

应用纪要

使用体积排阻色谱快速/高分离度分离低分子量聚苯乙烯-四氢呋喃溶液并进行在线馏分收集

Jennifer Gough

Waters Corporation

这是一份应用简报，不包含详细的实验部分。

摘要

本应用简报展示了如何应用快速/高分离度的体积排阻色谱，将低分子量聚合物溶液分离成分离度良好的离散分子量馏分，并进行在线馏分收集供进一步分析使用。

优势

使用配备沃特世分析型馏分收集管理器(WFM-A)的超高效聚合物色谱(APC)，快速、直观地对聚合物溶液进行体积排阻色谱分离和馏分收集。

简介

数十年来，体积排阻色谱(SEC)一直是表征聚合物分子量的标准分析工具。聚合物的分子量分布有助于我们预测过程监控和最终产品的聚合物性能¹。通过收集不同分子量的SEC馏分，随后使用先进检测器进一步深入分析，解析聚合物的化学和结构信息，这种方法对于监测中间样品和制剂变化极有帮助。

由于典型的SEC分析时间长达45分钟，加上馏分收集器的设置比较复杂，要想及时响应中间样品和产物的变化，难度很大。鉴于以上分析挑战，人们对“简化工作流程”寄予厚望。使用配备沃特世分析型馏分收集管理器(WFM-A)的超高效聚合物色谱(APC)，快速、直观地对聚合物溶液进行体积排阻色谱分离和馏分收集。

本技术简报描述了使用配备沃特世分析型馏分收集管理器(WFM-A)的沃特世超高效聚合物色谱(APC)系统²开发的一种只需简单操作即可完成馏分收集的快速SEC方法³。该方法的分析时间不到10分钟，并且可以收集窄峰馏分，能够有效简化过程监测流程，尤其是在需要从多份样品中收集同一馏分的情况下。分析时间缩短有助于分析人员更快识别出不合格产品，而且仅10 min的分析时间使得工作流程更加高效。

实验

液相色谱条件	
液相色谱系统:	APC
流动相:	四氢呋喃 (不含稳定剂)
流速:	0.8 mL/min
样品温度:	20 °C
样品:	ACQUITY APC校准标准品 (部件号: 186007539)
样品浓度:	3 mg/mL (溶于流动相)
色谱柱:	ACQUITY APC XT 45Å, 1.7 µm, 4.6 mm x 150 mm (部件号: 186006995)
柱温:	40 °C
检测器1:	PDA
检测器2:	WFM-A (将PEEK更换为PTFE管路)
WFM-A温度:	10 °C
延迟圈延迟:	165.7 µL (流量为0.5-1 mL) (部件号: 205001419)
软件:	Empower 3 CDS

表1.仪器条件。

结果与讨论

本例使用校准套件中的一瓶低分子量聚苯乙烯标准品，演示了仅需10 min的SEC分析以及精简的WFM-A馏分收集工作流程。工作流程的第一步是SEC分析，使用表1所示的参数测定样品，获取峰保留时间。

第二步是根据峰保留时间设置馏分收集时间。使用Empower CDS软件通过峰洗脱时间（如图1所示）计算SEC分子量。

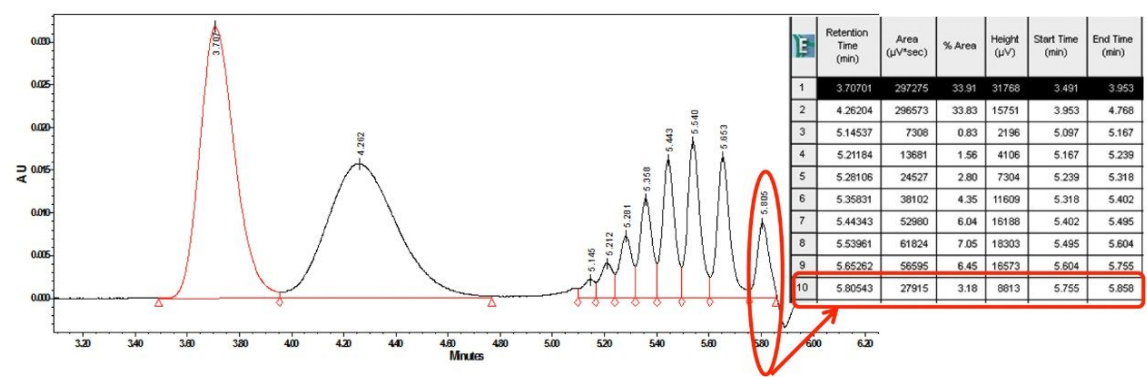


图1.低分子量聚苯乙烯的APC分析。

将第一次SEC分析得到的峰洗脱时间（图1）输入WFM-A收集表，WFM-A软件将模拟收集过程（图2）。如果模拟结果满足实验要求，WFM-A将收集下一次SEC分析的馏分。重复运行上述分析，直到每个馏分样品瓶收集到所需体积的馏分。

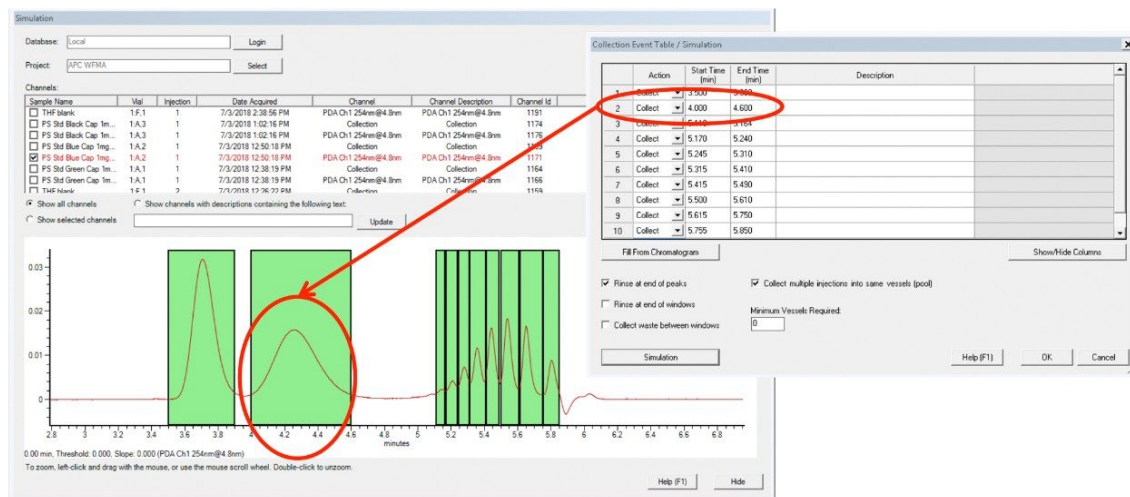


图2.WFM-A模拟馏分收集。

在本实验中，用同一样品瓶三次收集分离液。基于色谱峰中最长的保留时间窗（图2）和样品瓶最大容量(2 mL)确定最大馏分收集体积（公式1）。

$$\text{公式1.} [(4.6-4.0 \text{ min}) 1 \text{ mL/min}] 3 = 1.8 \text{ mL}$$

将WFM-A收集瓶放入样品管理器，重复进行SEC分析以确认不同分子量的馏分能否成功分离（图3）。在此次实验中，低分子量范围内的峰未实现基线分离，未分离峰无法生成只含单一分子量物质的馏分，994 Da~266 Da范围内多种馏分的重叠谱图证实了这一点（如图3所示）。如果需要更高纯的单一馏分，可以对每个馏分样品再次进行SEC分析和馏分收集。

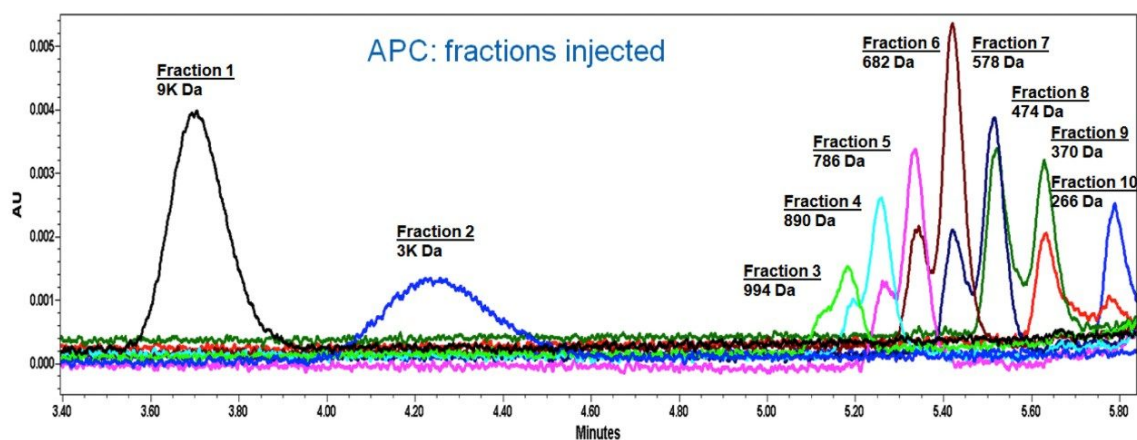


图3.各个馏分收集瓶样品的APC分析。

结论

使用在线连接WFM-A的APC系统可以快速、精确地完成聚苯乙烯标准品的SEC分析并收集窄峰馏分。

参考资料

1. L. Ślusarski *et al.* Importance of the Surface Layer for Polymer Materials. Solid State Phenomena, 94:305-308, 2003.
2. 在线Waters APC系统
3. 在线Waters WFM-A

特色产品

ACQUITY超高效聚合物色谱系统 <<https://www.waters.com/134724426>>

沃特世分析型馏分收集管理器 <<https://www.waters.com/134782878>>

Empower 3色谱数据软件 <<https://www.waters.com/10190669>>

720006443ZH, 2018年12月

©2019 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[使用条款](#) [隐私](#) [商标](#) [网站地图](#) [招聘](#) [Cookie](#) [Cookie](#) [设置](#)

沪 ICP 备06003546号-2

京公网安备 31011502007476号