Waters™

应用纪要

使用四氢呋喃和蒸发光散射检测在三分钟内检测每个样品中聚合物添加剂的超高效聚合物色谱反相方法

Jennifer Gough

Waters Corporation

摘要

在聚合物添加剂的反相液相色谱(RPLC)分离中，使用四氢呋喃(THF)作为流动相对于许多LC系统和检测器而言可能并非易事。LC系统和检测器与用于溶解聚合物样品的THF和其他有机溶剂通常不相容。本应用展示了六种聚合物添加剂的分离，其中包括两组已知的共洗脱添加剂：Tinuvin 327和328以及Irganox 1010和1076[1,2]。使用方法转换计算器工具和一系列C_{18}色谱柱，将六种聚合物添加剂的分离方法从高效液相色谱(HPLC)改为超高压液相色谱(UHPLC)，再从UHPLC改为超高效液相色谱(UPLC)。选择蒸发光散射检测(ELSD)是因为它能够兼容有机溶剂、灵敏度出色并能检测可能没有紫外活性的样品[3,4]。

优势

- 6种聚合物添加剂实现3分钟RPLC分离
- 系统与THF相容
- 耐用且不溶胀的BEH色谱柱技术
- 使用方法转换计算器软件工具直观完成方法开发
- ELSD与THF相容且不依赖于紫外活性

简介

我们很早便已得知，聚合物会因高温合成、加工、天气和光照而降解[5]。使用聚合物添加剂尽可能减少聚合物降解是一种常见做法[6]。一开始，聚合物和聚合物添加剂混合物的色谱分离采用大粒径色谱柱，并且需要较长的分析时间。多年来，色谱技术有所改进，分离所用的粒径更小，分析时间显著缩短[7]。使用HPLC的旧分离方法基本已更新为更先进的LC系统，以获得更高质量或加快分析速度。聚合物行业通常使用强有机溶剂（如THF）来溶解样品，但许多LC系统不适合与这些强溶剂一起使用。

本文档介绍了一系列用于分离六种聚合物添加剂混合物的色谱方法，展示了使用一套溶剂相容系统和一种色谱柱系列将方法从旧的HPLC技术更新为更先进的UHPLC和UPLC技术的能力，使用的系统和色谱柱为：配备聚合物四元溶剂管理器(p-QSM)和ELSD的ACQUITY超高效聚合物色谱(Advanced Polymer Chromatographic, APC)系统以及ACQUITY BEH C18色谱柱[8,9]。

实验

本文档包括三个实验，用于计算从5 µm色谱柱到2.5 µm色谱柱以及从2.5 µm色谱柱到1.7 µm色谱柱的方法。每个色谱柱实验都有一组独特的仪器参数。

样品前处理包含表1中列出的六种聚合物添加剂，将它们分别溶解在THF中，浓度为1.0 mg/mL，然后将每种溶液取100 µL加入2 mL LC样品瓶（部件号：186005660CV < https://www.waters.com/nextgen/us/en/shop/vials-containers--collection-plates/186005660cv-truview-lcms-certified-clear-glass-12-x-32-mm-screw-neck-vial-wi.html> ），用600 mL THF稀释得到最终浓度0.5 mg/mL。实验1、2和3分别使用相应的色谱柱分析相同的样品和样品盘。根据方法转换计算器软件工具的结果（图1、2）调整每个实验的梯度、进样体积和流速[10]。

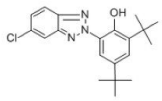
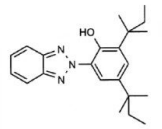
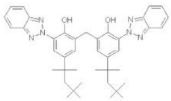
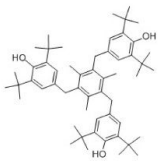
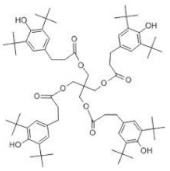
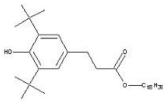
样品名称	制造商	部件号	化学结构
Tinuvin 327	Aldrich	423327-5G	
Tinuvin 328	Aldrich	422746-50G	
Tinuvin 360	Aldrich	407941-25G	
Irganox 1330	Aldrich	413283-100G	
Irganox 1010	Aldrich	441783-100G	
Irganox 1076	Aldrich	367079-100G	

表1.聚合物添加剂样品

实验1：液相色谱条件

液相色谱系统：	配备p-QSM的ACQUITY APC系统
检测器：	配备己烷/THF套件的ACQUITY ELSD
色谱柱：	XBridge C_{18} 5 µm, 4.6 × 150 mm（部件号：186003116）

柱温：	25 °C
样品温度：	20 °C
进样体积：	14 µL
流速：	0.68 mL/min
流动相A：	THF（不含稳定剂）
流动相B：	去离子水
洗针液：	50/50，v/v，THF/水
密封清洗溶剂：	异丙醇
ELS喷雾器温度：	冷却
ELS漂移管温度：	60 °C
ELS增益：	500
ELS气体流速：	60 psi

梯度表1

时间 (min)	流速 (mL/min)	%A	%B	曲线	柱体积
0.00	0.682	50	50	6	0.00
1.32	0.682	50	50	6	0.55
11.48	0.682	100	0	6	4.21
15.88	0.682	100	0	6	1.82
16.76	0.682	50	50	6	0.36
18.52	0.682	50	50	6	0.73

使用5 µm色谱柱完成第一个实验后，使用方法转换计算器工具计算2.5 µm色谱柱实验的参数（图1）。

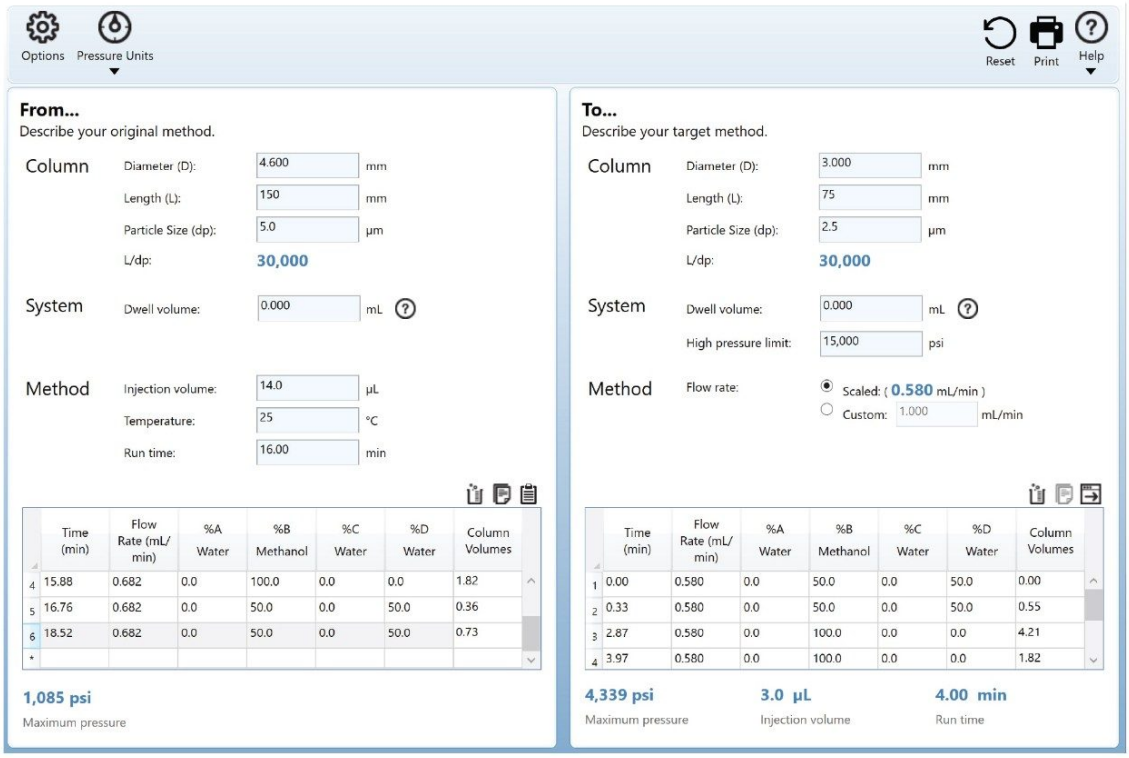


图1.将5 µm色谱柱方法转换为2.5 µm色谱柱方法的方法转换计算器工具

实验2：液相色谱条件

液相色谱系统：	配备p-QSM的ACQUITY APC系统
检测器：	配备己烷/THF套件的ACQUITY ELSD
色谱柱：	XBridge C_{18} 2.5 µm, 3.0 × 75 mm（部件号：186006034）
柱温：	25 °C
样品温度：	20 °C
进样体积：	3 µL
流速：	0.58 mL/min
流动相A：	THF（不含稳定剂）
流动相B：	去离子水
洗针液：	50/50，v/v，THF/水
密封清洗溶剂：	异丙醇
ELS喷雾器温度：	冷却
ELS漂移管温度：	60 °C
ELS增益：	500
ELS气体流速：	60 psi

梯度表2

时间 (min)	流速 (mL/min)	%A	%B	曲线	柱体积
0.00	0.583	50	50	6	0.00
0.33	0.583	50	50	6	0.55
2.87	0.583	100	0	6	4.21
3.97	0.583	100	0	6	1.82
4.19	0.583	50	50	6	0.36
4.63	0.583	50	50	6	0.73

使用2.5 µm色谱柱完成第二个实验后，使用方法转换计算器工具计算1.7 µm色谱柱实验的参数（图2）。

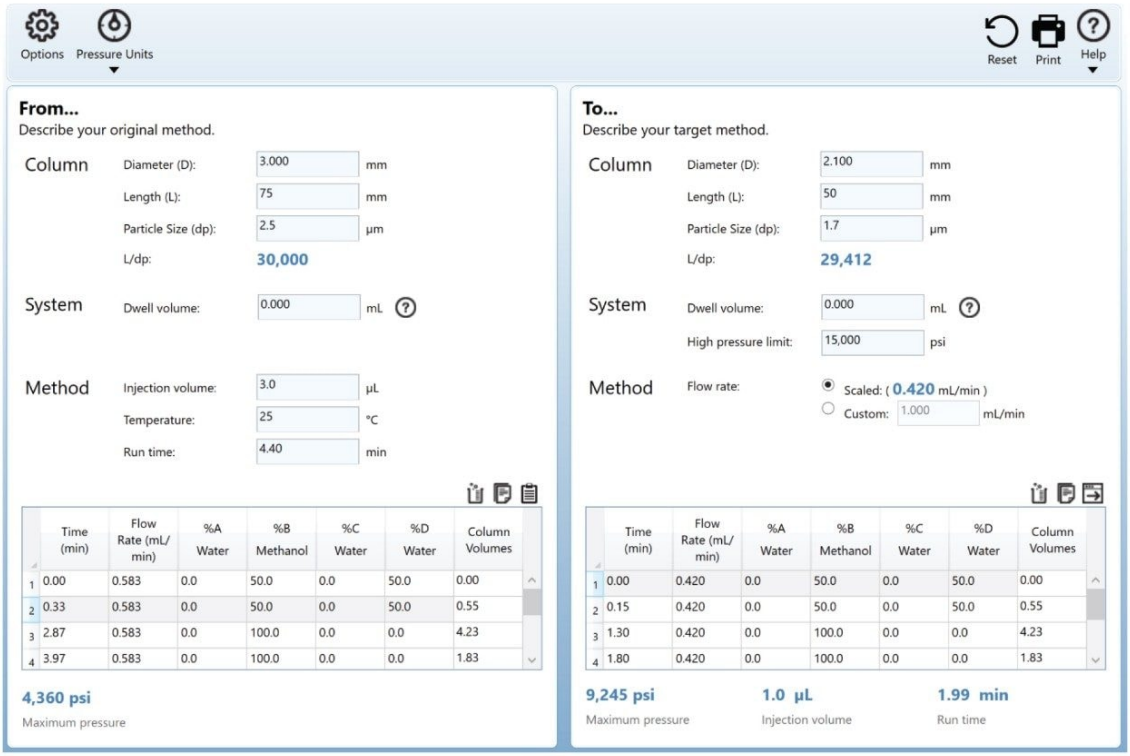


图2.将2.5 µ*m*色谱柱方法转换为1.7 µ*m*色谱柱方法的方法转换计算器工具

实验3：液相色谱条件

液相色谱系统：	配备p-QSM的ACQUITY APC系统
检测器：	配备己烷/THF套件的ACQUITY ELSD
色谱柱：	XBridge C_{18} 1.7 µm, 2.1 × 50 mm（部件号：186002350）
柱温：	25 °C
样品温度：	20 °C
进样体积：	1 µL
流速：	0.42 mL/min
流动相A：	THF（不含稳定剂）
流动相B：	去离子水
洗针液：	50/50，v/v，THF/水
密封清洗溶剂：	异丙醇
ELS喷雾器温度：	冷却
ELS漂移管温度：	60 °C
ELS增益：	500
ELS气体流速：	60 psi

梯度表3

时间 (min)	流速 (mL/min)	%A	%B	曲线	柱体积
0.00	0.42	50	50	6	0.00
0.15	0.42	50	50	6	0.55
1.30	0.42	100	0	6	4.23
1.80	0.42	100	0	6	1.83
1.90	0.42	50	50	6	0.37
2.10	0.42	50	50	6	0.73

数据管理

控制ACQUITY APC系统和处理数据所用的数据管理系统为Empower色谱数据系统(CDS) 3，FR 5。本文档“结果与讨论”部分提供的色谱图和峰质量表均在Empower CDS中创建，未使用第三方软件。

结果与讨论

实验1、2和3的色谱图见下面的图3、4和5。达到可接受标准的色谱分离度应大于1，每张色谱图下的Empower CDS生成表代表数据质量[11]。 在反相方法中洗脱的第一个峰通常是标记物峰，而许多峰质量的计算均不使用标记物峰的数据。本实验不使用标记物峰。因此，Tinuvin 328标题下的表空间为空白。

图3显示了实验1中六种聚合物添加剂混合物在12分钟内的分离情况，该混合物六次单独进样的分离度值见表2。注意，Tinuvin 328和Tinuvin 327以及Irganox 1010和Irganox 1076均实现基线分离。

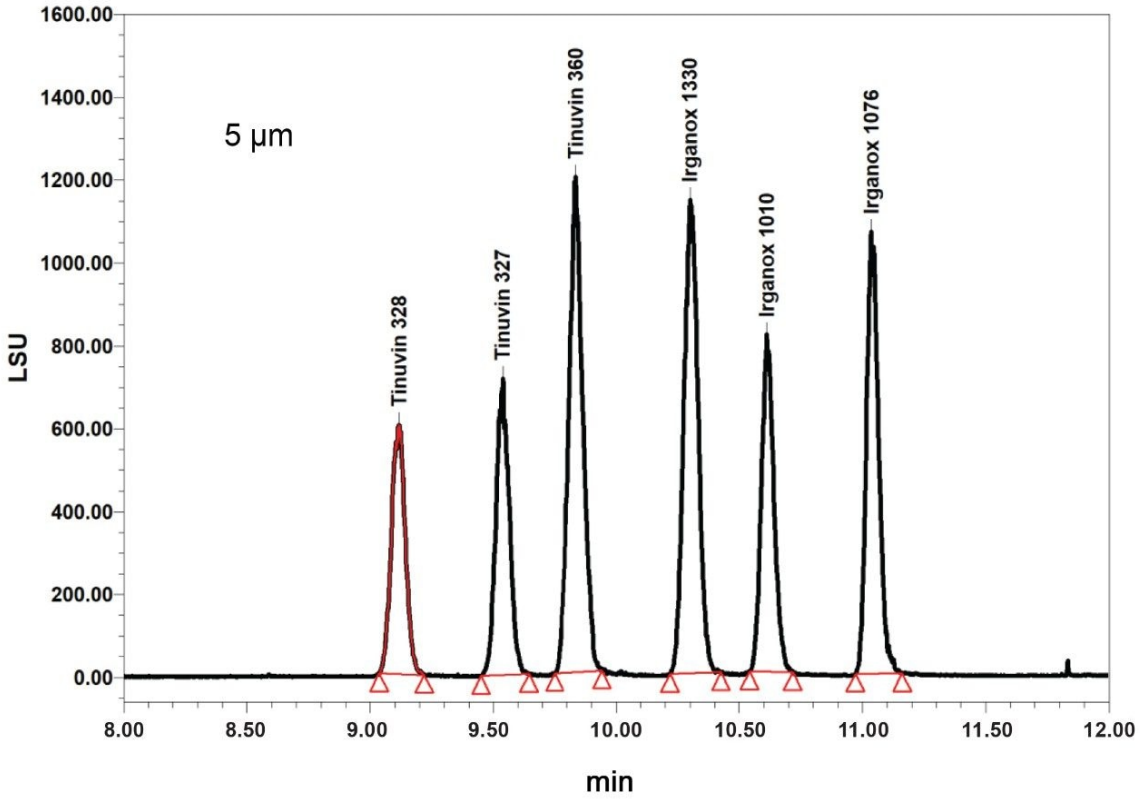


图3.*HPLC*实验1的色谱图

	样品名称	进样编号	样品瓶	Tinuvin 328	Tinuvin 327	Tinuvin 360	Irganox 1330	Irganox 1010	Irganox 1-76
1	Pol add mix 1:1	1	1:A,1		4.136	2.948	4.342	3.051	4.663
2	Pol add mix 1:1	2	1:A,1		4.444	2.749	4.307	3.051	4.638
3	Pol add mix 1:1	3	1:A,1		4.493	2.956	4.356	3.300	4.622
4	Pol add mix 1:1	4	1:A,1		4.428	2.883	4.392	3.268	4.756
5	Pol add mix 1:1	5	1:A,1		4.283	2.917	4.408	3.067	4.547
6	Pol add mix 1:1	6	1:A,1		4.127	3.025	4.608	3.264	4.804
平均值					4.289	2.913	4.402	3.167	4.672
标准偏差					0.1530	0.0932	0.1073	0.1218	0.0935
% RSD					3.568	3.200	2.437	3.847	2.001

表2.实验1的*Empower*峰分离度表

图4显示了实验2中六种聚合物添加剂混合物在6分钟内的分离情况，该混合物六次单独进样的分离度值见表3。注意，Tinuvin 328和Tinuvin 327以及Irganox 1010和Irganox 1076均实现基线分离。

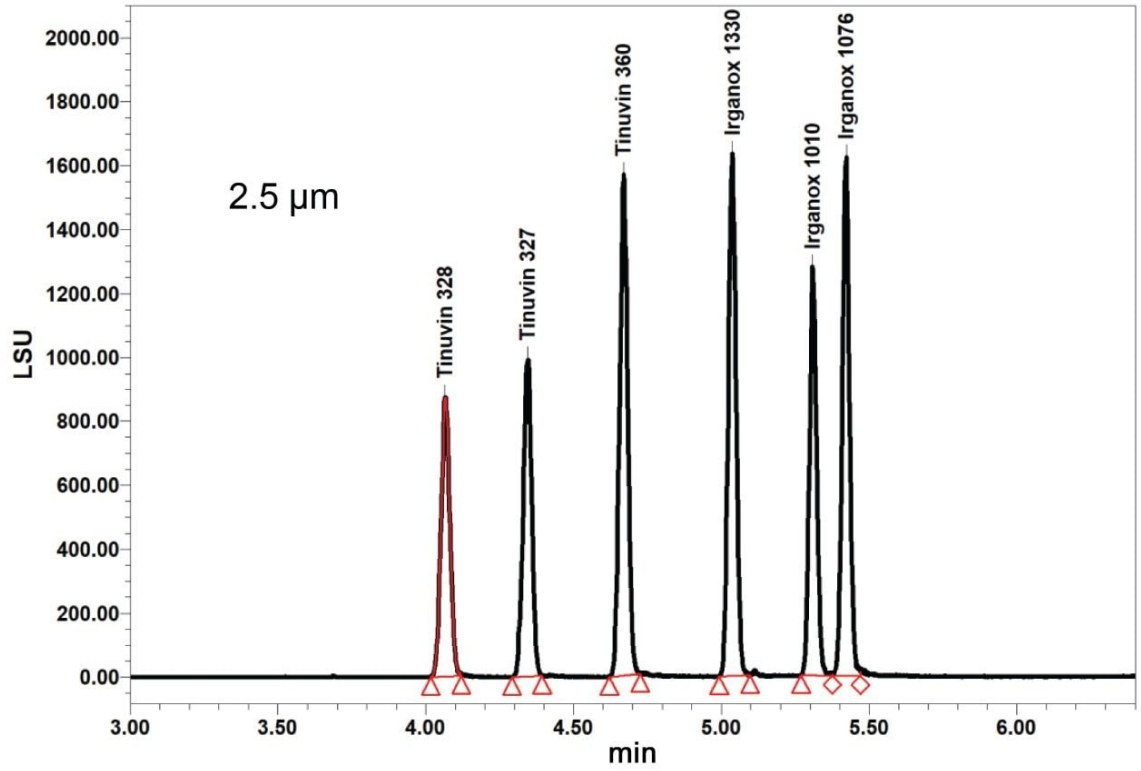


图4.*UHPLC*实验2的色谱图

	样品名称	进样编号	样品瓶	Tinuvin 328	Tinuvin 327	Tinuvin 360	Irganox 1330	Irganox 1010	Irganox 1-76
1	Pol add mix 1:1	1	1:A, 1		5.115	6.243	7.420	5.857	2.582
2	Pol add mix 1:1	2	1:A, 1		5.142	6.333	7.784	5.890	2.523
3	Pol add mix 1:1	3	1:A, 1		5.270	6.629	7.234	5.592	2.496
4	Pol add mix 1:1	4	1:A, 1		4.926	6.381	7.728	5.914	2.439
5	Pol add mix 1:1	5	1:A, 1		4.907	6.094	7.324	5.997	2.393
6	Pol add mix 1:1	6	1:A, 1		4.900	6.013	7.227	5.684	2.318
平均值					5.043	6.282	7.453	5.822	2.458
标准偏差					0.1542	0.2201	0.2458	0.1529	0.0949
% RSD					3.058	3.503	3.298	2.626	3.861

表3.实验2的*Empower*峰分离度表

图5显示了实验3中六种聚合物添加剂混合物在3分钟内的分离情况，该混合物六次单独进样的分离度值见表4。注意，Tinuvin 328和Tinuvin 327实现了基线分离，且用于积分的峰分离度值大于1，这是色谱分离度的可接受质量标准。Irganox 1010和Irganox 1076虽未实现基线分离，但每个峰的分离度都超过了可接受标准。

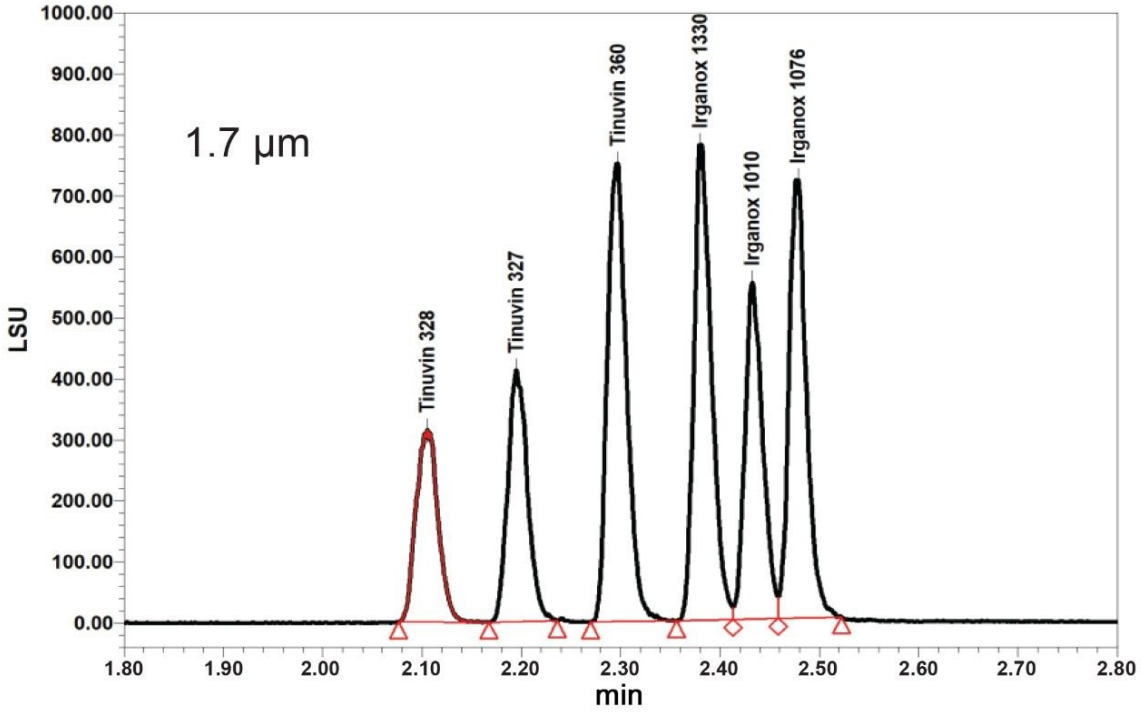


图5.*UPLC*实验3的色谱图

	样品名称	进样编号	样品瓶	Tinuvin 328	Tinuvin 327	Tinuvin 360	Irganox 1330	Irganox 1010	Irganox 1-76
1	Pol add mix 1:1	1	1:A, 1		2.321	2.891	2.464	1.676	1.440
2	Pol add mix 1:1	2	1:A, 1		2.410	2.577	2.611	1.672	1.391
3	Pol add mix 1:1	3	1:A, 1		2.401	2.757	2.495	1.473	1.335
4	Pol add mix 1:1	4	1:A, 1		2.262	2.685	2.499	1.619	1.378
5	Pol add mix 1:1	5	1:A, 1		2.322	2.694	2.499	1.600	1.331
6	Pol add mix 1:1	6	1:A, 1		2.444	2.683	2.685	1.668	1.397
平均值					2.360	2.715	2.542	1.618	1.379
标准偏差					0.069	0.104	0.086	0.078	0.041
% RSD					2.9	3.4	3.4	4.8	3.0

表4.实验3的*Empower*峰分离度表

结论

六种聚合物添加剂混合物的分离方法运行时间成功从19分钟(HPLC)缩短为3分钟(UPLC)，每小时进样次数增加至五倍。由于系统、检测器和色谱柱颗粒的良好耐用性，配备p-QSM、ELSD和ACQUITY BEH C_{18}色谱柱技术的ACQUITY APC系统可以使用四氢呋喃梯度作为流动相。使用方法转换计算器软件工具和一系列专为各种液相色谱分离方法设计的色谱柱，可以直观地将使用5 µm粒径色谱柱的传统HPLC方法更新为1.7 µm色谱柱方法。

参考资料

1. Michael Jones, Jennifer Gough, Marian Twohig.Comparison of HPLC and UHPLC Analysis of Polymer Additives with Elucidation of Mass Detection, Waters Posters, 2017. https://www.waters.com/waters/library.htm?locale=101&lid=134956804&cid=511436 < https://www.waters.com/waters/library.htm?locale=101&lid=134956804&cid=511436> .

2. Claudia Lohmann, Damian Morrison, Jennifer Gough.Polymer Additive Analysis Study Using Tetrahydrofuran and Advanced Polymer Chromatography and Gradient Elution, Waters Apllication note 720006707EN, 2019.

3. Waters ACQUITY UPLC ELS Detector, https://www.waters.com/waters/en_US/ACQUITY-UPLC-ELSD/nav.htm?locale=en_US&cid=514219 <https://www.waters.com/waters/en_US/ACQUITY-UPLC-ELSD/nav.htm?locale=en_US&cid=514219> .

4. 《ACQUITY UPLC蒸发光散射检测器入门指南》，https://www.waters.com/webassets/cms/support/docs/71500109303rd.pdf < https://www.waters.com/webassets/cms/support/docs/71500109303rd.pdf> .

5. Tolinski, M. Additives for Polyolefins: Getting the Most Out of Polypropylene, Polyethylene, and TPO, 2nd ed.; William Andrew: Oxford, 2015.

6. Bolgar, Michael; Hubball, Jack; Groeger, Joseph; Meronek, Susan; Handbook for the Chemical Analysis of Plastic and Polymer Additives, CRC Press, Boca Raton, U.S.A., 2016.

7. Beginners Guide to UPLC, Waters Corp. U.S.A., https://www.waters.com/waters/en_US/UPLC---Ultra-

Performance-Liquid-Chromatography-Beginner%27s-Guide/nav.htm?cid=134803622&locale=en_US#:~:text=Introduction,and%20sensitivity%20in%20liquid%20chroma <https://www.waters.com/waters/en_US/UPLC---Ultra-Performance-Liquid-Chromatography-Beginner%27s-Guide/nav.htm?cid=134803622&locale=en_US%23:~:text=Introduction,and%20sensitivity%20in%20liquid%20chro> .

8. ACQUITY APC p-QSM System, Waters Specification Sheet, 720006702EN < https://www.waters.com/webassets/cms/library/docs/720006702en.pdf> .
9. BEH (Bridged Ethylene Hybrid) Technology, Waters Corp. U.S.A., https://www.waters.com/waters/en_US/BEH-(Ethylene-Bridged-Hybrid)-Technology/nav.htm?cid=134618172&locale=en_US <https://www.waters.com/waters/en_US/BEH-(Ethylene-Bridged-Hybrid)-Technology/nav.htm?cid=134618172&locale=en_US> .
10. Waters On-Line Tool Box, “Column Calculator Tool”, https://www.waters.com/waters/promotionDetail.htm?id=134694974&locale=101 < https://www.waters.com/waters/promotionDetail.htm?id=134694974&locale=101> .
11. Chromatography Fundamentals, Part VIII: The Meaning and Significance of Chromatographic Resolution, https://www.chromatographyonline.com/view/chromatography-fundamentals-part-viii-meaning-and-significance-chromatographic-resolution < https://www.chromatographyonline.com/view/chromatography-fundamentals-part-viii-meaning-and-significance-chromatographic-resolution> .

特色产品

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

ACQUITY UPLC ELS检测器 <https://www.waters.com/waters/nav.htm?cid=514219>

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

720007432ZH，2021年11月

© 2026 Waters Corporation. All Rights Reserved.
使用条款 隐私声明 商标 招聘 法律和隐私声明 危险化学品经营许可证 Cookie Cookie设置
请勿出售我的个人信息
沪ICP备06003546号-2 京公网安备 31011502007476号 药品医疗器械互联网信息服务备案
编号: 沪网药械信备字[2026]000045号