.57	0.000	22.10	0.166
M	5.11	0.033	21.70	0.135

表 C.4 (续)

实验室	$M_n(\times 10^{-4})$		$M_w(\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
样品 F(聚乙烯) 校正:聚苯乙烯标样(Polymer Laboratories)				
A	5.17	0.033	19.0	0.19
B	5.77	0.312	25.0	0.27
F	5.90	0.024	21.6	0.28
G	6.05	0.005	24.7	0.67
H	4.17	0.347	23.0	0.16
I	5.45	0.105	22.4	0.00
J	6.25	0.015	23.9	0.00
K	6.62	0.546	29.2	0.39
L	4.24	0.163	25.2	0.10
M	5.52	0.006	24.7	0.53
注:括号中的值是离群值。				

表 C.5 聚丙烯(样品 G)的分子量平均值和方差

实验室	$M_n(\times 10^{-4})$		$M_w(\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
样品 G(聚丙烯) 校正:聚苯乙烯标样(Tosoh)				
A	9.69	0.062	34.70	0.10
B	6.89	0.086	31.80	0.62
E	7.27	0.001	32.20	0.02
F	6.35	0.194	32.60	(1.40)
G	6.60	0.032	32.90	0.49
H	4.00	0.139	31.50	0.06
I	5.99	0.439	30.60	0.12
J	8.08	0.172	30.20	0.08
K	10.49	(1.299)	41.60	0.15
L	6.57	0.096	34.10	0.03
M	6.68	0.370	32.40	0.05

表 C.5 (续)

实验室	$M_n (\times 10^{-4})$		$M_w (\times 10^{-4})$	
	平均值	方差	平均值	方差
样品 G(聚丙烯)				
校正: 聚苯乙烯标样(Polymer Laboratories)				
A	7.18	0.139	28.5	0.01
B	7.36	0.012	37.3	1.42
F	6.64	0.203	36.1	1.69
G	6.77	0.036	36.8	0.65
H	4.46	0.156	36.4	0.19
I	6.15	0.467	34.5	0.16
J	8.26	0.194	33.8	0.10
K	8.96	0.191	45.0	2.06
L	6.55	0.007	38.0	0.79
M	6.74	0.161	36.3	0.15
注: 括号中的值是离群值。				

参 考 文 献

- [1] Grubbs, F.E., and Beck, G.: Technometrics, 14, p.847(1972)
- [2] ISO 5725-1 测量方法和结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1:General principles and definitions
- [3] ISO 5725-2 测量方法和结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法 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
-