

# 低分子量树脂——用 GPC/SEC 分析低分子量树脂和预聚体

应用文集

## 作者

Greg Saunders, Ben MacCreath  
Agilent Technologies, Inc.



内容	页码
简介 .....	3
<b>低极性树脂的表征</b>	
聚酯多元醇分析 .....	8
酚醛树脂分析 .....	9
GPC 分析己二酸聚酯 .....	10
较高分子量酚醛树脂分析 .....	11
制备 GPC 分离环氧树脂低聚物 .....	12
环氧树脂低聚体的分离 .....	14
<b>高极性树脂的表征</b>	
中等极性填料 .....	15
宽泛的溶剂配伍特性 .....	15
GPC 和 PolarGel-M 分析苯酚-甲醛树脂 .....	16
能够对热塑性酚醛树脂进行准确表征的 GPC 和 PolarGel-M 色谱柱 .....	17
采用常规 GPC/SEC 分析三聚氰胺树脂 .....	18
<b>树脂分析</b>	
GC, GC/MS, LC/MS, FT-IR, HPLC, NMR 及 UV-Vis .....	19

# 低分子量树脂

## 简介

树脂这个词用来描述由活性单体通过加聚反应制备的高分子材料，这一过程往往伴随着小分子化合物的消除。这些合成方法常常得到具有相对较低分子量和较宽分子量分布的高分子材料，而且材料中往往含有低聚物和不容忽视的单体。这些聚合物的一个特点是在聚合物和低聚物链的末端存在反应性基团，因此，许多此类材料被用作预聚物以进一步反应形成新的产品。

凝胶渗透色谱/体积排阻色谱 (GPC/SEC) 是一种众所周知的评估聚合物分子量分布的技术，而分子量分布这一参数会影响聚合物的许多物理性质。例如，树脂材料的分子量决定了它们的物理状态以及进一步反应的可能性。因此，表征和理解树脂材料的分子量分布是了解其性能的关键。

然而，通过缩聚反应生产的聚合物往往含有大量功能性和反应性基团，而且许多材料就是以它们的反应性官能团进行分类的，例如聚氨酯树脂，就有许多种不同的化学结构。由于 GPC/SEC 柱填料可能与被分析材料中的结构性官能团发生相互作用，使得通过 GPC/SEC 分析这些材料颇具挑战。

本应用文集讨论了低分子量树脂的分析，并总结了最适合分析树脂材料的色谱柱。用一系列分析实例说明了可能获得的数据的质量。

安捷伦生产的 GPC/SEC 色谱柱、标准品和分析仪器非常适合树脂以及低分子量预聚物的分析。

安捷伦的 GPC/SEC 色谱柱是那些需要极好重现性的分析的理想选择，如树脂制造过程中的质量控制。安捷伦色谱柱系列包括适用于有机溶剂和水溶液、混合溶剂和强极性有机溶剂的多款不同产品，能够满足不同的树脂分析要求。

色谱柱产品线中包括针对低分子量材料分析的产品，以及针对低聚体样品分析的高分离度色谱柱，如 OligoPore 和 PLgel 3  $\mu\text{m}$  100Å 色谱柱。由于有多种颗粒尺寸和孔径大小可选，您可以非常简单地选出与所要研究的高分子材料分子量相匹配的安捷伦色谱柱，从而确保从 GPC/SEC 实验得到最高质量的分析数据。

安捷伦的 GPC/SEC 系列分析仪器具有从室温到 220 °C 的使用范围，安捷伦还生产一系列聚合物标准品，以辅助树脂分析。

在这些仪器上可以进行各种形式的 GPC/SEC 实验，可用于分析所有种类的树脂材料，包括那些需要在特殊溶剂中分析的树脂材料。仪器可以附带多种检测器，如光散射检测器和粘度计，并提供专用的分析软件，能够对树脂的性能进行详细分析。

## 低极性树脂的表征

低极性树脂可溶解于典型 GPC 溶剂，如四氢呋喃中，在聚苯乙烯/二乙烯基苯色谱柱上分析。

PlusPore 系列柱是专为高分离度 GPC 设计的。为了实现最广泛的适用性和溶剂兼容性，柱填料采用行业标准的高度交联的聚苯乙烯/二乙烯基苯 (PS/DVB) 填料。所有填料都采用新颖的聚合工艺制备，以产生特定的、可控的孔结构，以实现最佳的 GPC 性能。

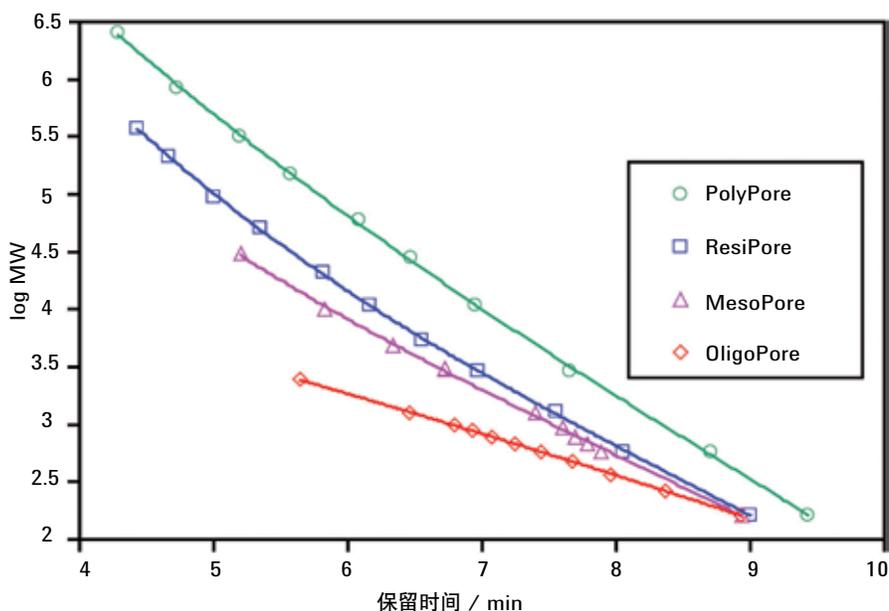


图 1. PlusPore 色谱柱良好的分离范围和近乎线性的校正曲线

## 聚合物分析的理想选择

对于高分离度聚合物分析，PlusPore 产品系列中的 PolyPore、ResiPore、MesoPore 以及 OligoPore 色谱柱具有宽广的孔径分布和扩展分子量范围内接近线性的校正曲线。与一般的 PS/DVB 填料相比这些所谓的“多孔”结构增大了孔容量。上述特性使 GPC 柱具有非常高的分离度，可以设计用于特定的应用领域。高度交联的多孔微粒能够提供优异的化学和物理稳定性，允许各种有机溶剂间的轻松转换，而几乎不影响校准曲线的形状或色谱柱的效率。由于这种“多孔”色谱柱技术不需要组合个别孔径的填料，从而消除了人为干预的影响，能够得到高准确度、高精度的分子量分布 (MWD) 信息。

## PlusPore 系列的特点和优势

- 高孔容，高分离度 — 改善分离能力，提高分离效率
- 宽孔径分布，优化分离范围 — 分离范围宽，用法多样
- 兼容各类溶剂 — 不同类型溶剂轻松转换
- 没有 MWD 的错位混乱 — 提高分析效率

树脂中低聚物的组成决定了聚合物质量控制中的单体残留水平，因此具有重要的商业价值。这些低分子量样品常规使用凝胶渗透色谱 (GPC) 来表征。理想情况下，为了对感兴趣的特定组分进行鉴定和定量，必须对各组分进行有效分离。为了实现这一目标，小粒径填料被用来制造高分离度色谱柱。MesoPore 柱的排阻限为分子量 25000，具有 80000 塔板数/米的最低保证柱效。典型的应用色谱图见图 2 至 6。

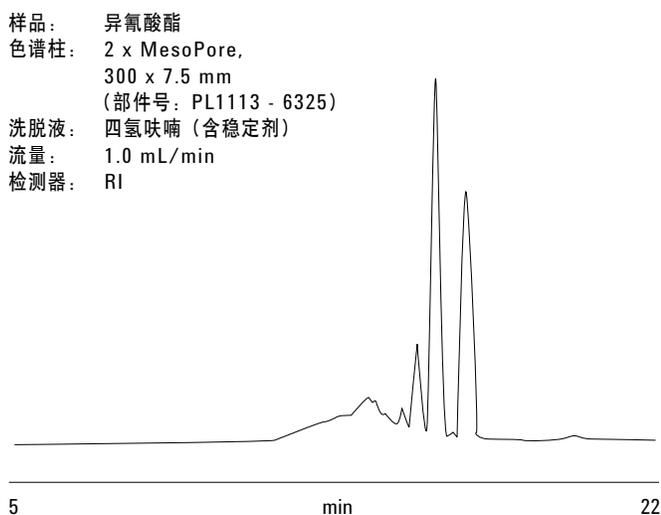


图 2. 异氰酸酯样品的色谱图显示了详细的聚合物和低聚物信息

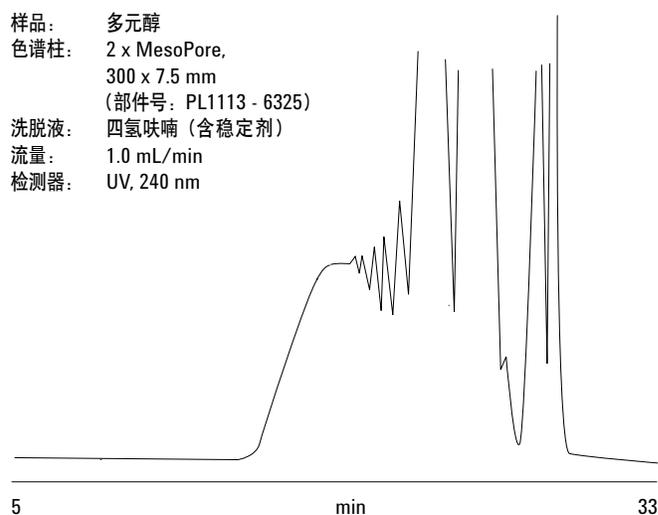


图 3. 多元醇样品的色谱图显示有大量低聚物存在

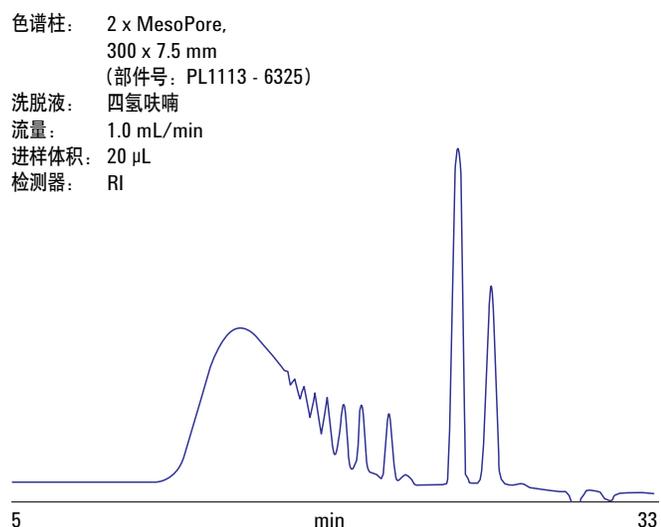


图 4. 聚氨酯样品的色谱图，其中含有低聚物和单体残留

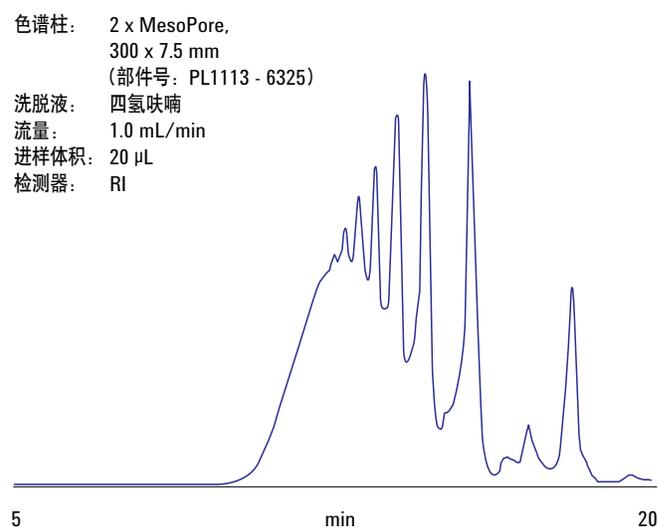


图 5. 环氧树脂样品的色谱图，显示组分是低聚物

色谱柱: 2 x MesoPore,  
300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1113 - 6325)  
洗脱液: 四氢呋喃  
流量: 1.0 mL/min  
进样体积: 20  $\mu$ L  
检测器: RI

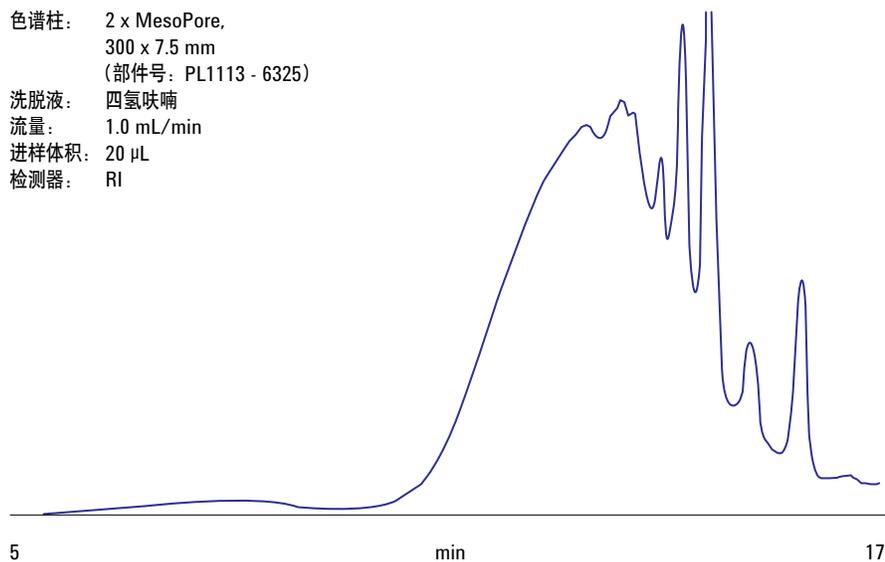


图 6. 聚酰胺样品的色谱图, 聚合物和低聚合物组分分布复杂

对于更高分子量的树脂, 分子量分布测定是 GPC 分析的主要目的, 因此就需要具有更宽分子量范围的色谱柱。ResiPore 色谱柱专门设计用于此类应用, 此类应用中分子量在 40 万以上的材料一般不可能存在。图 7 至 10 展示了此类应用的典型色谱图。

样品: 涂料树脂  
色谱柱: 2 x ResiPore,  
300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1113 - 6300)  
洗脱液: 四氢呋喃 (含稳定剂)  
流量: 1.0 mL/min  
检测器: RI

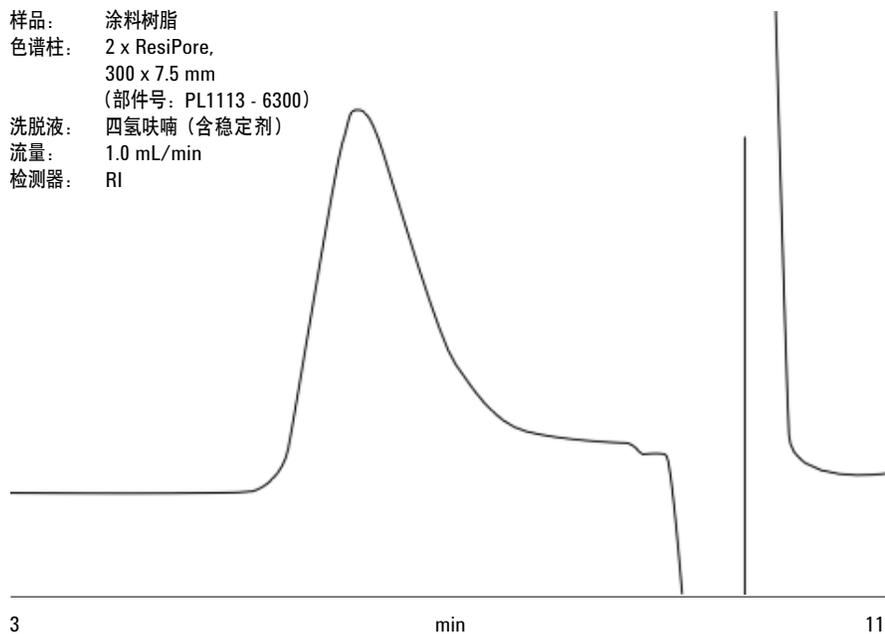


图 7. 涂料树脂样品的色谱图, 显示聚合物中含有低分子聚合物

色谱柱: 2 x ResiPore,  
300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1113 - 6300)  
洗脱液: 四氢呋喃  
流量: 1.0 mL/min  
进样体积: 20  $\mu$ L  
检测器: RI

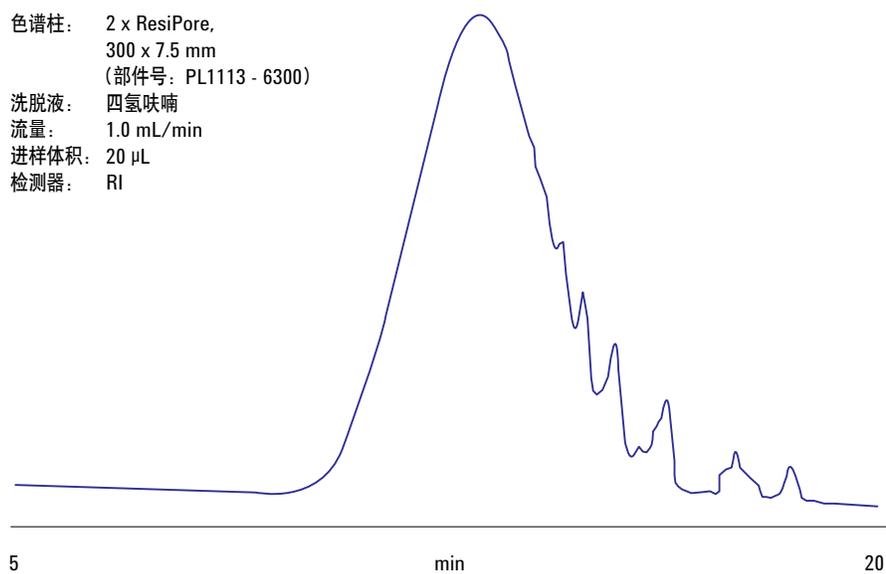


图8. 含有部分低聚物的高分子量环氧树脂样品色谱图

色谱柱: 2 x ResiPore,  
300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1113 - 6300)  
洗脱液: 四氢呋喃  
流量: 1.0 mL/min  
进样体积: 20  $\mu$ L  
检测器: UV, 254 nm

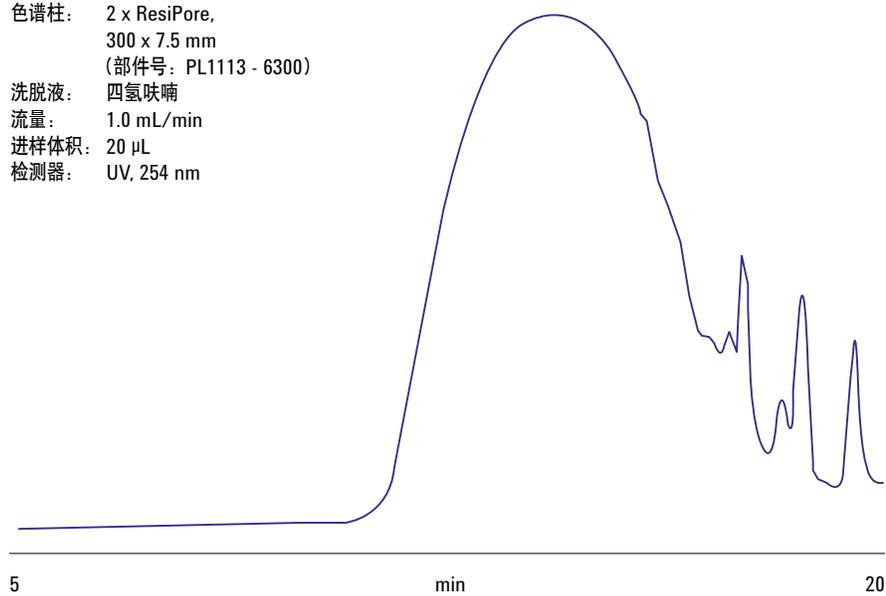


图9. 宽分子量分布的醇酸树脂样品色谱图

色谱柱: 2 x ResiPore,  
300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1113 - 6300)  
洗脱液: 四氢呋喃  
流量: 1.0 mL/min  
进样体积: 20  $\mu$ L  
检测器: UV, 254 nm

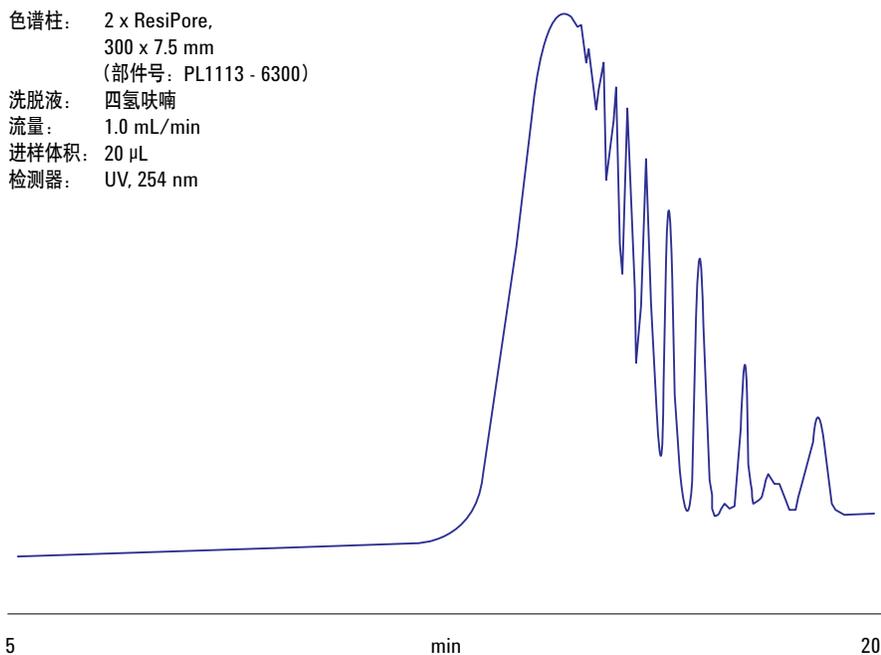


图 10. 聚酯样品的色谱图, 显示了详细的低聚物信息

## 聚酯多元醇分析

该分离表明使用 PLgel 3  $\mu$ m MIXED-E 色谱柱分析由己二酸和丁二醇制得的多元醇样品时良好的低聚物分离度。

色谱柱: 2 x MesoPore,  
300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1113 - 6325)  
洗脱液: 四氢呋喃  
流量: 1.0 mL/min  
检测器: UV, 254 nm

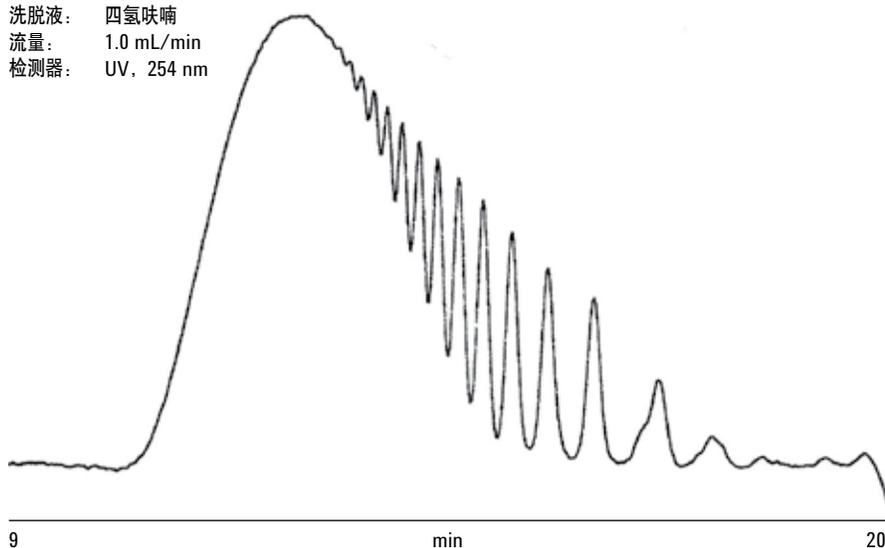


图 11. 聚酯多元醇 (一种带紫外发色团的复合材料) 样品的色谱图

## 酚醛树脂分析

苯酚甲醛反应产生的两个主要产品：

(a) Novolaks — 酸性条件下

(b) Resols — 碱性条件下（醛过量）

使用高效 MesoPore 色谱柱分析，色谱图显示了每种产品中极其详细的低聚物信息。

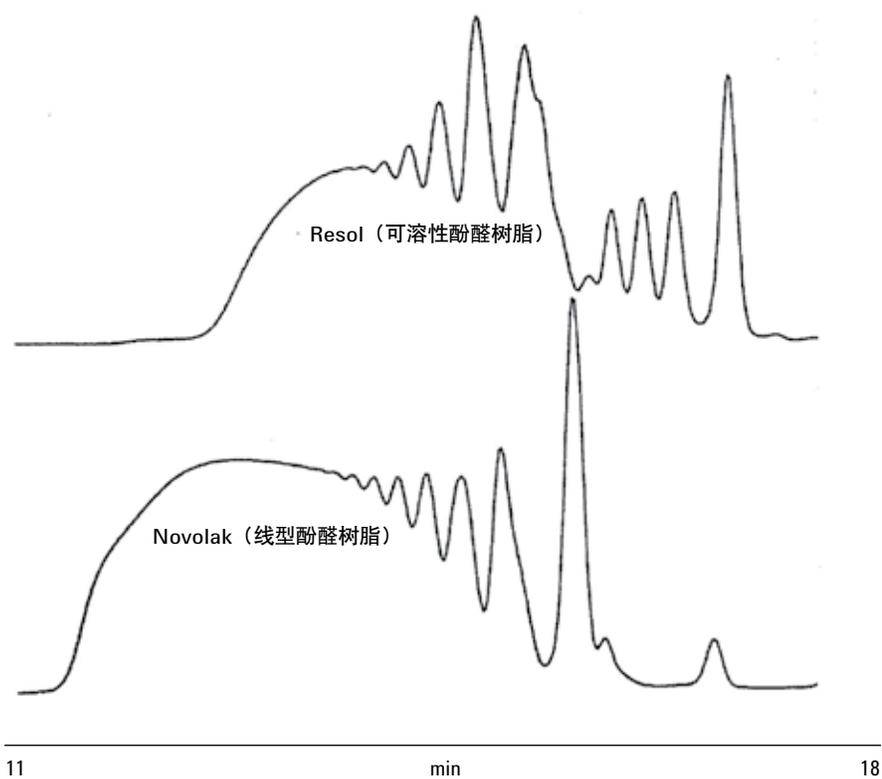


图 12. 两个酚醛树脂样品色谱图对比，显示了不同合成条件下的产品差异

## GPC 分析己二酸聚酯

聚酯由二酸和二醇脱水缩合产生。依据原料酸和醇的不同，产生的聚酯性能差别很大，包括柔韧性或硬度、在水中以及其它溶剂中的稳定性、耐磨性、抗冲击性等，因此其应用范围也非常广泛。己二酸二酯由己二酸与二醇缩聚产生。

饱和己二酸聚酯用作浇铸弹性体，根据在合成中使用的二醇结构，可以获得线型或含支链的聚酯。这些聚酯与异氰酸酯反应生成具有异氰酸酯残基的预聚物，这是一种混合型聚氨酯的前体，一类很重要的商品材料。

该应用介绍了采用凝胶渗透色谱法 (GPC) 分析两种己二酸聚酯的结果，分析中使用了两根 MesoPore 色谱柱和示差折光 (RI) 检测器，流动相采用四氢呋喃。图 13 是两种己二酸聚酯材料的分析结果。高分离度的 GPC 柱能够将聚合物样品分解为不同大小的低聚物，给出其特征峰形，这一特点可用于不同批次聚合物的“指纹”识别。

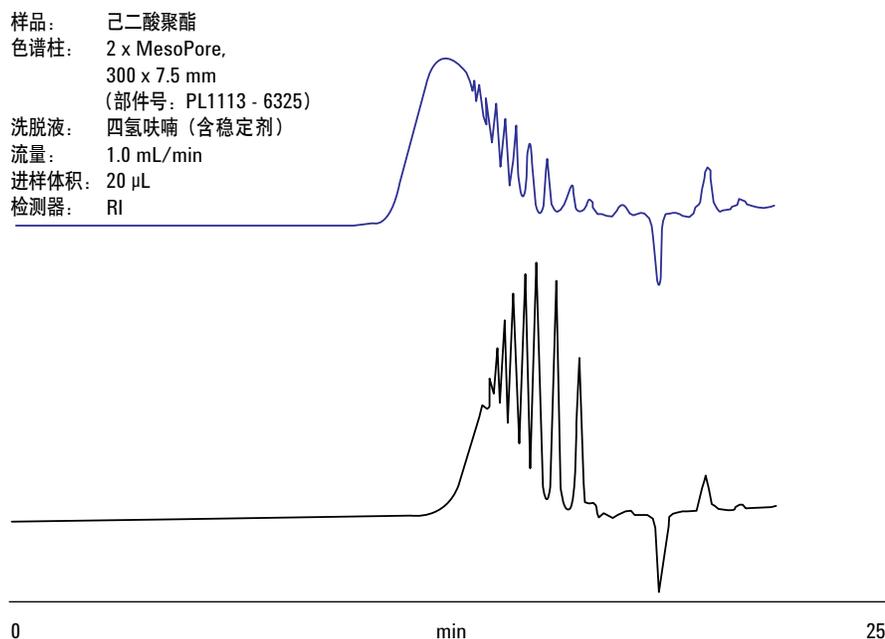


图 13. 两批次己二酸聚酯样品的色谱图比较，显示出明显区别

## 较高分子量酚醛树脂分析

术语“酚醛树脂”用来描述通过酚与醛反应生成的一系列热固性树脂。酚醛树脂是最早开发的合成聚合物（胶木，1907年），具有较好的机械、物理性能。酚醛树脂的应用包括电绝缘、模塑成型、层压材料和粘合剂等。由于相对较低的成本和其它有利特性，酚醛树脂的生产量在所有热固性聚合物中是最大的。酚醛树脂的关键指标是其分子量分布和低聚物“指纹”图，因为这些指标对树脂最终的使用性能有重要影响。

GPC 是检测这些指标的理想分析工具。在本例中，使用高分离度 GPC 色谱柱比较有利，可以优化低聚物的分离，并能提供有关样品低聚物组成的详细信息。

酚醛树脂是非极性的，因此能够在四氢呋喃中使用 PS/DVB 色谱柱进行分析。

在下面的 GPC 详细分析结果中，使用 ResiPore 色谱柱对四种不同等级的酚醛树脂进行了 GPC 分析。由于色谱柱填料具有小粒径（3 微米）和最佳化的孔径分布，在感兴趣的分子量范围内可以获得良好的分离度。

每个酚醛树脂样品的 GPC 色谱图见图 14。差异化的分子量分布图在图 15 中给出。此图清楚地显示出分子量分布和低聚物相对含量的显著差异。

色谱柱： 2 × ResiPore, 300 × 7.5 mm  
(部件号: PL1113 - 6300)  
(用 10 mg/mL 典型样品溶液进样 10 次对色谱柱进行调节)  
洗脱液： 四氢呋喃 (用 250 ppm 的丁基基甲苯稳定)  
流量： 1.0 mL/min  
进样体积： 20 μL  
检测器： RI

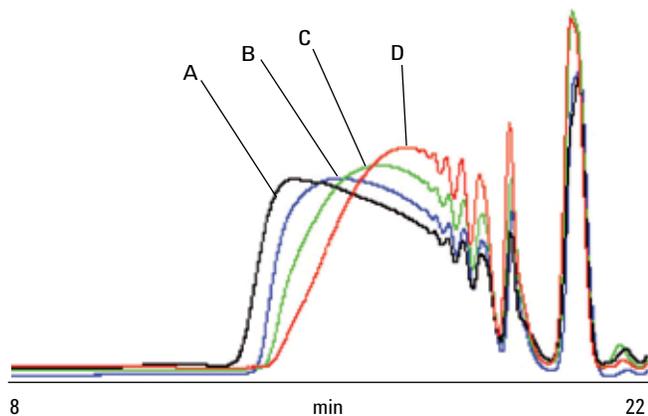


图 14. 四种酚醛树脂样品的 GPC 色谱图对比，显示了洗脱行为的差异

色谱柱： 2 × ResiPore, 300 × 7.5 mm  
(部件号: PL1113 - 6300)  
(用 10 mg/mL 典型样品溶液进样 10 次对色谱柱进行调节)  
洗脱液： 四氢呋喃 (用 250 ppm 的丁基基甲苯稳定)  
流量： 1.0 mL/min  
进样体积： 20 μL  
检测器： RI

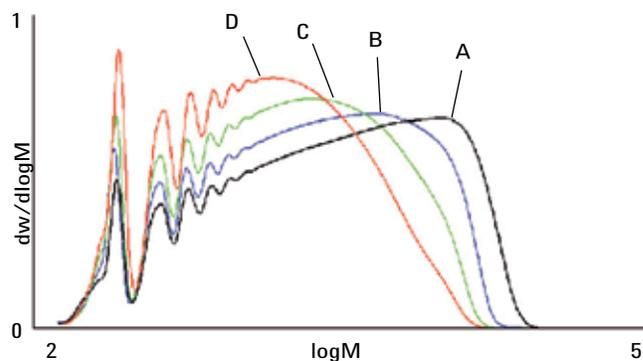


图 15. GPC 分析得到的四种酚醛树脂样品的分子量分布图对比，有同样的低聚物存在，但整体的分子量分布很不同

## 制备 GPC 分离环氧树脂低聚物

基于体积排阻，制备 GPC 可用于分离样品中的个别组分。通过对分析型分离方法进行线性放大，制备 GPC 可用于分离实用量的个别组分，供进一步分析使用。安捷伦已经开发出了 OligoPore 制备 GPC 色谱柱，非常适合于从具有低聚物分布和复杂混合物样品中分离出个别低聚物。此应用介绍了 OligoPore 制备 GPC 色谱柱在环氧树脂低聚物分级中的应用。图 16 显示了环氧树脂低聚物的一般结构。商品化环氧树脂，Epikote 828，由两个主要的环氧树脂低聚物（ $n = 0$  和  $n = 1$ ），以及少量单环氧和双环氧水合物构成。

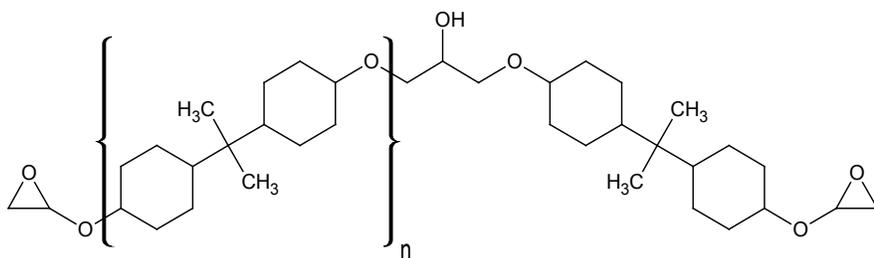


图 16. Epikote 828 环氧树脂低聚物的一般结构

## 分析级

最初，采用 OligoPore 色谱柱测试了 Epikote 828 最佳的分析级载样量。图 17 是浓度为 0.5% 至 2.0% (W/V) 时的分析色谱图。该图表明，2.0% (W/V) 浓度水平的 Epikote 828 分析色谱图没有严重的分离度损失。

样品: Epikote 828 0.5-2.0% (W/V)  
色谱柱: 2 x OligoPore, 300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1113 - 6520)  
洗脱液: 四氢呋喃  
流量: 1.0 mL/min  
进样体积: 100  $\mu$ L  
检测器: UV

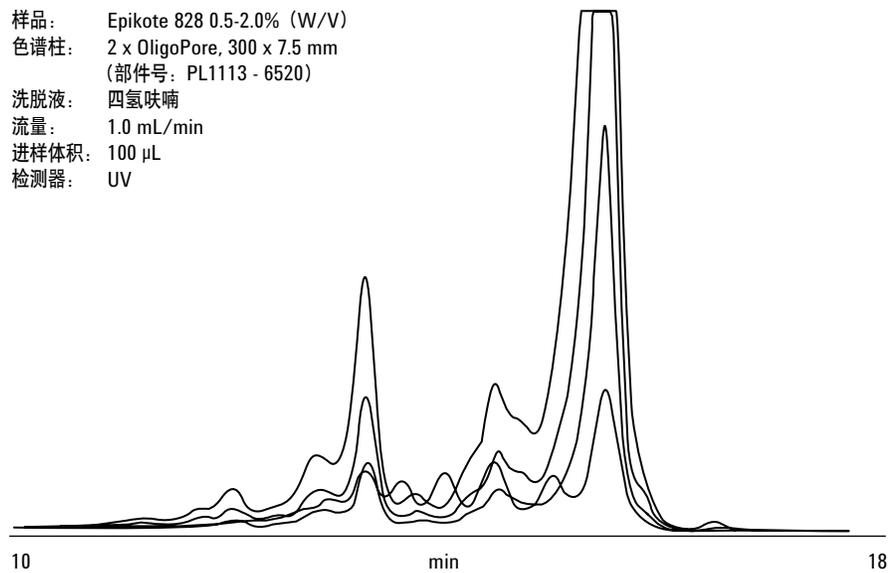


图 17. 不同载样量情况下 epikote 环氧树脂样品的色谱图对比

## 制备级

采用 OligoPore 制备型色谱柱分级和纯化该树脂材料中的两种低聚物。GPC 系统将分析型分离方法线性放大 10 倍，采用 2 mL 进样环、两根 OligoPore 300 mm x 25 mm 色谱柱，流速为 10.0 mL/min。色谱柱出口的流出物分为两路，约 0.5 毫升/分钟的一路到紫外探测器，其余的流到废液或级分收集器。环氧树脂样品以 1.0% (W/V) 的浓度注入。图 18 是 Epikote 828 在制备色谱柱上得到的色谱图，显示了分离的低聚物。重新运行该样品收集  $n = 0$  和  $n = 1$  的两个低聚物。然后在两根 OligoPore 分析柱上进行分析。

图 19 是 2.0% (W/V) Epikote 828 分析色谱图原图与从 OligoPore 制备 GPC 柱上收集到的  $n = 0$  和  $n = 1$  低聚体的色谱分析图对比。

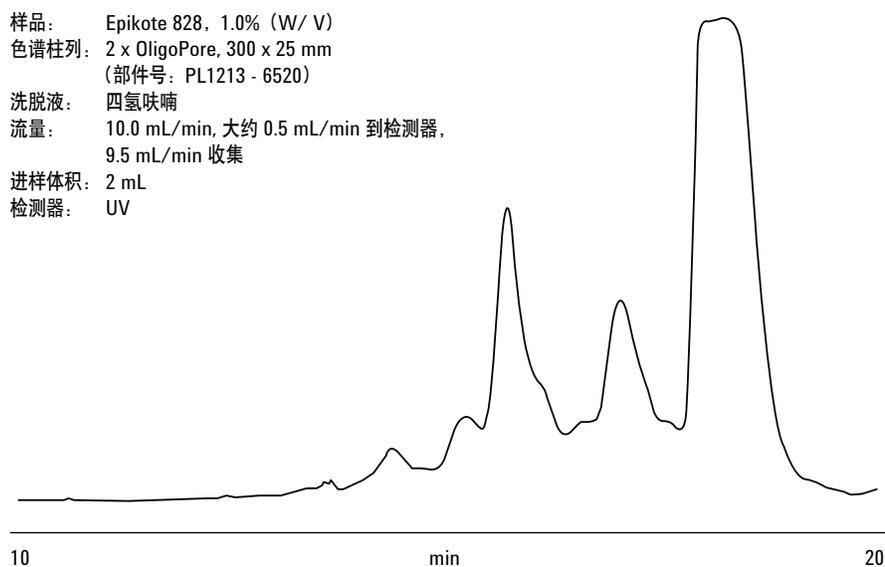


图 18. 制备级色谱柱上 epikote 828 样品的色谱图，其中的低聚物可被分离出来

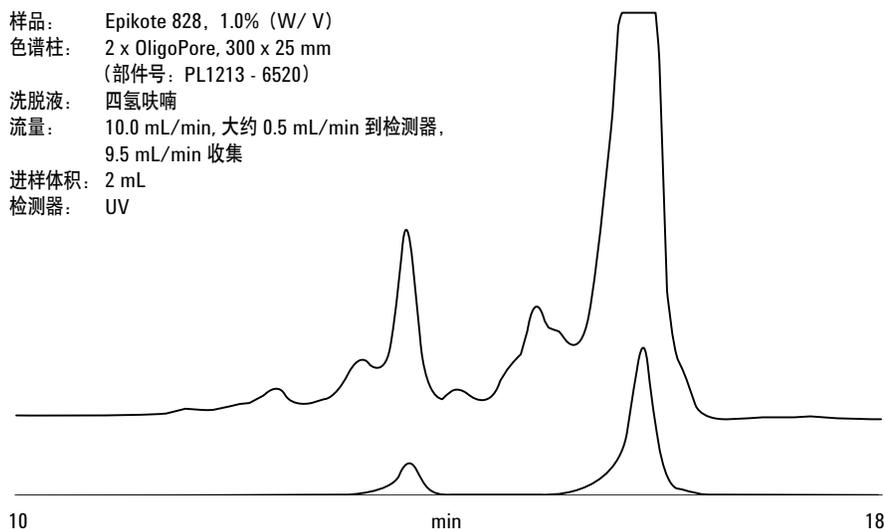


图 19. epikote 828 样品 (上) 和两个分离级分样品 (下) 的色谱图对比，显示通过制备 GPC 色谱柱可以将其中的组分分离出来

## 环氧树脂低聚体的分离

环氧树脂预聚体由低聚体、可聚合的双环氧化合物组成，通过在加入固化剂或者硬化剂固化形成最终产物。该预聚体的形成对控制最终产品的物理性能至关重要。高分离度 GPC 可用于研究环氧树脂预聚体中低聚体的分布以达到配料和质量控制的目的。在研究接近总渗透洗脱的低分子量环氧树脂时，安捷伦蒸发光散射检测器 (ELSD) 是一种不错的选择，因为该检测器没有系统峰，可以获得高灵敏度和相当稳定的基线。此应用使用 OligoPore 色谱柱和 ELSD 检测器对四个不同等级的环氧树脂进行了分析。

图 20 是在 OligoPore 色谱柱上得到的四种不同环氧树脂的色谱图。在 OligoPore 色谱柱上每一个样品中的聚合组分在约 9 分钟时流出，产生一个大的色谱峰，然而，低聚体仍然得到了清晰的分离。具有相同保留时间的色谱峰代表样品中存在的相同的低聚体，然而，可以看出这四个样品中的低聚物分布存在明显差异。

样品： 环氧树脂  
色谱柱： 2 × OligoPore, 300 × 7.5 mm  
(部件号：PL1113 - 6520)  
洗脱液： 四氢呋喃 + 250 ppm BHT  
流量： 1.0 mL/min  
进样体积： 100 μL  
检测器： 安捷伦 ELSD  
(雾化温度 = 40 °C,  
蒸发温度 = 80 °C,  
雾化气流 = 1.0 SLM)

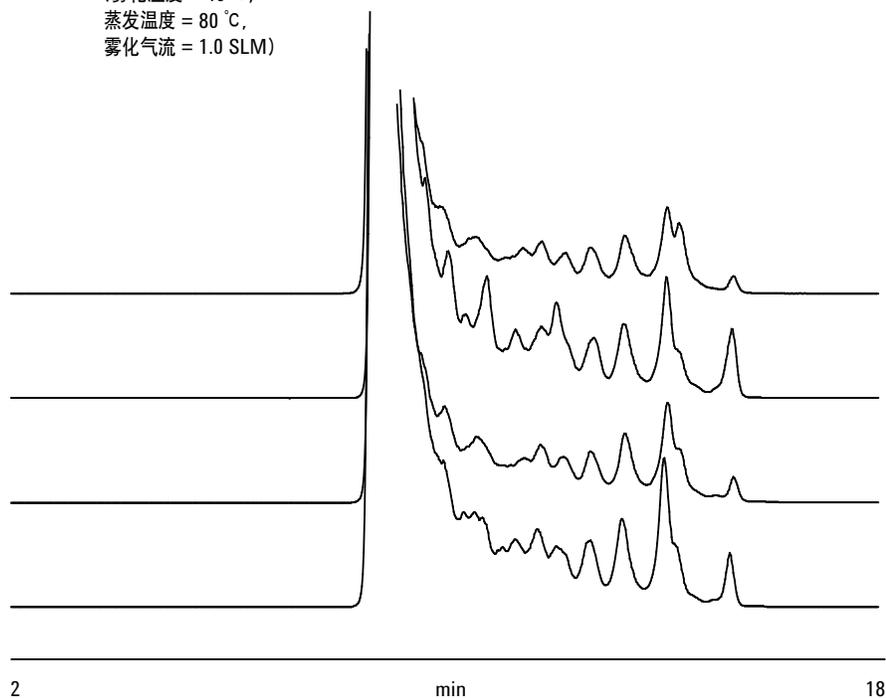


图 20. 环氧树脂样品的色谱图对比，流出的聚合物组分集中于低聚物区

## 高极性树脂的表征

由于对聚合物溶解度的要求越来越高，GPC 洗脱液溶剂的选择也日趋多样化。极性有机溶剂往往是最合适的选择（见表 1）。然而，这些溶剂通常具有较高的粘度，因此，需要在应用中提高温度以改善分离和降低色谱柱操作压力。

GPC 柱填料与各种溶剂的兼容性在现代聚合物系统的高性能分离中显得日益重要。色谱柱的性能不能受溶剂迁移的影响，这就要求柱床填料对溶剂要有很高的化学、物理稳定性。

表 1. 适合不同类型聚合物的洗脱液选择

聚合物类型	溶剂
ABS	DMF
纤维素	DMSO/DMAC
聚丙烯酸酯	DMF/DMAC
聚丙烯腈	DMF
聚环氧乙烷	DMF
聚氨酯	DMF/DMAC
聚乙烯吡咯烷酮	DMF/DMAC

## 中等极性填料

PolarGel 色谱柱中包含的填料是由疏水性和亲水性组分组成的具有极性平衡表面的大孔共聚物小球。由于小球表面的极性介于非极性 PLgel 填料和强极性 PL aquagel-OH 填料之间，PolarGel 是分析不溶于水，但由于其强极性与苯乙烯/二乙烯苯色谱柱有相互作用的强极性聚合物的理想选择。

在典型的有机 GPC 色谱柱上得不到好的分离效果时，使用 PolarGel 色谱柱往往可以获得良好的分离。PolarGel 填料在各种溶剂中的低溶胀性表明了这种填料的稳定性，见图 21。

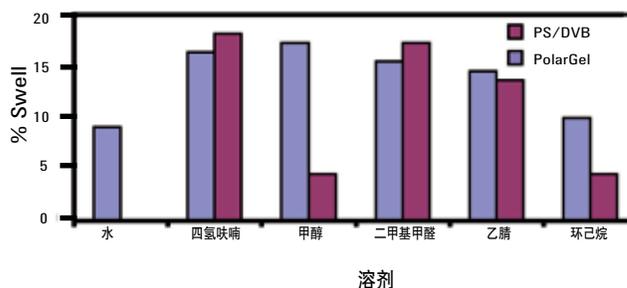
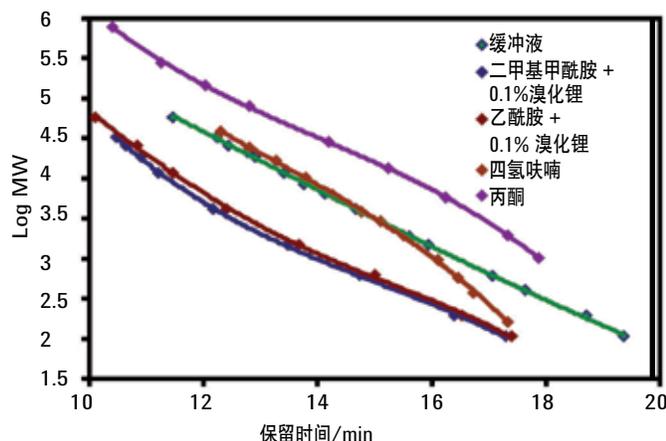


图 21. PolarGel 和 PS/DVB 填料的溶胀数据，显示 PolarGel 的低溶胀特性

## 宽泛的溶剂配伍特性

由于 PolarGel 色谱柱结合了中等表面极性、低溶胀和高机械稳定性等优点，它们可以在很宽的强极性溶剂范围内使用，如水、二甲基甲酰胺 (DMF)、二甲基乙酰胺 (DMAc)、以及相对极性较低的溶剂如四氢呋喃 (THF) 等，见图 22。PolarGel-L 是混合床层的色谱柱，由多种填料组分经精心混合制成，对低分子量化合物有较宽的操作范围，这使它们特别适合分子量 30000 g/mol（水中聚乙二醇/聚氧乙烯）以下的低聚物分析应用。



样品: EasiVial PEG/PEO 和 PMMA 标准样品 (4 mL 样品瓶)  
 色谱柱: 2 x PolarGel-L, 300 x 7.5 mm (部件号: PL1117 - 6830)  
 洗脱液: 水、丙酮、二甲基甲酰胺、乙酰胺、四氢呋喃  
 流量: 1.0 mL/min  
 进样体积: 100  $\mu$ L  
 检测器: 安捷伦 356-LC RI

图 22. PolarGel-L 色谱柱使用不同溶剂得到的校准曲线，显示在不同极性的溶剂中均获得了的近乎线性的校准曲线

## GPC 和 PolarGel-M 分析苯酚-甲醛树脂

苯酚-甲醛 (P-F) 树脂是在苯酚过量，酸催化条件下与甲醛反应制得的一种热塑性材料。酚醛树脂通常用作清漆和其它表面处理产品的前体。

PolarGel-M GPC 色谱柱填料为疏水性和亲水性组分构成的具有极性平衡表面的低溶胀大孔共聚物小球。这使得 PolarGel-M 可用于不溶于水的强极性聚合物的分析，能够更准确地表征聚合物的分子量分布。如果采用传统的苯乙烯/二乙烯苯色谱柱分析这些强极性聚合物，填料与流动相的相互作用会影响峰形及延长保留时间，这将造成测得的平均分子量偏低。

对两种类型的酚醛树脂进行分析，以指示分子量分布的差异。样品溶于 0.2% (W/V) 的二甲基甲酰胺，添加 0.1% 的溴化锂以减少样品聚集，然后直接进样。

色谱图和分子量分布图对比结果如下所示。

色谱柱: 2 x PolarGel-M, 300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1117 - 6800)  
洗脱液: 二甲基甲酰胺和0.1%溴化锂  
流量: 1.0 mL/min  
进样体积: 100  $\mu$ L  
温度: 50°C  
检测器: 安捷伦 PL-GPC 50 Plus  
集成 GPC/SEC系统, RI

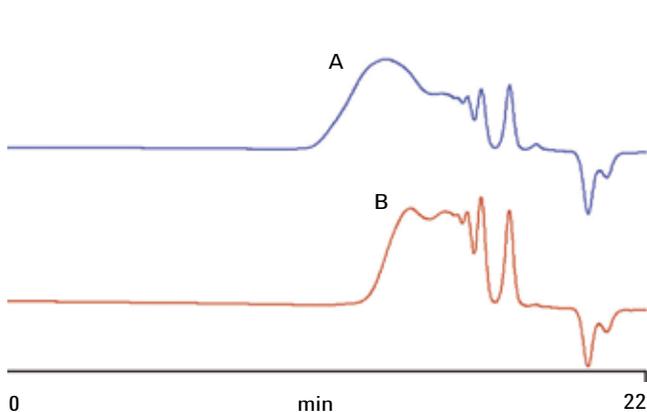


图 23. PolarGel - M 揭示了两种苯酚甲醛树脂的组成具有明显差异

色谱柱: 2 x PolarGel-M, 300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1117 - 6800)  
洗脱液: 二甲基甲酰胺和0.1%溴化锂  
流量: 1.0 mL/min  
进样体积: 100  $\mu$ L  
温度: 50°C  
检测器: 安捷伦 PL-GPC 50 Plus 集成  
GPC/SEC系统, RI

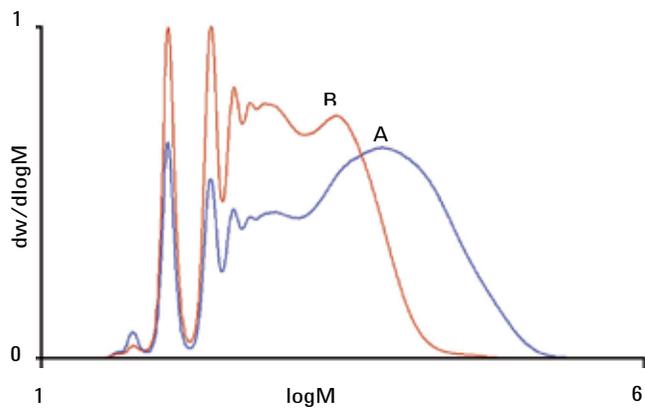


图 24. 两种酚醛树脂的分子量分布图对比，表明两种样品存在同样的低聚物

采用 PolarGel-M 色谱柱进行 GPC 分析可以避免传统有机 (PS/DVB) GPC 色谱柱所面临的分析干扰，能够得到准确的酚醛树脂组分以及分子量分布信息。

## 能够对热塑性酚醛树脂进行准确表征的 GPC 和 PolarGel-M 色谱柱

Novolac 树脂是在酸催化作用下由过量苯酚与甲醛反应制成的一种热塑性材料。Novolacs 通常用作光致抗蚀剂（形成表面图案包被的感光材料）和清漆成份。他们具有较高的热变形温度，一般比普通环氧树脂昂贵。

PolarGel-M GPC 色谱柱填料为疏水性和亲水性组分构成的具有极性平衡表面的低溶胀大孔共聚物小球。这使得 PolarGel-M 可用于对不溶于水的强极性聚合物的分析，能够更准确地表征聚合物的分子量分布。如果采用传统的苯乙烯/二乙烯苯色谱柱分析这些强极性聚合物，填料与流动相的相互作用会影响峰形及延长保留时间，这将造成测得的平均分子量偏低。

对两种 novolac 树脂进行了分析，以指示分子量分布可能存在的差异。样品溶于 0.2% (W/V) 的二甲基亚砜，添加 0.1% 的溴化锂以减少样品聚集，然后直接进样。

图 25 是两种 novolac 树脂的分子量分布图对比。

采用 PolarGel-M 色谱柱进行 GPC 分析可以避免传统有机 (PS / DVB) GPC 色谱柱所面临的分析干扰，能够得到准确的 novolac 树脂组分以及分子量分布信息。

色谱柱: 2 x PolarGel-M, 300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1117 - 6800)  
洗脱液: 二甲基亚砜及 0.1% 溴化锂  
流量: 1.0 mL/min  
进样体积: 100  $\mu$ L  
温度: 50°C  
检测器: 安捷伦 PL-GPC 50 Plus 集成  
GPC/SEC 系统, RI

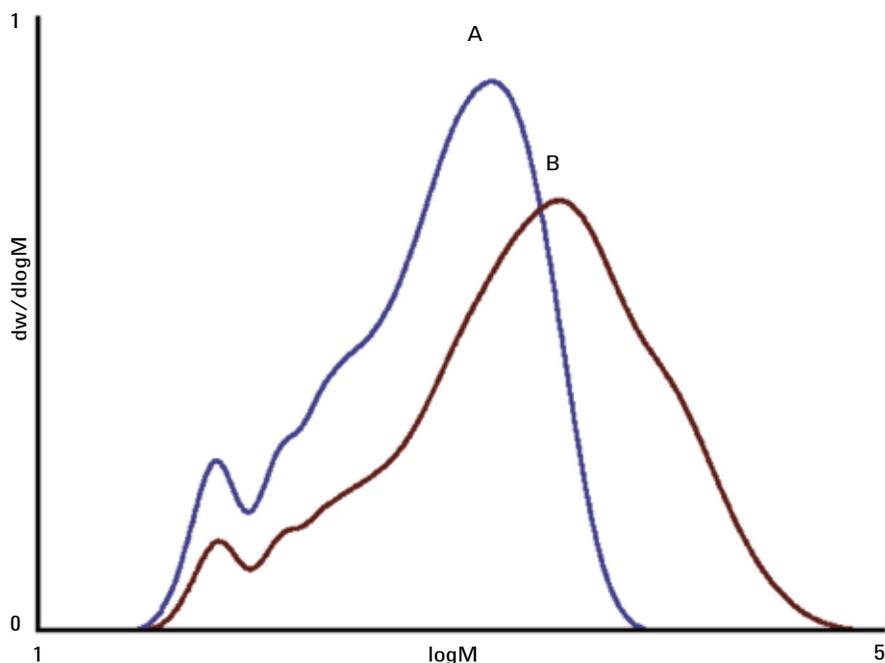


图 25. 两种不同分子量 novolac 树脂的分子量分布图对比

## 在 PL-GPC 50 Plus 上使用 PolarGel-L 色谱柱，通过传统的凝胶渗透色谱法分析三聚氰胺树脂

三聚氰胺树脂是由三聚氰胺与甲醛缩聚而成的耐久性热固性塑料。这是一种极普通的东西，在居室里随处都可以看到，用它们制成的层压刨花板，可以打造物美价廉的家具，以及用于制造厨房餐具和食品包装材料等。三聚氰胺树脂的分子量分布决定了这种聚合物的许多最终性能，从而也决定了它们的用途。三聚氰胺树脂分子量分布的细微差别都是至关重要的。

使用两根 PolarGel-L (300 x 7.5 mm) 色谱柱，以及 PL-GPC 50 Plus 集成 GPC/SEC 系统，采用传统的凝胶渗透色谱法对两个三聚氰胺样品的分子量分布进行了研究。在含 0.1% 溴化锂的极性有机溶剂二甲基乙酰胺 (DMAc) 中对样品进行了分析。

样品：两个三聚氰胺树脂样品  
色谱柱：2 x PolarGel-L, 300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1117 - 6830)  
洗脱液：二甲基亚砜及0.1%溴化锂  
流量：1.0 mL/min  
进样体积：100  $\mu$ L  
温度：50°C  
检测器：安捷伦 PL-GPC 50 Plus 集成 GPC/SEC系统, RI

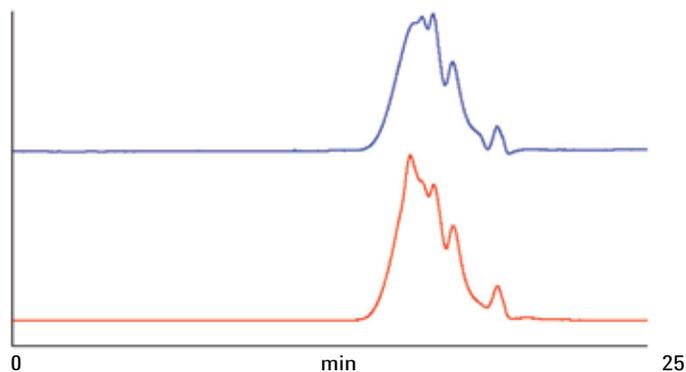


图 26. 两个三聚氰胺树脂样品的色谱图具有明显差异

样品：两个三聚氰胺树脂样品  
色谱柱：2 x PolarGel-L, 300 x 7.5 mm  
(部件号: PL1117 - 6830)  
洗脱液：二甲基亚砜及0.1%溴化锂  
流量：1.0 mL/min  
进样体积：100  $\mu$ L  
温度：50°C  
检测器：安捷伦 PL-GPC 50 Plus 集成 GPC/SEC系统, RI

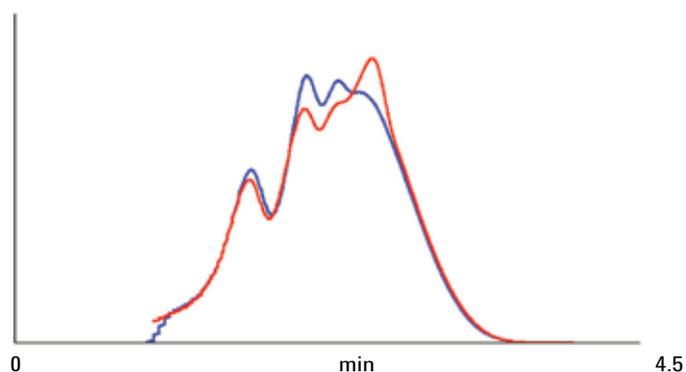


图 27. 两个三聚氰胺树脂样品分子量分布图对比，突出了分子量分布的不同

在 PL-GPC 50 Plus 上采用常规凝胶渗透色谱法分析两个三聚氰胺树脂样品，分析结果清楚地显示分子量分布有很大的不同，其中存在不同比例的多种低聚物。

PL-GPC50 Plus 与两根 PolarGel-L 色谱柱配合，成功地分析了两个三聚氰胺树脂样品，结果表明样品之间具有明显差异。PolarGel-L 色谱柱非常适合在强极性溶剂中操作。

## 树脂分析

树脂有天然树脂和人造树脂，固态和半固态聚合物树脂等复杂类型，因此没有一个单一方法能够对所有的类型进行分析。为了克服这个困难，安捷伦打造了一系列色谱、核磁共振和光谱仪器产品，用于对此类化合物进行研究。安捷伦的仪器和耗材可用于分析树脂的特性和组成。

### GC

为了筛选或进行合成树脂的指纹研究，安捷伦提供了包括 DB-5ht、FactorFour VF-5ht、DB-2887 以及 CP-SimDist Ultimet 等一系列高温气相色谱柱。这些色谱柱非常适合使用顶空进样的树脂分析。为了最大限度地延长色谱柱在高温条件下的使用寿命，建议使用安捷伦气体清洁过滤器，以减少载气中的氧气和水分含量。

### GC/MS

食品变质或掺假威胁食品安全的问题已被关注多年。最近，公众开始关注食品包装塑料释放出的半挥发性化合物的危害。这些通过加热会以气体形式释出的化合物，如邻苯二甲酸酯等，可以采用顶空 GC/MS 方法进行检测，色谱柱采用 VF-5ms 或 VF-624ms，质谱系统采用安捷伦离子阱质谱仪。然而，如果降低塑料包装内气体的氧含量，塑料包装能够改善食品的保存质量。监测氧含量可以直接使用 CP-Molsieve 色谱柱。评估二氧化碳和水分可尝试使用安捷伦的 CP-PoraPLOT 色谱柱。

### LC/MS

添加剂广泛用于提高聚合物树脂的使用性能。添加剂分析主要是定性鉴别、潜在污染物筛选（非靶向分析），以及复杂基质中添加剂浓度的可靠、准确定量测定等。在单次分析中提供上述所有信息，非常具有挑战性。安捷伦 500 LC 离子阱质谱是此类分析的理想选择，仪器的灵敏度、可靠性和分析效率都能满足分析要求。500-MS 可以可靠地检测和定量复杂基质中的添加剂和非目标污染物。

### FT-IR

对于大多数天然和合成树脂，安捷伦 FT-IR 都是鉴定已知和未知化合物的有价值的分析工具，还可以作为 QA/QC 工具用于合成树脂的生产过程和后期质检。它可用于液体样品（如生产过程中的粘性状态）和最终凝固样品的成分分析。根据不同的树脂类型，甚至可以使用 ATR-FT-IR 研究树脂的“实时”硬化过程（在不同条件下的固化过程）。安捷伦 670-IR FT-IR 快速扫描光谱仪是研究这些动力学过程的最佳选择。对于大多数“碱性”树脂的分析，推荐使用带有 PIKE Diamond MIRacle ATR 的 640-IR 或 660-IR，便于在较宽的溶剂和 pH 范围内制备样品。

### HPLC

PLRP-S 300Å 色谱柱通过反相 HPLC 分析得到环氧树脂低聚体的指纹图谱。可以在任何一套安捷伦 1200 Infinity 系列 HPLC 仪器上使用这些色谱柱。所有 1200 系列色谱仪均完全集成，经过预先配置和预先测试，易于定制、安装和使用，旨在让您快速启动和运行仪器。

### NMR

如果您分析的样品物理性质不均一，如不可过滤的固相合成树脂，那么带有 NanoProbe 微量探头的安捷伦核磁共振仪就是最好的选择。微量探头结合了液体探头的“高分辨率”和固体探头“魔角自旋”两方面的优势。在新的安捷伦核磁共振系统上使用微量探头，提供了无与伦比的使用灵活性，这是一种新的技术设计。

### UV-Vis

紫外可见光谱是分析包括牙科矫形用复合树脂在内的许多聚合物的重要工具。安捷伦 Cary 系列 UV-Vis-NIR 紫外可见近红外光谱仪已成为不断发展光谱光度测量技术的研究人员的标准工具。该仪器与常规实验室里的其它分析仪器一样，具有至关重要的可靠性和易用性。

了解安捷伦如何帮助您提高树脂分析水平

安捷伦 GPC/SEC 产品:

[www.agilent.com/chem/gpcsec:cn](http://www.agilent.com/chem/gpcsec:cn)

在线购买:

[www.agilent.com/chem/store:cn](http://www.agilent.com/chem/store:cn)

查找当地的安捷伦客户中心:

[www.agilent.com/chem/contactus:cn](http://www.agilent.com/chem/contactus:cn)

安捷伦客户服务中心:

免费专线: 800-820-3278

400-820-3278 (手机用户)

联系我们: [customer-cn@agilent.com](mailto:customer-cn@agilent.com)

在线询价: [www.agilent.com/chem/quote:cn](http://www.agilent.com/chem/quote:cn)



本文中的信息、说明和指标如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2010  
2010年10月21日, 中国出版  
5990-6845CHCN