

Advanced Polymer Chromatography (APC)™系统分析二甲苯中聚合物的提示和技巧

Jennifer Gough

Waters Corporation

这是一份应用简报，不包含详细的实验部分。

摘要

难溶性聚合物（例如焦油、柏油和沥青等石油类产品）的凝胶渗透色谱(GPC)分析可能比较困难，而二甲苯是这些 GPC 应用中的常用流动相。二甲苯通常以三种构象的混合物形式出售：邻位、对位和间位。每种二甲苯异构体都有其独特的性质，并非都适用于液相色谱(LC)。在压力上限为15,000 psi的高压系统（例如Waters™ ACQUITY™ APC系统）中使用二甲苯作为流动相时，需要对方法进行一些调整。此款低扩散性系统具有专为保持Waters BEH 小颗粒色谱柱的高分离度而设计的特定功能。ACQUITY APC系统已成功用于使用邻二甲苯流动相进行聚合物体积排阻分离，本文还包含如何实现高效方法开发和缩短分析时间的示例。

优势

- 邻二甲苯可兼容用于石油类样品的GPC分析系统
- 使用 GPC 时，分析时间只需 10 分钟，从而减少有害废液和有机溶剂消耗量²
- APC等度溶剂管理器(ISM)系统可与二甲苯成功配合应用

简介

ACQUITY APC系统与邻二甲苯兼容，使用该流动相之前必须完成一些实验前注意事项。二甲苯可溶性聚合物（例如石油类样品）通常不溶于常用的GPC溶剂（如THF），许多二甲苯可溶性聚合物通常具有复杂的基质，可能需要一些额外的处理步骤才能使样品溶液可用于LC进样。向系统中添加新的流动相之前，需先从系统中去除之前用于分析的流动相和样品类型。LC中先前的样品发生沉淀可能会导致柱压问题。流动相制备会影响色谱系统性能，同样地，样品制备的质量也会对色谱系统性能产生影响。在仪器设置范围内，聚合物样品需要在溶液中保持稳定。研究人员在使用APC分析二甲苯可溶性聚合物时详细记录了二甲苯聚合物溶出度和GPC的所有相关调整，并随附包含了一些实验条件的技术简报参考。参考资料中单独提供了使用APC系统时切换溶剂的指南¹。涵盖的主题列表包括：

- 系统溶剂兼容性
- 流动相注意事项
- 仪器设置注意事项
- 使用邻二甲苯的APC应用
- 总结和参考资料

实验

系统溶剂兼容性

在本节中，沃特世对APC使用邻二甲苯的支持摘自下方的文档链接。本节中有关在APC中使用邻二甲苯的信息摘自下方的文档链接。使用异丙醇作为密封清洗液，使用邻二甲苯作为针清洗溶剂和清除溶剂。针清洗溶剂和清除溶剂中从不使用添加剂。

- 总评：沃特世未测试过二甲苯，也没有评估该溶剂的计划。但有客户已成功使用二甲苯作为溶剂在ACQUITY APC系统上进行试验
- 尽管我们没有进行大量的使用寿命测试，从材料兼容性的角度来看，二甲苯与甲苯相似，预计APC系统可以兼

容该溶剂

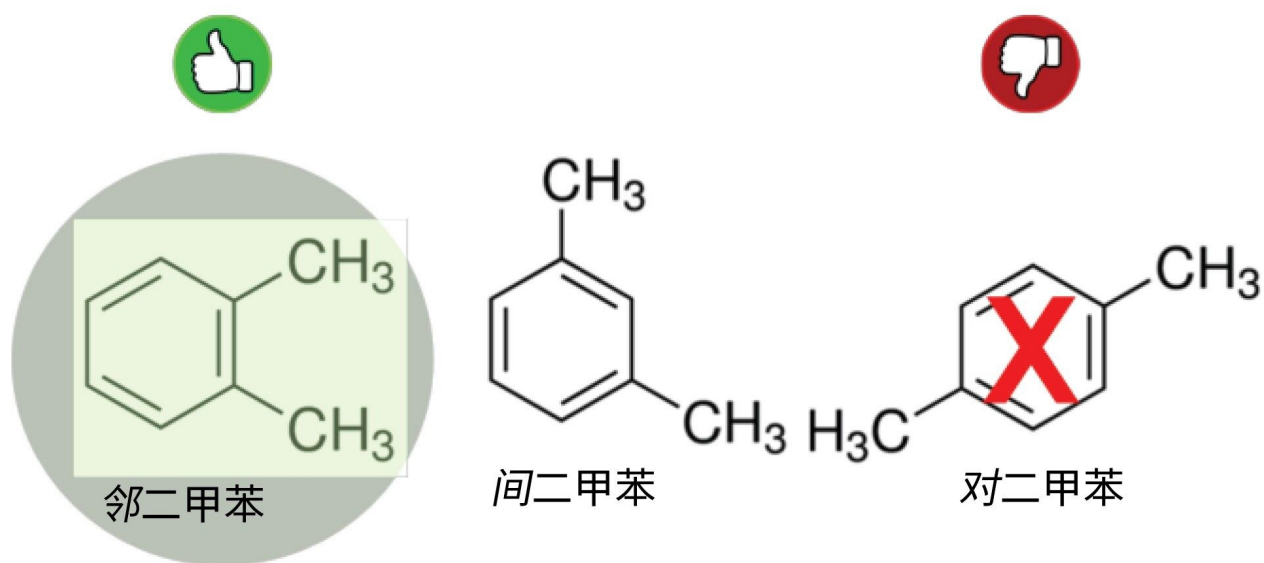
- 如果您选择使用邻二甲苯，建议使用异丙醇作为密封清洗液
- 如果您选择使用邻二甲苯，建议使用邻二甲苯作为针清洗溶剂和清除溶剂
- 请注意，与THF等其他典型GPC溶剂（在25 °C下为0.48 cP）相比，邻二甲苯（在20 °C下为0.81 cP）是一种粘度更高的溶剂，但其粘度不如DMSO和IPA（在25 °C下为1.9 cP）
- 由于对二甲苯的熔点(Mp)接近室温并且在高压下可能冻结，因此被认为不是一个好的选择
- 不得使用二甲苯混合物，因为其中含有对二甲苯。对二甲苯可能对溶剂的整体属性产生不利影响

<https://www.waters.com/waters/support.htm?lid=135084097&lcid=135084096&type=USRM> <

<https://www.waters.com/waters/support.htm?lid=135084097&lcid=135084096&type=USRM>>

流动相注意事项

二甲苯具有三种不同的构象：邻位、间位和对位（图1，表1）。沃特世仅针对将邻二甲苯用于APC系统提供有限支持。间二甲苯也是不错的选择，但它的价格可能过高。对二甲苯的熔点接近室温，因此必须避免使用这种构象的二甲苯。二甲苯混合物中含有对二甲苯；因此，APC不支持使用二甲苯混合物³。



注意：请勿使用二甲苯混合物。

图1.二甲苯的三种异构体。

二甲苯异构体				
常规				
常用名	二甲苯	邻二甲苯	间二甲苯	对二甲苯
系统名称	二甲苯	1,2-二甲苯	1,3-二甲苯	1,4-二甲苯
其他名称	Xylol	<i>o</i> -Xylol; Orthoxylene	<i>m</i> -Xylol; Metaxylene	<i>p</i> -Xylol; Paraxylene
分子式	C ₈ H ₁₀			
SMILES		Cc1c(C)cccc1	Cc1cc(C)ccc1	Cc1ccc(C)cc1
摩尔质量	106.16 g/mol			
外观	透明、无色液体			
CAS号	[1330-20-7]	[95-47-6]	[108-38-3]	[106-42-3]
性质				
密度和相	0.864 g/mL, 液体	0.88 g/mL, 液体	0.86 g/mL, 液体	0.86 g/mL, 液体
水溶性	几乎不溶			
	可溶于非极性溶剂, 例如芳香烃			
熔点	-47.4 °C (-53.3 °F; 226 K)	-25 °C (-13 °F; 248 K)	-48 °C (-54 °F; 225 K)	13 °C (55 °F; 286 K)
沸点	138.5 °C (281.3 °F; 412 K)	144 °C (291 °F; 417 K)	139 °C (282 °F; 412 K)	138 °C (280 °F; 411 K)
粘度		0.812 cP, 20 °C (68 °F)	0.62 cP, 20 °C (68 °F)	0.34 cP, 30 °C (86 °F)
危害				
SDS	二甲苯 ^[12]	邻二甲苯 	间二甲苯 	对二甲苯 
EU分类	有害(Xn)			
NFPA 704				
闪点	30 °C (86 °F)	17 °C (63 °F)	25 °C (77 °F)	25 °C (77 °F)

表1.二甲苯物理性质表。

仪器设置注意事项

邻二甲苯的粘度略低于水, 因此针吸取速率可保留为自动设置, 或提高至230 µL/min。色谱分析在洗脱开始时可能会产生干扰, 可调整针吸取速率来减少此干扰(表2)。样品管理器中的温度设置会影响样品进样过程中流动相的粘度。

吸取速率 ($\mu\text{L}/\text{min}$)	粘度 (cP, 25 °C)	推荐用于 这些溶剂
120	不适用	自动
230	1	水
640	0.48	THF
640	0.441	ACN
100	1.65 (20 °C)	HFIP
100	2.038	IPA
100	1.987	DMSO

表2.相应溶剂的APC注射器针吸取速率表。

结果与讨论

使用邻二甲苯的APC应用

沃特世、生物无机分析和环境化学实验室（Laboratory of Bioinorganic Analytical and Environmental Chemistry，法国波城）以及道达尔炼油和化学品公司（TOTAL Refining and Chemicals，法国哈弗勒尔）合作，开发了使用APC和二甲苯分析石油类样品的方法。本应用纪要介绍了使用邻二甲苯作为流动相进行APC分析的情况。采用125 Å和450 Å的两根ACQUITY APC XT色谱柱(4.6 x 150 mm, 2.5 μm)进行分离操作。样品稀释160倍后，进样10 μL 。使用聚苯乙烯(PS)校准标准品，运行时间为10 min（图2）。样品前处理是使用THF、二甲苯或氯仿通过手动稀释方式将样品简单稀释160倍⁴。

APC仪器方法	
流动相	邻二甲苯
清洗/清除	邻二甲苯
密封件清洗液	异丙醇
运行时间	10 min
注射器吸取速率	自动
样品浓度	160倍稀释
进样体积	10 µL
色谱柱组	ACQUITY APC XT (2.5 µm, 4.6 × 150 mm) 450 Å, 125 Å
检测器	ICP-HR-质谱仪

表3.用于分析石油类样品的APC仪器方法。

结论

- ACQUITY APC系统支持使用邻二甲苯，具体取决于溶剂的粘度和熔点特性，本文档还介绍了一些关键注意事项。
- 可溶于邻二甲苯的聚合物通常不溶于典型的GPC溶剂（如THF），对于石油类样品，每次分析只需10分钟即可完成，从而减少了有害废液和有机溶剂的使用量。
- 本文档、参考文档以及协作性应用介绍了使用邻二甲苯作为流动相时的APC调整。

参考资料

1. ACQUITY APC System Chemical Compatibility Guide, Waters User Manual.[USRM135084097 < https://www.waters.com/webassets/cms/support/docs/apc_solvent_compatibility_consideration_guide_061021.p](https://www.waters.com/webassets/cms/support/docs/apc_solvent_compatibility_consideration_guide_061021.pdf)

> , 2021.

2. Richard Mendelsohn, Jennifer Gough. 使用超高效聚合物色谱结合示差折光检测器对甲苯中的聚二甲基硅氧烷进行快速、高分辨率的分析, 沃特世应用纪要。720007658ZH, 2022.
3. Wikipedia: Xylene, <https://en.wikipedia.org/wiki/Xylene> <<https://en.wikipedia.org/wiki/Xylene>> .
4. 使用ACQUITY APC研究原油中的金属包含聚合物, 沃特世应用纪要。720005625ZH <<https://www.waters.com/webassets/cms/library/docs/720005625en.pdf>> , 2016年

特色产品

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

Empower色谱数据系统 <<https://www.waters.com/10190669>>

720007882ZH, 2023年3月



© 2023 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[使用条款](#) [隐私](#) [商标](#) [招聘](#) [危险化学品生产经营许可证](#) [Cookie](#) [Cookie设置](#)

沪ICP备06003546号-2 京公网安备 31011502007476号