



使用凝胶渗透色谱法分析 TCB 中的聚苯乙烯和聚乙烯校准品

技术综述

前言

使用常规的凝胶渗透色谱法 (GPC) 进行聚合物分子量分布的分析, 需要保留时间和由一系列标准品绘制而成的分子量校准曲线。

在三氯苯 (TCB) 中添加聚苯乙烯或聚乙烯标准品可用于高温下常规 GPC 分析 TCB 中聚烯烃的应用。窄分子量分布的聚苯乙烯标准品经过适当的 Mark-Houwink 参数处理, 即可得到聚烯烃的等价分子量。

本实验对比了在 160 °C 时聚烯烃分析典型条件下, TCB 中聚苯乙烯和聚乙烯标准品的校准曲线。

图 1 是聚苯乙烯和聚乙烯标准品校准曲线重叠图, 拟合得到三阶多项式。窄分子量分布的聚苯乙烯标准品的分子量可达 7000000 道尔顿, 且在整个校正范围内呈线性。

条件

样品	安捷伦聚苯乙烯和聚乙烯校准品
色谱柱	3 × Agilent PLgel 10 μm MIXED-B, 7.5 × 3005 mm (部件号 PL 1110-6100)
淋洗液	TCB + 0.0125% BHT
流速	1.0 mL/min
进样体积	200 μL
温度	160 °C
检测器	RI 检测器, Agilent PL-BV400HT 黏度计
系统	Agilent PL-GPC 220

窄分子量分布的聚乙烯标准品分子量可达到 120000 道尔顿, 但在整个校正范围内不呈线性。在低分子量范围, 曲线的斜率明显减小。



Agilent Technologies

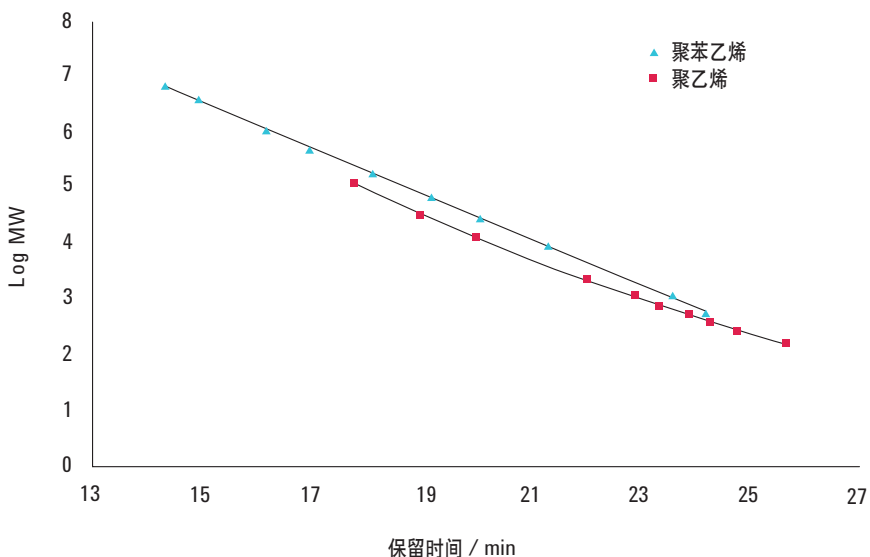


图 1. 采用 Agilent PLgel 10 μm MIXED-B 色谱柱的三柱联用, 160 $^{\circ}\text{C}$ 时 TCB 中窄分子量分布的聚苯乙烯和聚乙烯标准品的校准曲线的对比图

GPC 是按照溶液中聚合物分子量大小, 或由固有黏度 $[\eta]$ 和分子量共同定义的流体力学体积的函数进行聚合物分离的。以 $\log (M^*[\eta])$ 作为保留时间的函数, 基于溶液中分子量大小可得到通用校准曲线, 结果适用于所有聚合物。使用在线黏度计可推导出聚苯乙烯和聚乙烯标准品的通用校准曲线。若没有使用黏度计, 当 K 和 α 已知时, 也可采用 Mark-Houwink 方程式进行校正。对于聚乙烯, K 和 α 参数:

$$[\eta] = KM^{\alpha}$$

IUPAC 推荐如下:

$$\text{TCB 中聚苯乙烯} - K = 12.1 \times 10^{-5} \text{ dL/g}$$

$$\alpha = 0.707$$

$$\text{TCB 中聚乙烯} - K = 40.6 \times 10^{-5} \text{ dL/g}$$

$$\alpha = 0.725$$

图 2 显示了用于两组窄分子量分布标准品的通用校准曲线。聚苯乙烯和较高分子量的聚乙烯标准品均落在线性校准曲线上, 表明两者均符合通用校准曲线。但低分子量的聚乙烯标准品不符合 TCB 中的通用校准曲线, 其分离不仅仅依据体积排阻。这就解释了 TCB 中聚苯乙烯和聚乙烯标准品所得的常规校准曲线存在差异的现象。

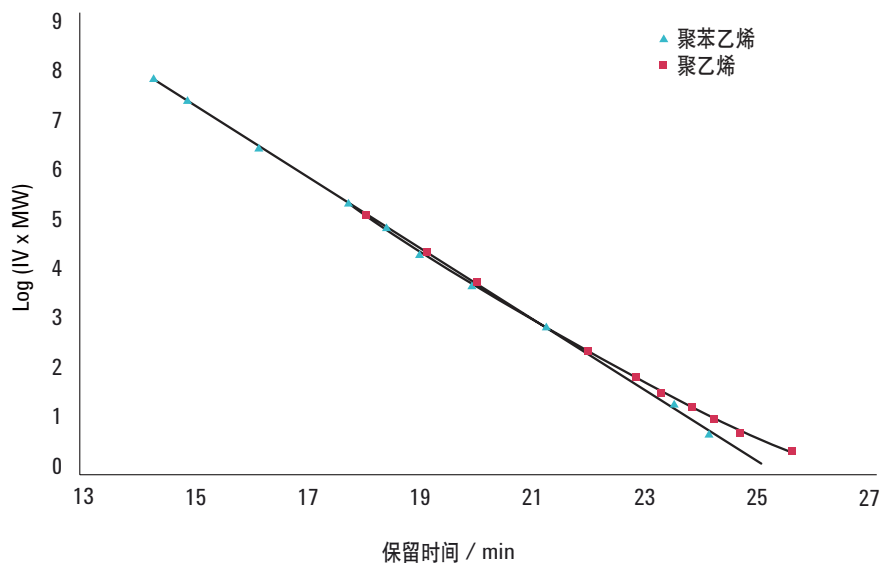


图 2. 通用校准曲线用于窄分子量分布的聚苯乙烯和聚乙烯标准品

安捷伦 GPC/SEC 色谱柱和校准物

安捷伦推出一套完整系列的 GPC/SEC 色谱柱和校准品，可基于溶液中分子的大小实现高效分离。安捷伦提供使用 GPC/SEC 对聚合。

浏览安捷伦资料库 www.agilent.com/chem/gpc-sec，从中您可以获得全面的应用报告和技术综述，从而帮助您获得安捷伦 GPC/SEC 色谱柱及设备的最佳信息。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本材料中可能出现的错误，或由于提供及使用本材料所造成直接或间接的损失概不负责。

本出版物所含信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2011

2011年6月17日中国印刷

5990-8425CHCN



Agilent Technologies