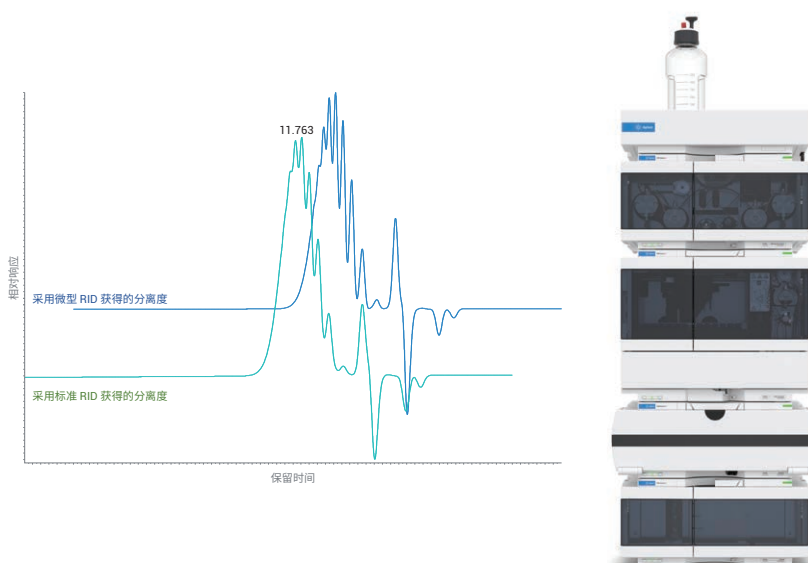


Agilent 1290 Infinity II 微型 RID 助您 改善 GPC 分析

最高通量、最少溶剂消耗、最佳分离度



作者

Edgar Naegele
安捷伦科技有限公司

摘要

本应用简报介绍了使用配备 Agilent 1290 Infinity II 微型示差折光检测器 (RID) 的 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱系统进行 GPC 分析的优势。微型 RID 可以使用内径较窄的 GPC 色谱柱, 例如 4.6 mm 和 2.1 mm。同时, 该系统还可以运行常用的 7.5 mm 内径色谱柱, 使用窄内径色谱柱可以提供更高的分离度和更快的分离速度, 并能减少溶剂消耗, 同时实现与传统 GPC 方法相当甚至更出色的聚合物分离性能。

前言

常用的 GPC 标准方法是基于大内径 (id) 的长色谱柱 (例如 75 mm) 在较高的流速 (例如 1 mL/min 及以上) 下进行分离。因此, 该方法需要消耗大量的昂贵溶剂 (如 THF)。为了克服这一缺点, 现代 GPC 方法采用长度一致但内径较窄 (4.6 mm 甚至是 2.1 mm) 的色谱柱, 此类色谱柱可以在较低的流速下运行。为获得精确的流速, 需要使用现代 UHPLC 泵。这些泵能够在极高的压力下工作, 这对硅胶基材料的色谱柱固定相而言非常有用, 可以实现多根色谱柱的联用。现代化 GPC 固定相材料还能适应较高的流速。为了保持分离度, 需要使用流通池死体积极低的检测器。

本应用简报介绍了采用 1290 Infinity II 液相色谱系统进行 GPC 分析的优势。功能强大的 Agilent 1290 Infinity II 高速泵可提供极低的流速, 以及准确测定分子量所需的极高精度。微型 RID 能够与内径低至 2.1 mm 的窄径 GPC 色谱柱配合使用, 同时保持极高的分离度。与使用相同系统配置的传统 GPC 方法相比, 这种组合能够实现相当甚至更出色的分离性能, 获得更好的分离度、更快的分析速度, 并减少溶剂消耗。

实验部分

Agilent 1290 Infinity II GPC/SEC 系统

- Agilent 1290 Infinity II 高速泵 (G7120A)
- Agilent 1290 Infinity II 样品瓶进样器 (G7129B)
- Agilent 1260 Infinity II 大容量柱温箱 (MCT) (G7116A)
- Agilent 1290 Infinity II 微型 RID (G7162B) 或
- Agilent 1260 Infinity II RID (G7162A)

软件

- Agilent OpenLab v2.3 和 GPC 附加软件 (G7860AA)

方法

参数	值
溶剂	THF, 等度, 通道 B
流速	0.06、0.3、0.6 和 1.0 mL/min
停止时间	22、11 或 7 min
柱温	35 °C, 2 个串联色谱柱与 75 µm 毛细管 (长 105 mm) 连接
进样量	20 µL 和 4 µL
RID	光学元件温度: 35 °C 数据采集速率: 18 Hz 信号极性: 正

色谱柱

- Agilent PLgel MiniMixE, 250 × 4.6 mm, 3 µm (PL1510-5300)
- Agilent PLgel MixedE, 300 × 7.5 mm, 3 µm (PL1110-6300)
- Agilent InfinityLab OligoPore, 250 × 2.1 mm (PL1913-5520)

校准

Agilent EasiVial, PS-L 2 mL (PL2010-0401):

- **红色样品瓶** (Mp: 47190、9960、2980 和 580 g/mol)
- **绿色样品瓶** (Mp: 30230、7640、1840 和 370 g/mol)
- **黄色样品瓶** (Mp: 18340、4900、935 和 162 g/mol)

样品

- 聚苯乙烯 580
- 聚苯乙烯 1320
- 环氧树脂 (Epikote)

化学品和溶剂

- 四氢呋喃 (THF) ≥ 99.9% (无抑制剂), 用于 HPLC 的 CHROMASOLV Plus (Honeywell Riedel-de Haën, Seelze, Germany)

结果与讨论

在初始实验中，使用常用的标准 GPC/SEC 色谱柱 (7.5 × 300 mm)，在 1 mL/min 的流速下，分别通过微型 RID 和标准 RID 对一组聚苯乙烯校准样品进行了测量。在微型 RID 上获得的一种校准混合物（含低分子量校准化合物的红色带盖样品瓶，参见“实验部分”）的分离结果如图 1 所示。色谱图清晰地显示了所有组分的分离情况，其中低分子量组分部分分离，还显示了所包含的聚苯乙烯低聚物。使用标准 RID 获得了相同的结果（数据未展示）。微型 RID 和标准 RID 的区别在于池体积不同，分别为 2 μL 和 8 μL 。在常用的标准 GPC/SEC 分析条件（大内径色谱柱和高流速）下，此差异不会对分离度造成影响。为了证明两种检测器的结果相同，对小分子聚苯乙烯 (Mp 1320) 的分子量 (Mp、Mn、Mw 和 PD) 进行了测定 (图 2)。从图中可以看出，两种检测器的分离度相同，获得的分子量信息相当。

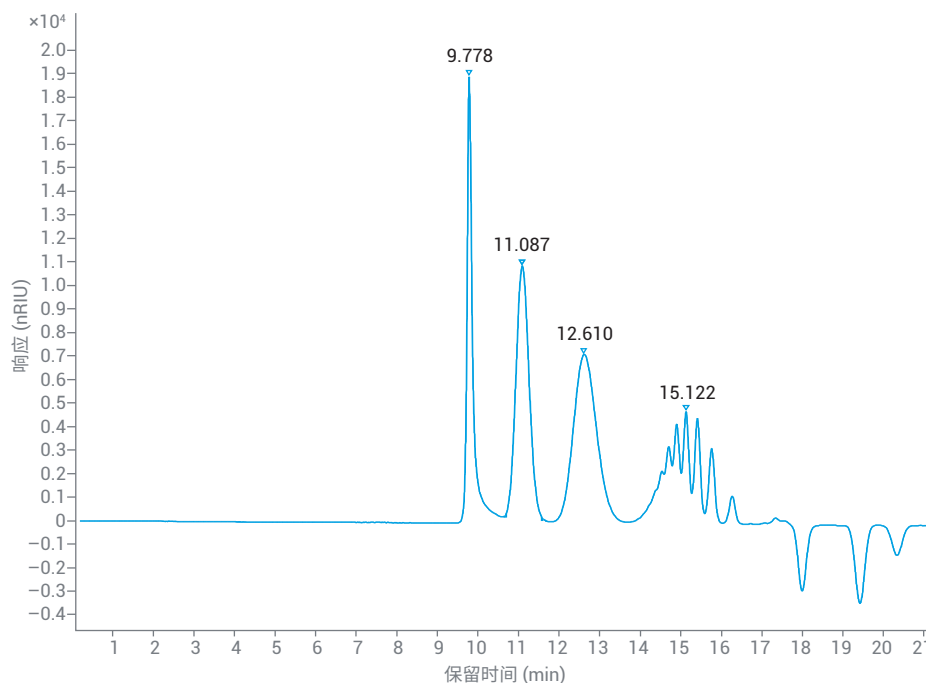


图 1. 采用 Agilent PLgel 色谱柱（两根 300 × 7.5 mm，3 μm ），在 THF 流速为 1 mL/min 的条件下，对低分子量聚苯乙烯混合物（含低分子量校准化合物的红色带盖样品瓶，参见“实验部分”）进行分离，并通过 Agilent 1290 Infinity II 微型 RID 对其进行检测

结果集	RT (min)	Mp (g/mol)	Mn (g/mol)	Mw (g/mol)	PD
GPC-标准-RID	13.805	1314	1048	1265	1.21
GPC-微型-RID	13.740	1345	1065	1254	1.18

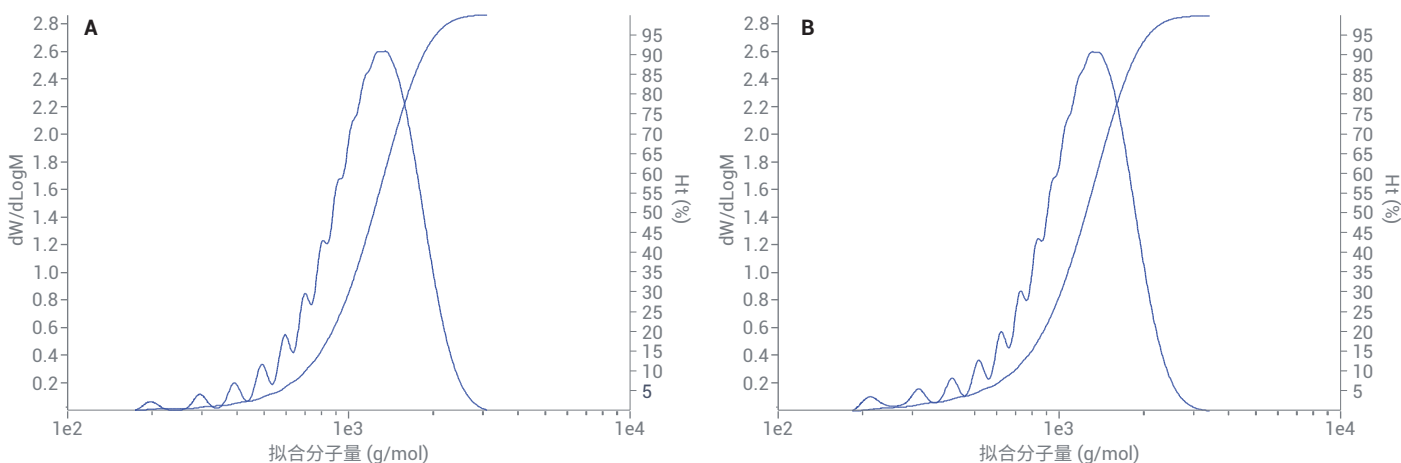


图 2. 使用 Agilent 1290 Infinity II 微型 RID (A) 和 Agilent 1260 Infinity II 标准 RID (B)，通过 Agilent PLgel 色谱柱（两根 300 × 7.5 mm，3 μm ），在 THF 流速为 1 mL/min 的条件下对低分子量聚苯乙烯进行分子量测定获得的结果 (Mn: 数均分子量, Mw: 重均分子量, Mp: 峰顶分子量, PD: 多分散指数)

使用常用的 GPC/SEC 标准条件的缺点是，1 mL/min 或者更高的流速会相应地消耗大量的溶剂。在此高流速下会产生大量的有害溶剂废液，从而导致更高的溶剂和废液处置成本。为了克服这一缺点，使用 4.6 mm 内径色谱柱在不同的流速下进行了实验，以证明结果的可比性。根据标准条件计算初始流速，从而获得与校准标准相当的保留时间。然后增大流速以提高通量。

图 3 显示了不同流速下使用微型 RID 在更低的溶剂消耗或更高的通量条件下所获得的结果的比较。例如，当 4.6 mm 内径色谱柱上的流速为 0.3 mL/min 时，其运行时间与所列标准条件下观察到的运行时间相同。校准混合物（含低分子量校准化合物的红色带盖样品瓶，参见“实验部分”）中低分子量化合物的分离度相同（图 3A1 和 3A2）。为提高通量，将流速增大至 0.6 mL/min（图 3B1 和 3B2）和

1.0 mL/min（图 3C1 和 3C2）。流速增大至 0.6 mL/min 后，通量为初始条件的 2 倍，低分子量组分的分离度与初始条件相同。流速进一步增大至 1 mL/min 后，通量约为初始条件的 3 倍。低分子量组分的分离度仍较出色，但分子量较高的化合物（保留时间较短，图 3C1 和 3C2）的分离度略有降低。与 7.5 mm 内径色谱柱上的标准条件相比，所有情况下每个样品的溶剂消耗量均减少至约 30%（表 1）。

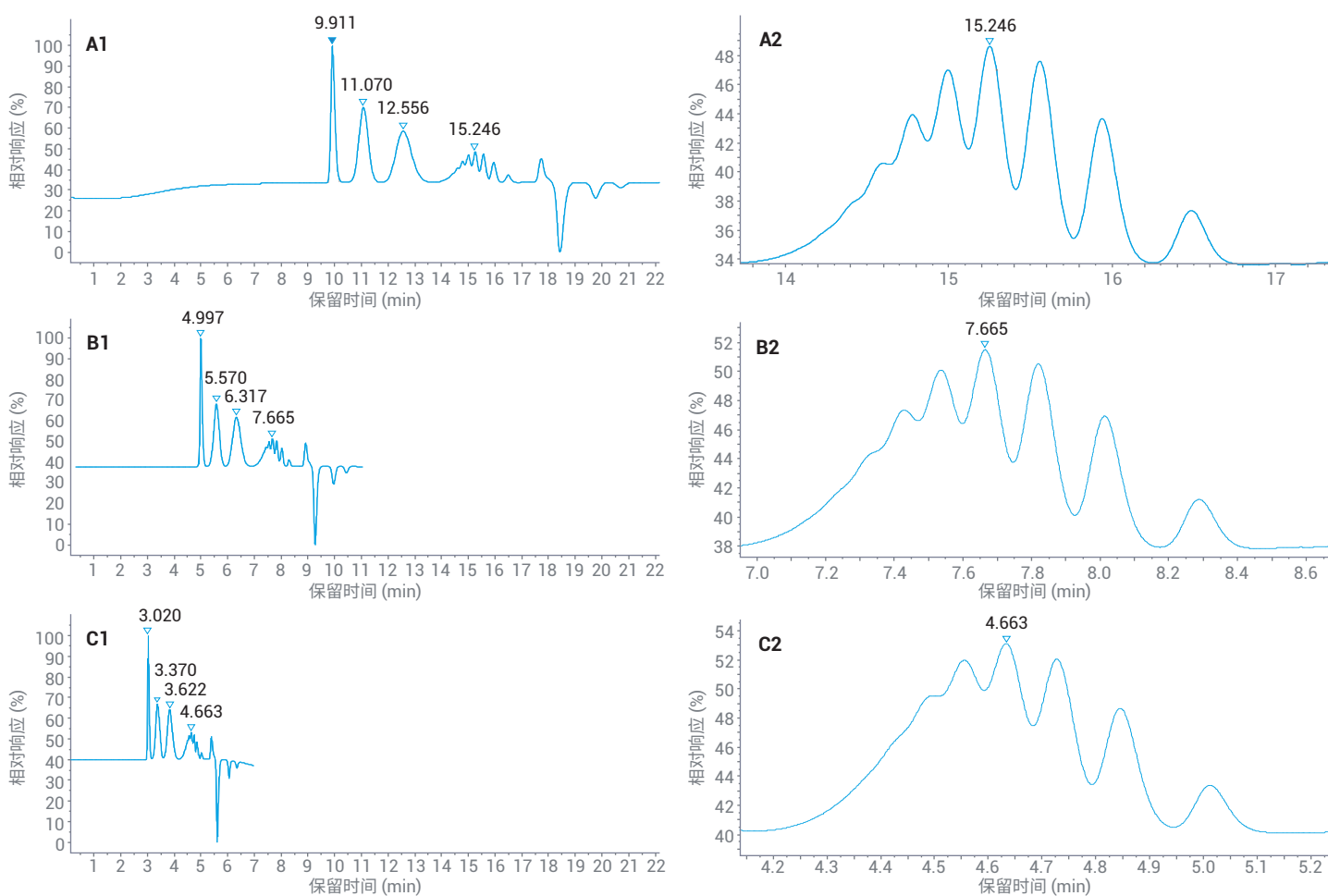


图 3. 低分子量聚苯乙烯混合物的分离结果比较，使用 Agilent PLgel 色谱柱（两根 250 × 4.6 mm，3 μm）在不同的流速 ((A) 0.3 mL/min THF, (B) 0.6 mL/min THF, (C) 1.0 mL/min THF) 下进行分离，使用 Agilent 1290 Infinity II 微型 RID 进行检测

为证明在不同流速下可获得相同的分子量结果，对环氧树脂的分子量（Mp、Mw、Mn 和 PD）进行了测定（图 4）。分子量分布（图 4A、4B 和 4C）均表现出良好的分离度，在最高流速下，较大的低聚物发生了一定程度的降解。然而，计算得到的分子量结果几乎相同（图 4 中的表格）。

表 1. 与标准方法相比*，窄内径色谱柱（两根 250 × 4.6 mm，流速 0.3 mL/min、0.6 mL/min 和 1.0 mL/min）上每个样品的溶剂消耗量和方法样品通量

流速 (mL/min)	运行时间 (min)	每个样品的溶剂消耗量 (%)*	样品通量倍数*
0.3	22	30.0	1
0.6	11	30.0	2
1.0	7	31.8	3

* 与标准方法（流速 1 mL/min，运行时间 22 分钟，如图 1 所示）的比较结果

流速 (mL/min)	RT (min)	Mp (g/mol)	Mn (g/mol)	Mw (g/mol)	PD
0.3	11.678	7261	2614	6415	2.45
0.6	5.876	7278	2638	6340	2.40
1.0	3.544	7297	2606	6238	2.39

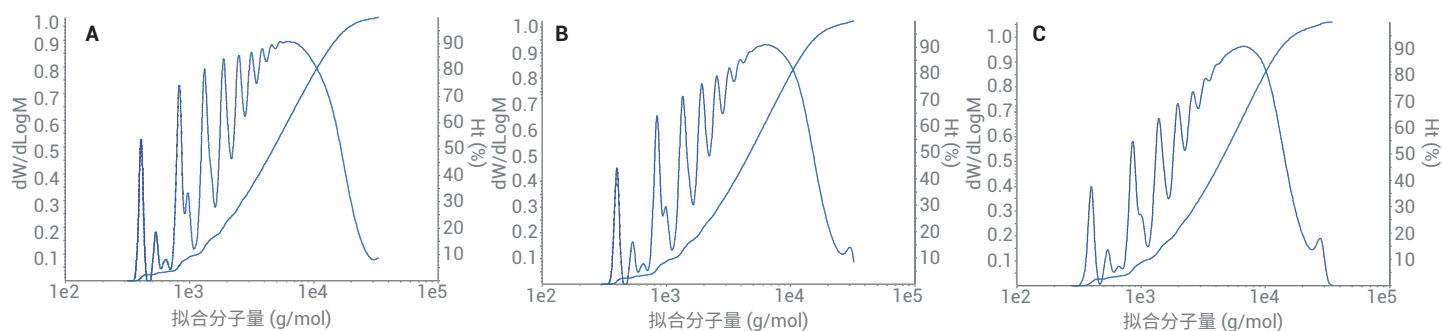


图 4. 一种环氧树脂的分子量结果比较，使用 Agilent PLgel 色谱柱（两根 250 × 4.6 mm，3 μm）在不同的流速（(A) 0.3 mL/min THF，(B) 0.6 mL/min THF，(C) 1.0 mL/min THF）下进行分离，使用 Agilent 1290 Infinity II 微型 RID 进行检测（Mn：数均分子量，Mw：重均分子量，Mp：峰顶分子量，PD：多分散指数）

1290 Infinity II GPC/SEC 系统中使用的微型 RID，使系统能够使用内径为 2.1 mm 的窄径 GPC/SEC 色谱柱，从而实现微量级分析。根据之前所示的 4.6 mm 内径色谱柱的流速计算得到 2.1 mm 内径色谱柱的流速为 60 $\mu\text{L}/\text{min}$ 。1290 Infinity II 高速泵能够实现所需的流速准确度，从而保持与大内径色谱柱相当的保留时间。与标准 RID (8 μL) 相比，微型 RID (2 μL) 流通池的另一个优势在于扩散体积小，能够为低分子量低聚物提供更高的分离度 (图 5)。

结论

本应用简报展示了使用配备 Agilent 1290 Infinity II 微型 RID 的 Agilent 1290 Infinity II GPC/SEC 系统进行传统 GPC 方法和微量 GPC 方法分析。结果表明，在常用的 GPC 标准条件下使用大内径色谱柱在高流速条件下获得的聚合物混合物分离结果，与使用标准 RID 获得的分离结果相当。此外，还可以使用内径更小的色谱柱以降低每个样品的溶剂消耗量，并提高样品通量。窄径色谱柱的应用使研究人员能够在微升范围以及极低的流速下使用微量 GPC 方法，并通过 1290 Infinity II 微型 RID 获得一致的分子量结果和更高的分离度。

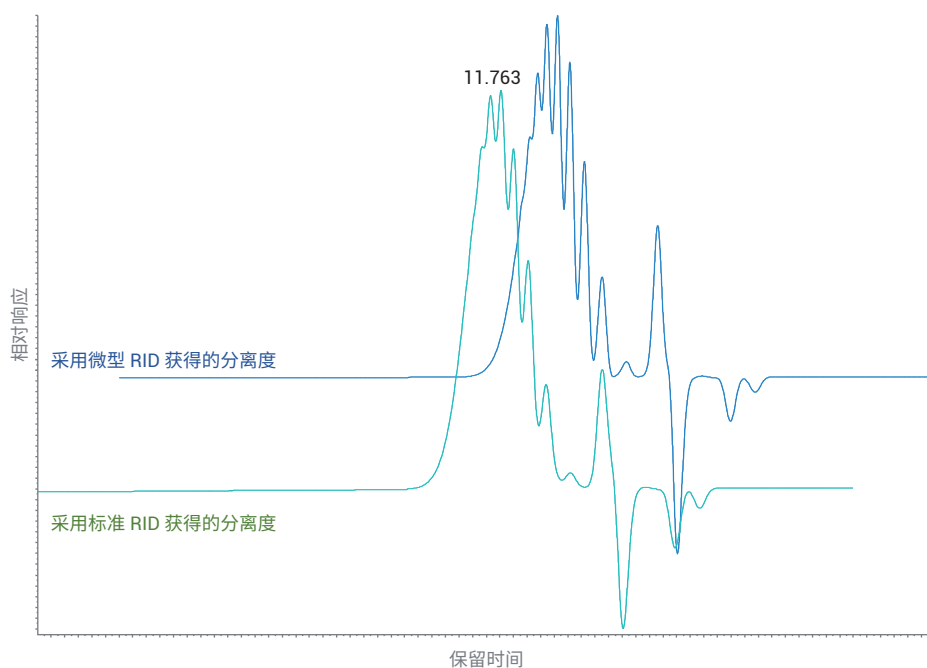


图 5. 标准 RID 与微型 RID 对低分子量 PS 580 (两根 Agilent OligoPore 色谱柱, 250 × 2.1 mm, 60 $\mu\text{L}/\text{min}$ 流速) 的分离度比较。由于谱图采用叠加显示, 因此未显示保留时间刻度值

www.agilent.com

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, 2019
2019 年 8 月 1 日, 中国出版
5994-1089ZHCN

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn

 **Agilent**
Trusted Answers