



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 228—1993

静态激光小角光散射光度计

Static Low Angle Laser Light

Scattering Spectrophotometer

1992—11—24 发布

1993—05—01 实施

国家技术监督局 发布

静态激光小角光散射

光度计检定规程

Verification Regulation of Static

Low Angle Laser Light Scattering

Spectrophotometer

JJG 228—1993

本检定规程经国家技术监督局于 1992 年 11 月 24 日批准，并自 1993 年 05 月 01 日起施行。

归口单位： 国家标准物质研究中心

起草单位： 国家标准物质研究中心

本规程技术条文由起草单位负责解释

本规程主要起草人：

周以华 （国家标准物质研究中心）

参加起草人：

袁和林 （国家标准物质研究中心）

目 录

一 概述	(1)
二 技术要求	(2)
三 检定条件	(3)
四 检定项目和检定方法	(4)
五 检定结果处理和检定周期	(7)
附录 1 常用溶剂的折光指数、密度和瑞利因子	(8)
附录 2 常用溶剂与化学试剂纯化方法	(9)
附录 3 聚苯乙烯溶液的配制方法	(11)
附录 4 线性相关系数 r 的计算公式	(12)
附录 5 置信概率为 95% 与 99% 时, 线性相关系数 r 的临界值	(13)
附录 6 检定记录格式	(14)
附录 7 检定证书和检定结果通知书 (背面) 格式	(17)

静态激光小角光散射光度计检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的以氦氖激光器为光源的静态激光小角光散射光度计（以下简称仪器）的检定。

一 概 述

当一束光通过高分子溶液时，因分子的热运动，使在入射光方向以外的各个方向上产生光散射，这种散射通常叫瑞利（Rayleigh）散射。由于散射光强有角度依赖性，故在散射角 θ 方向的散射强度用瑞利因子 R_θ 表示。若检测器信号对光强的响应是线性的，且入射光经过散射池的光强损失忽略不计，则按瑞利因子的定义可写为：

$$R_\theta = D \cdot (\sigma \cdot l)^{-1} \cdot G_\theta / G_0 \quad (1)$$

式中： G_0 ——衰减后的入射光强信号值；

G_θ ——与入射光成散射角 θ 方向上的散射光强信号值；

l ——散射体积在入射光方向上的长度；

σ ——散射立体角；

D ——衰减器常数；

$$D = G_0 / G'_0 \quad (2)$$

G'_0 ——未经衰减的入射光强信号值。

溶质对溶液的瑞利因子的贡献称为剩余瑞利因子 ΔR_θ 。溶液与纯溶剂在相同的测试条件下，测得的 ΔR_θ 为：

$$\Delta R_\theta = D \cdot (\sigma \cdot l)^{-1} \cdot [(G_\theta / G_0)_l - (G_\theta / G_0)_s] \quad (3)$$

或

$$\Delta R_\theta = \phi \cdot n \cdot [(G_\theta / G_0)_l - (G_\theta / G_0)_s] \quad (4)$$

式中： $(G_\theta / G_0)_l$ ——溶液的散射光强信号值与衰减后的入射光强信号值之比；

$(G_\theta / G_0)_s$ ——溶剂的散射光强信号值与衰减后的入射光强信号值之比；

ϕ ——仪器常数；

n ——溶剂的折光指数。

当 $\theta \rightarrow 0$ ，稀溶液时， ΔR_θ 与溶质的重均分子量 $\bar{M}_w$ 之间存在下述关系：

$$\frac{K \cdot c}{\Delta R_\theta} = \frac{1}{\bar{M}_w} + 2A_2 \cdot c \quad (5)$$

关系式中德拜（Debye）常数 K 为：

$$K = 2\pi^2 \cdot n^2 \cdot (dn/dc)^2 \cdot (1 + \cos^2\theta) / \lambda^4 \cdot N \quad (6)$$

式中: c ——溶液浓度, g/ml;

A_2 ——第二维利系数;

dn/dc ——溶液的折光指数对浓度变化的增量, ml/g;

λ ——入射光在真空中的波长, cm;

N ——阿佛加德罗 (Avogadro) 常数。

从式 (5) 可知, 测量 4~5 种以上不同浓度溶液的 ΔR_θ , 以 $(K \cdot c / \Delta R_\theta)$ 对 c 作图, 获得直线。当浓度外推到零时, 由截距可求得 $\bar{M}_w$; 由斜率可求得溶液体系的 A_2 。

仪器通常由光源、投光系统 (由透镜组、衰减器组构成)、样品池、光接收系统、检测系统、显示或记录系统组成。

二 技术要求

1 外观

- 1.1 仪器应具有下列标志: 名称、型号、制造厂名、出厂日期、出厂编号。
- 1.2 仪器各开关、调节器、按键等能正常工作。
- 1.3 仪器能平稳地置于水平工作台上, 各紧固件应无松动, 接插件应紧密配合、接触良好。

2 开机

- 2.1 仪器开启后无异常杂音, 各显示装置与记录系统能正常工作。
- 2.2 开机 2 h 后, 光电倍增管电压波动不得超过 $\pm 1\%$ 。
- 2.3 仪器光路系统常控部分:

2.3.1 快门

工作正常。

2.3.2 光场阑

在仪器标明的刻度范围内可调。

2.3.3 环形光阑

在 P_0 位及仪器规定的角度范围内可调。

2.3.4 滤波时间控制旋钮

在量程范围内可调。

2.4 散射池

- 2.4.1 散射池各零件齐全。散射池窗无划痕、无污迹。散射池窗与池芯组合后无渗漏。
- 2.4.2 散射池位置调节旋钮能在水平、垂直方向上调节。散射池聚焦调节旋钮可调。

3 基线漂移

- 3.1 记录仪: $< \text{满刻度的 } 1\% / \text{h}$ 。
- 3.2 数字显示仪表示值变化: $< \text{满刻度的 } 0.5\% / \text{h}$ 。

4 衰减片

各衰减片衰减常数的示值误差不得超过 $\pm 1\%$ 。

5 仪器准确度 (以 $\overline{M}_{w\text{标}}$ 表示)

$$\Delta M = \pm 14\% \overline{M}_{w\text{标}}$$

6 仪器测量精密度 (对 $\overline{M}_w$ 而言)

$$C \cdot V \cdot (\%) = \frac{s_{\overline{x}}}{\overline{x}} \times 100\% \leq 5\%$$

7 仪器的灵敏度

可检出的最小剩余瑞利因子 $\Delta R_{\theta\text{min}}$ 应达到 $\leq 8 \times 10^{-7} \text{cm}^{-1}$ 。

三 检定条件

8 环境条件

8.1 电源电压

单相: $(220 \pm 10) \text{V}$; 50 Hz, 应有稳压装置。

8.2 室温

室温 $15 \sim 30^\circ\text{C}$; 最好控制在 26°C 以下。在检定期间温度波动不得超过 2°C 。

8.3 相对湿度 $< 70\%$ 。

8.4 无烟、无尘、无化学烟雾、无腐蚀性气体。

8.5 室内无强光直射, 光线较暗。

8.6 仪器周围无震动, 无强电、磁场干扰。

9 检定设备和材料

9.1 天平

称量 200 g; 分度值 0.1 mg。经计量部门检定合格。

9.2 玻璃器皿

9.2.1 25 ml 或 50 ml 磨口碘瓶 (或三角烧瓶) 5 个。

9.2.2 10 ml 或 25 ml 容量瓶, B 级, 5 个。经过容量校正。

9.2.3 1, 2, 5 ml 移液管, B 级, 各 1 支。经过容量校正。

9.3 化学试剂

甲苯: 化学纯或分析纯。

苯: 化学纯或分析纯。

环己烷: 分析纯。

甲醇: 分析纯。

氯仿: 分析纯。

丙酮: 分析纯。

四氯化碳: 分析纯。

异丙醇：分析纯。

甲乙酮（即丁酮）：分析纯。

高纯水。

化学纯试剂需经纯化处理后使用。

9.4 标准物质*

9.4.1 有机溶剂体系：采用聚苯乙烯标准物质，分子量选取 10^5 数量级。

9.4.2 水溶性体系：采用有关标准物质。

9.4.3 采用重均分子量为 5×10^3 左右的窄分布聚苯乙烯标准物质。

9.5 滤膜与过滤器

采用孔径为 $0.1 \sim 0.22 \mu\text{m}$ 聚四氟乙烯（或聚碳酸酯）微孔滤膜及孔径为 $0.22 \mu\text{m}$ 纤维素酯类微孔滤膜。

过滤器选用 10 ml 或 20 ml 针筒注射过滤器。

四 检定项目和检定方法

10 外观检查

按第 1 条要求进行。

11 开机检查

11.1 按第 2 条要求进行。

11.2 散射池的检定按下述要求进行。

将洁净完好的散射池窗与池芯等部件组合好，作渗漏检查和洁净度检查。

渗漏检查：用注射器经池入口管注入经过滤的待测溶剂，并使其充满整个池及管路系统，堵住出口，在微带压力下保持 $1 \sim 2 \text{ min}$ ，观察各连接处有无渗漏现象。若有渗漏现象，应予紧固或重行组装。

洁净度检查：将环形光阑置于 $3^\circ \sim 7^\circ$ 观察环处，视场光阑转至 1.5 mm 处（或说明书中规定位置），让待测溶剂经过滤后流入散射池，打开“手控”快门或将显微镜置于光路中，从显微镜观察光斑均匀情况。若光斑比较均匀，光圈内无明显亮点或花纹，则认为洁净度合格。否则应调节散射池位置旋钮或光路系统，进一步观察光斑均匀情况。若光斑仍不均匀，光圈轮廓内仍不清晰，则应重行清洗散射池有关部件。

12 基线漂移的检定

仪器开机 2 h 后，开始记录数字显示仪表显示值或把记录仪记录笔调至满刻度 50% 处的位置，运行 1 h 后观察其数值变化。

13 衰减片衰减常数数值误差的检定

取下散射池组件，将环形光阑取 P_0 位，视场光阑取 1.5 mm 。反复核实手控“快门”拉出与推进时输出显示数值，最好分别为 1 000 和 0，或在光电倍增管允许的高压

* 国务院计量行政部门批准相应标准物质后，即应采用。

范围内,使输出值尽可能大。然后,分别测定各衰减片衰减后和未经衰减时的入射光强信号值,并按式(2)计算各衰减片的衰减常数。

测得的衰减常数的示值误差不超过 $\pm 1\%$ 时,仍可继续使用出厂标定值,否则应采用新的检定常数值。

衰减片组合的总衰减常数值应是各衰减片衰减常数的乘积。

14 仪器准确度的检定

14.1 常用检定条件

入射场阑:1.5 mm。

散射场阑:通常选取0.15~0.2 mm。

环形光阑:视光的稳定性、样品分子量大小,选择相应的角度范围。

滤波时间:0.1~0.3 s。

记录或扫描时间:不少于2 min。

温度:视样品设定温度,一般选取环境温度为 $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ 。

14.2 仪器常数 ϕ 的标定

14.2.1 标定仪器常数时,常用的几种液体的平均瑞利因子、折光指数及密度值,见表1。

表 1

物质名称	$d^{20^\circ\text{C}} / (\text{g}/\text{cm}^3)$	$n_{\text{D}}^{23^\circ\text{C}}$	$R_{\phi}^{23^\circ\text{C}} \times 10^6 / \text{cm}^{-1}$	备 注
环 己 烷	0.778 5	1.425 4	5.13	
丙 酮	0.791 0	1.357 4	4.21	
甲 醇	0.792 0	1.327 4	2.90	
丁 酮	0.805 4	1.377 3	4.50	
甲 苯	0.866 9	1.492 1	14.02	
苯	0.879 0	1.497 1	12.63	
水	0.998 2	1.332 4	1.2	
氯 仿	1.489 2	1.444 4	6.77	
四氯化碳	1.594 0	1.458 2	5.97	

14.2.2 仪器常数 ϕ 和背景参数 δ 的标定

采用已知 R_{ϕ} 的溶剂标定仪器常数 ϕ ,其间具有如下关系式:

$$R_{\phi}/n = \phi \cdot [(G_{\phi}/G_0) - \delta] \quad (7)$$

标定时, 首先选取 14.1 款中推荐的常用检定条件和衰减片等测试条件。然后, 选用表 1 中 4 种已知 R_θ 和 n 的纯液体物质, 按密度大小依次注入散射池中, 分别测定 G_θ 和 G_0 。以所用液体的 (R_θ/n) 值作纵坐标, 测得的 (G_θ/G_0) 值为横坐标, 作图得到直线。其线性相关系数 r 应达到 0.995 以上。这时直线的斜率为仪器常数 ϕ ; 截距为 $\phi \cdot \delta$, 其值与背景有关。

标定求得的仪器常数应该进行验证。验证方法与要求可参照 14.3 款进行。纯溶剂的 R_θ 值按式 (7) 进行计算。

14.3 溶剂瑞利因子 R_θ 的测定和最佳检定条件的选择

对于仪器说明书中提供几何常数值的仪器, 可不作仪器常数的标定实验, 但必须进行本项测定。

测定时, 首先试选 14.1 款中常用检定条件和衰减片, 然后测定配制溶液时所使用的纯溶剂的 G_θ 和 G_0 。根据该仪器说明书中提供的几何常数, 按式 (1) 计算该溶剂的 R_θ 值, 并与附录 1 提供的标准值对比。对于有机溶剂类, 其误差应小于 $\pm 2.0\%$; 对于水溶剂类, 其误差应小于 $\pm 5.0\%$ 。否则, 应重新选取检定条件和衰减片, 或同时调节散射池位置与光路系统。再重新测定、计算和对比, 以求获得最佳检定条件和 R_θ 值。

14.4 仪器准确度的检定

在 14.2 款或 14.3 款选定的检定条件下, 通过高聚物分子量的测定, 以求获得仪器的准确度。

检定时, 先测定纯溶剂的 G_θ 和 G_0 值, 后按浓度由稀到浓的顺序, 测定预先配制的 4 个浓度的样品溶液的 G_θ 和 G_0 值。所用溶剂或样品溶液需经过滤。操作时, 切勿带进气泡。更换溶液时, 应以 3~5 ml 以上溶液替换出前一浓度的溶液。

G_θ 值的测定: 调环形光阑和视场光阑至选定值, 使衰减片处于原位。以很慢的速度轻推注射过滤器, 使一定体积的溶液缓慢流过散射池, 待池芯充满溶液或更迭溶液完毕后, 拉开手控“快门”, 调定光强信号值, 稳定扫描 2 min 以上, 读取显示的稳定值, 作为 G_θ 值, 随后按下手控“快门”。

G_0 值的测定: 插入选定的衰减片, 置环形光阑于 P_0 位、视场光阑于 1.5 mm 处, 拉开手控“快门”, 扫描 2 min 以上后, 读取显示的稳定值, 作为 G_0 值。随后关闭手控“快门”。

每个样品至少重复测试 5 次以上。

14.5 计算与结果

查出检定温度下各有关物理常数。按式 (3) 或 (4) 计算各浓度的 ΔR_θ 。按式 (6) 计算 K 。以 $(K \cdot c / \Delta R_\theta)$ 对 c 作图, 用最小二乘法或作图法处理, 求得直线外推的截距, 并由截距的倒数, 计算出 $\bar{M}_w$ 。

同时, 参照附录 4, 计算该直线的线性相关系数 r 值, 并与附录 5 表对照, 其值应优于临界值, 此时测得的 $\bar{M}_w$ 方为有效, 否则此数值应予剔除, 并重新测量。

根据上述 5 次以上重复测定的结果, 按 (8) 式求出 ΔM :

$$\Delta M = \pm \frac{\bar{M}_{w\text{平}} - \bar{M}_{w\text{标}}}{\bar{M}_{w\text{标}}} \times 100\% \quad (8)$$

式中： $\bar{M}_{w\text{平}}$ ——5次以上重复测得 $\bar{M}_w$ 的平均值；

$\bar{M}_{w\text{标}}$ ——标准物质提供的 $\bar{M}_w$ 标准值；

所得 ΔM 值若高于 $\pm 14\%$ ，即视为不合格。

15 仪器测量精密度（以平均值相对标准偏差表示）的检定

根据 14.4 款中重复测定的结果，用式（9）、（10）计算平均值标准偏差 $s_{\bar{x}}$ 和平均值相对标准偏差 C.V.：

$$s_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \quad (9)$$

$$\text{C.V.}(\%) = \frac{s_{\bar{x}}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (10)$$

式中： x_i ——每次重复测定的重均分子量；

$\bar{x}$ ——多次测定的重均分子量平均值；

n ——重复测定次数。

16 仪器灵敏度的检定

取重均分子量为 5 000 左右的聚苯乙烯标准物质，配制成浓度约为 1 g/L 的甲苯溶液。选取检定仪器准确度时的测试条件，分别测定甲苯纯溶剂和溶液的 G_{θ} 和 G_0 ，按式（3）或式（4）计算出 ΔR_{θ} 值。按技术要求第 7 条指标判断是否合格。

五 检定结果处理和检定周期

17 以上检定的各项数据，均需记录在原始记录纸上。各项计算过程、绘图和结果亦需附在记录纸后。

18 经检定上述 7 项指标均达要求者，判为合格仪器，发给检定证书。

19 经检定上述指标中有个别项目不合格，但第 5、第 6 两条达到规定指标者，亦可视为合格仪器，发给检定证书，但需注明不合格项目。

20 经检定上述指标中有 3 项不合格或第 5、第 6 两条达不到规定指标者，则判定该仪器不合格，只发给检定结果通知书，并标明不合格项目的检定结果。

21 检定周期定为一年半。仪器如经修理或发现测试结果可疑时，应随时复检。

附录 1

常用溶剂的折光指数、密度和瑞利因子

溶剂名称	折光指数 $n_{D_{533}}^{23\text{℃}}$	密 度 $d_{4^{20\text{℃}}} / (\text{g}/\text{cm}^3)$	$R_{533}^{23\text{℃}} \times 10^6 / \text{cm}^{-1}$
甲 醇	1.327 4	0.792	2.90
水	1.332 4	0.998 2	1.2
丙 酮	1.357 4	0.791 5	4.21
乙酸乙酯	1.368 5	0.900 6	4.4
丁 酮	1.377 3	0.805 4	4.5
四氢呋喃	1.405 0	0.888	4.4
二氯甲烷	1.422 3	1.335(1.5℃)	6.3
环 己 烷	1.425 4	0.778 5	5.13
二甲基甲酰胺	1.430 5	0.954(15.6℃)	5.6
	(589 nm)		
氯 仿	1.444 4	1.489 2	6.77
环 己 酮	1.446 6	0.947 8	4.7
四氯化碳	1.458 2	1.594 0	5.97
二甲基亚砷	1.477 3	1.100	4.1
	(589 nm)		
甲 苯	1.492 1	0.866 9	14.02
邻二甲苯	1.494 0	0.896 9	15.5
苯	1.497 1	0.879 0	12.63
1,2,4-三氯苯	1.502 0		35.7
	(135℃)		
氯 苯	1.518 7	1.106 4	18.6
二硫化碳	1.620 7		57.5

附录 2

常用溶剂与化学试剂纯化方法

1 甲苯

首先经无水氯化钙或分子筛或其它干燥剂干燥，然后蒸馏，收集沸程在 101 325 Pa 下 $(110.6 \pm 0.2)^\circ\text{C}$ 的馏出物。

2 乙酸乙酯

将本试剂放置在带塞的大瓶中，加入无水碳酸钾脱水，静置 2 天，用 2 号砂芯漏斗过滤，将滤液加热蒸馏，收集 101 325 Pa 下 $76 \sim 77^\circ\text{C}$ 的馏出液。

3 甲醇

将甲醇装入特硬玻璃的蒸馏器内，加热蒸馏，弃去初馏液，收集 $64.5 \sim 65.5^\circ\text{C}$ 的中段馏分，用硬质料玻璃瓶盛装。

4 丙酮

首先将丙酮慢慢流过 0.3 nm ($3 \text{ \AA}$) 分子筛的色层柱。(色层柱上段装干燥的 0.3 nm ($3 \text{ \AA}$) 分子筛；中段装无水碳酸钾或无水氯化钙；下段装 0.3 nm ($3 \text{ \AA}$) 分子筛)。将层析液放入蒸馏装置，在水浴上加热蒸馏，浴温控制在 $65 \sim 70^\circ\text{C}$ ，收集沸程为 $55 \sim 57^\circ\text{C}$ 的馏出物。

在纯化丙酮时，所用干燥剂均需进行预干燥处理，一切仪器设备均需干燥。丙酮中若含有较多还原性有机杂质，在上述蒸馏处理前，还应用高锰酸钾稀溶液一起加热回流，直至加入的高锰酸钾紫色不消失为止。然后将丙酮进行初步蒸馏，并用脱水剂脱去水分，最后再进行蒸馏。

5 苯

将苯放在分液漏斗中，加试剂浓硫酸萃取几次，直至无色。分离后用蒸馏水洗一次。再用 10% 氢氧化钠水溶液洗至碱性，然后用蒸馏水洗至中性。分离水后，加入无水氯化钙进行脱水并静置过夜。次日过滤，滤液再加入 0.5 nm ($5 \text{ \AA}$) 分子筛脱水过夜。翌日过滤，将澄清的苯液加热分馏，收集 $79.8 \sim 80.5^\circ\text{C}$ 馏出物。

6 三氯甲烷(氯仿)

在三氯甲烷中加入少量的无水氯化钙或无水碳酸钾脱水剂，静置 1~2 天，过滤。将滤液加热分馏。收集沸程为 $60 \sim 62^\circ\text{C}$ 的馏出物。

7 四氯化碳

将本试剂置于圆底烧瓶内，微热至 $25 \sim 30^\circ\text{C}$ ，通纯净而干燥的氯气 2~3 h (在阳光下不褪色为准)。然后用 5% 碳酸钠或氢氧化钠水溶液洗涤两次，再用蒸馏水洗 5 次，至中性。用无水氯化钙脱水，过滤。将滤液移至干燥的蒸馏器内，加热分馏一次，然后再进行精馏，收集 $76 \sim 77^\circ\text{C}$ 的馏出物。

8 高纯水

将自来水经阴、阳离子交换树脂处理，得到去离子水(或直接使用普通蒸馏水)。

然后按 0.02% 重量比，在水中加入浓度为 4% 的 KMnO_4 溶液，摇匀，使溶液呈淡紫色，静置 2 h，再在石英或玻璃蒸馏装置中进行分馏，收集沸程在 101 325 Pa 下 $(100 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 的馏出物。

高纯水也可在高纯水处理装置中直接制备获得。

附录 3

聚苯乙烯溶液的配制方法

1 样品的干燥

聚苯乙烯标准物质在配制溶液前应经过真空干燥至恒重。干燥温度不超过 50 ℃。

2 聚苯乙烯溶液的配制

取经干燥后的聚苯乙烯标准物质作溶质，用甲苯作溶剂，按重量法独立配制 4 个浓度。溶液浓度范围视样品的分子量大小而定，分子量较小的样品，溶液浓度应适当增加。一般情况下，最大浓度为最小检出浓度 $c_{\min}$ 的 5~15 倍；溶液的最小浓度应大于 $c_{\min}$ 的 1.5 倍以上。

亦可采用容量法配制不同浓度的溶液。用容量法配制每一个浓度的溶液，应在相同条件下进行，室温波动应小于 1 ℃。

3 最小检出浓度 $c_{\min}$ 估算公式

对波长为 632.8 nm 的氦氖激光器的激光小角光散射光度计来说，可用下式计算其最低溶液浓度 $c_{\min}$ ：

$$c_{\min} = \frac{\Delta R_{\theta_{\min}}}{(4.079 \times 10^{-6}) \cdot (dn/dc)^2 \cdot n^2 \cdot \overline{M}_w}$$

注：配制溶液时也可使用甲苯以外的其它溶剂。

附录 4

线性相关系数 r 的计算公式

$$r = \frac{S_{xy}}{\sqrt{S_{xx} \cdot S_{yy}}}$$

式中: $S_{xy} = \sum x \cdot y - \frac{\sum x \cdot \sum y}{n}$;

$$S_{xx} = \sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n};$$

$$S_{yy} = \sum y^2 - \frac{(\sum y)^2}{n};$$

x ——横坐标的各相应数值;

y ——纵坐标的各相应数值;

n ——测定次数。

附录 5

置信概率为 95% 与 99% 时, 线性相关系数 r 的临界值

相 关 系 数 r 置 信 概 率 $n-2$		95 %	99 %
	1	0.997	1.000
	2	0.950	0.990
	3	0.878	0.959
	4	0.811	0.917
	5	0.754	0.874
	6	0.707	0.834
	7	0.666	0.798
	8	0.632	0.765
	9	0.602	0.735
	10	0.576	0.708

注: 此处 n 为测定样品溶液的试验次数, 即 1 个溶液浓度为 1 次。

附录 6

检定记录格式

一、仪器常数检定记录

仪器型号		检定日期	
------	--	------	--

检 定 条 件

室内温度		检定温度	
室内湿度		光电倍增管电压	V
测入射光所用场阑	mm	#衰减片常数 #衰减片常数	
测散射光所用场阑	mm	#衰减片常数 #衰减片常数	
测散射光所用环形光 阑		衰减常数 D	

检 定 溶 剂

溶剂名称	环己烷	甲 苯	苯	四氯化碳		
溶剂的 R_θ 值						
溶剂的折光指数						
R_θ/n						
G_θ						
G_0						
G_θ/G_0						

检 定 结 果

仪器常数 ϕ		背景系数 δ	
背景值 $\phi \cdot \delta$		相关系数 r	

操作者：

二、仪器准确度和精密度检定记录

送检单位		标准物质名称			
仪器型号		检定日期			
测入射光所用场阑	mm	测试时室内温度			
测散射光所用场阑	mm	测试时室内湿度			
测散射光所用环形光阑		测试时室内大气压			
溶剂名称		实测时实验温度			
溶剂密度		背景值			
溶剂折射率		光电倍增管 (PMT) 电压		V	
# 衰减片常数		# 衰减片常数			
# 衰减片常数		# 衰减片常数			
总衰减常数 D					
数 值 编 号 项 目	c_1	c_2	c_3	c_4	备 注
容器重量					
样品、容器共重					
样品净重					
欲配溶液浓度					
原始溶液浓度					
加入溶剂体积					
样品溶剂容器共重					
实际溶液浓度 (c)					
仪器常数 (ϕ)			仪器几何常数 l		
溶剂折光指数 (n)			仪器几何常数 σ		
溶液 $d\eta/dc$ 值			K 值		

表 (续)

实际溶液浓度 (c)	溶 剂	c_1	c_2	c_3	c_4
G_θ	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __
	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __
	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __
G_0	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __
	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __
	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __
$(G_\theta/G_0)_s$	1. __ 4. __				
	2. __ 5. __				
	3. __ 6. __				
$(G_\theta/G_0)_l$	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __
	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __
	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __
$\Delta (G_\theta/G_0)$	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __
	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __
	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __
$K \cdot c$					
ΔR_θ	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __
	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __
	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __
$K \cdot c / \Delta R_\theta$	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __	1. __ 4. __
	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __	2. __ 5. __
	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __	3. __ 6. __

计 算 与 结 果

截距值	1. __ 4. __ 2. __ 5. __ 3. __ 6. __	相关系数 r	1. __ 4. __ 2. __ 5. __ 3. __ 6. __
重均分子量 $\bar{M}_w$	1. __ 4. __ 2. __ 5. __ 3. __ 6. __	第二维利系数 A_2	1. __ 4. __ 2. __ 5. __ 3. __ 6. __
标准物质标准值 ($\bar{M}_w$)		ΔM	
实测 $\bar{M}_w$ 平均值		C.V.	

操作者 _____

复核者 _____

附录 7

检定证书和检定结果通知书（背面）格式

检 定 结 果

- 1 外观
 - 2 开机检查情况
 - 3 基线漂移
 - 4 衰减片
 - 5 仪器准确度
 - 6 仪器测量精密度
 - 7 仪器的灵敏度
-