

有机溶剂体系用细孔多分散型半微量
尺寸排阻色谱柱：
TSKgel SuperMultiporeHZ

目录

1. 简介	1
2. 特点	1
3. 基本特性	2
3-1 孔特性	2
3-2 分离性能	3
3-3 柱效与流速的对应关系	5
3-4 校准曲线与流速的对应关系	6
3-5 样品进样量的影响	6
3-6 样品浓度的影响	8
3-7 色谱图异常	12
4. 应用实例	17
5. 总结	19



1. 简介

尺寸排阻色谱 (SEC) 被广泛用于测定聚合物分子量和分子量分布。

SEC 方法是用已知分子量的标准品制作校准曲线, 然后通过校准曲线计算未知的样品分子量。当用 SEC 方法分析分子量分布较宽的高分子样品时, 需要将不同孔径范围的色谱柱串联使用, 或者使用将不同孔径填料混合在一起装填的混合色谱柱。但是在实际应用中, 经常会发现色谱图中出现拐点, 或者实际的校准曲线与通过分子量标准品计算得到的校准曲线之间发生偏离。为解决这类问题, Tosoh 开发了一种新的细孔多分散型填料。该填料粒径均一, 但每个填料颗粒都具有分布较宽的孔径 (TSKgel MultiporeH_{XL}-M)¹。

随着 TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱的开发, Tosoh 不仅进一步提高了色谱柱的性能, 同时将色谱柱尺寸减小至半微量水平 (4.6mm ID x 15cm), 从而大大减少溶

剂的消耗量。TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱按照分子量范围不同, 分为用于小分子量和低聚物样品的, 以及用于大分子量高聚物的不同规格的产品。

在本报告中, 我们将介绍 TSKgel SuperMultiporeHZ 色谱柱的特点与基本特性, 并给出一些应用实例。

2. 特点

半微量尺寸排阻色谱柱 TSKgel SuperMultiporeHZ 系列是用于有机溶剂体系, 采用粒径均一填料装填的色谱柱。具有和 TSKgel MultiporeH_{XL}-M 相同的特点。此外在保证与 TSKgel MultiporeH_{XL}-M 色谱柱同样的分离效果前提下, 可减少一半的分析时间, 并且溶剂的消耗量减少至 1/6。

TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱的基本特性见表 1 和表 2, 其特点总结在表 3 中。

表 1: TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱的物理特性

	TSKgel SuperMultiporeHZ-N	TSKgel SuperMultiporeHZ-M	TSKgel SuperMultiporeHZ-H
填料	苯乙烯/二乙烯基苯共聚物	苯乙烯/二乙烯基苯共聚物	苯乙烯/二乙烯基苯共聚物
粒径	3 μ m (单分散粒径)	4 μ m (单分散粒径)	6 μ m (单分散粒径)
分子排阻界限 (聚苯乙烯/THF)	120,000	2,000,000	40,000,000*
平均孔径	80Å	140Å	-
分子量分离范围 (聚苯乙烯/THF)	300 ~ 50,000	500 ~ 1,000,000	1,000 ~ 10,000,000
理论塔板数	16,000 TP/15cm	20,000 TP/15cm	11,000 TP/15cm
色谱柱尺寸	4.6mm ID x 15cm	4.6mm ID x 15cm	4.6mm ID x 15cm
保护柱尺寸	4.6mm ID x 2cm	4.6mm ID x 2cm	4.6mm ID x 2cm

*: 推定值

表 2: 细孔多分散型 SEC 色谱柱的性能特点

产品名称	理论塔板数 (15cm 色谱柱)	不对称因子	色谱柱尺寸 (mm ID x cm)	粒度 (μ m)
TSKgel SuperMultiporeHZ-N	20,000/15cm	0.7 ~ 1.4	4.6 x 15	3.0
TSKgel SuperMultiporeHZ-M	16,000/15cm	0.7 ~ 1.4	4.6 x 15	4.0
TSKgel SuperMultiporeHZ-H	11,000/15cm	0.7 ~ 1.4	4.6 x 15	6.0
TSKgel MultiporeH _{XL} -M	16,000/30cm	0.7 ~ 1.4	7.8 x 30	6.0

色谱条件

流动相: THF
流速: 0.35mL/min (4.6mm ID x 15cm)
1.0mL/min (7.8mm ID x 30cm)
柱温: 25°C

检测器: UV@254nm (UV-8020 微量检测池)
样品: 邻苯二甲酸二环己酯 (DCHP) (0.5%)
进样量: 1 μ L (4.6mm ID x 15cm)
20 μ L (7.8mm ID x 30cm)

3. 基本特性

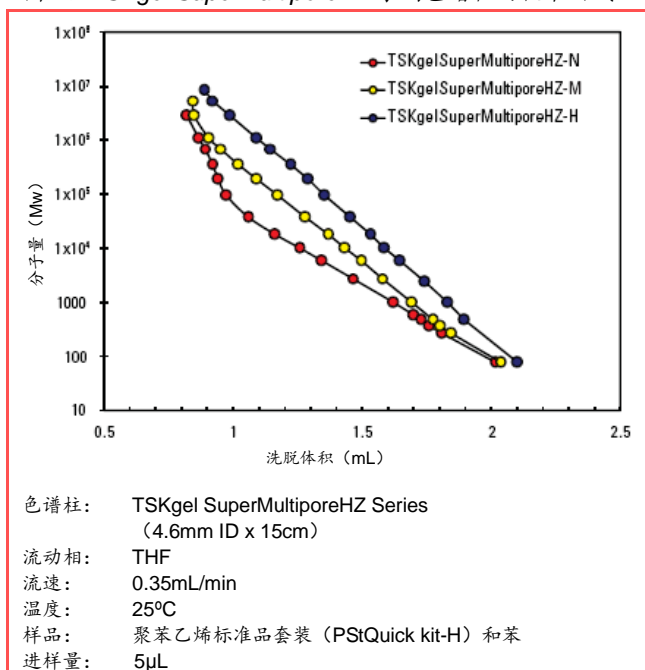
3-1. 孔特性

如表 1 和表 2 所示, TSKgel SuperMultiporeHZ 包括三种不同规格的色谱柱: 一种用于小分子量样品, 两种用于分子量不同范围的聚合物。

图 1 是聚苯乙烯标准品套装 PStQuick(由 Tosoh 开发) 在 THF 体系下建立的三种色谱柱的校准曲线。

从图中可以看出, TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱可以分析分子量 50,000 ~ 500 的小分子量样品; TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱可以分析分子量为 1,000,000 ~ 500 的聚合物样品; TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱

图 1: TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱的校准曲线



则可以分析分子量 10,000,000 ~ 1,000 的聚合物样品。在每个色谱柱的分子量分离范围内, 校准曲线都具有良好的线性。

图 2 对比了用于分析小分子量样品的 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱和由不同孔径色谱柱串联 (TSKgel SuperHZ4000 + 3000 + 2500 + 2000) 得到的校准曲线。在小分子量区域中, 由 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱得到的校准曲线比多根 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱串联得到的校准曲线的斜率要小。

图 2: TSKgel SuperMultiporeHZ-N 和 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱的校准曲线

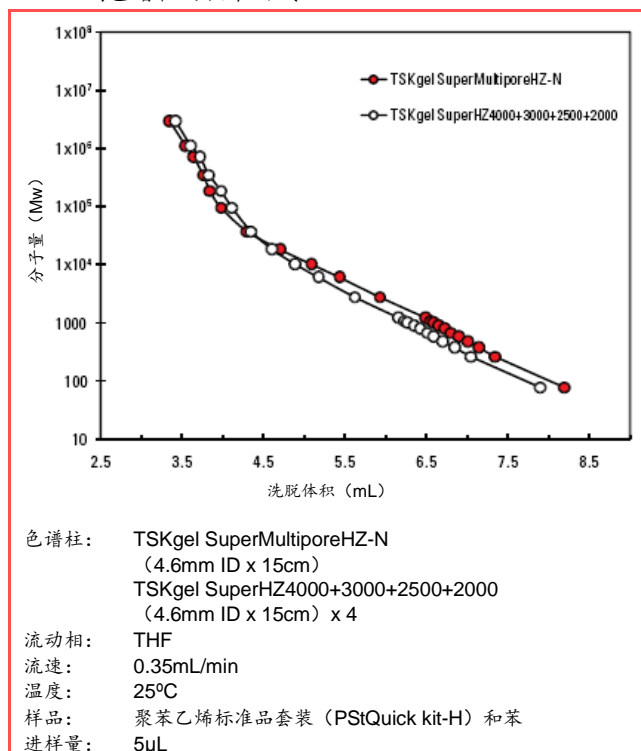


表 3: TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱的特点

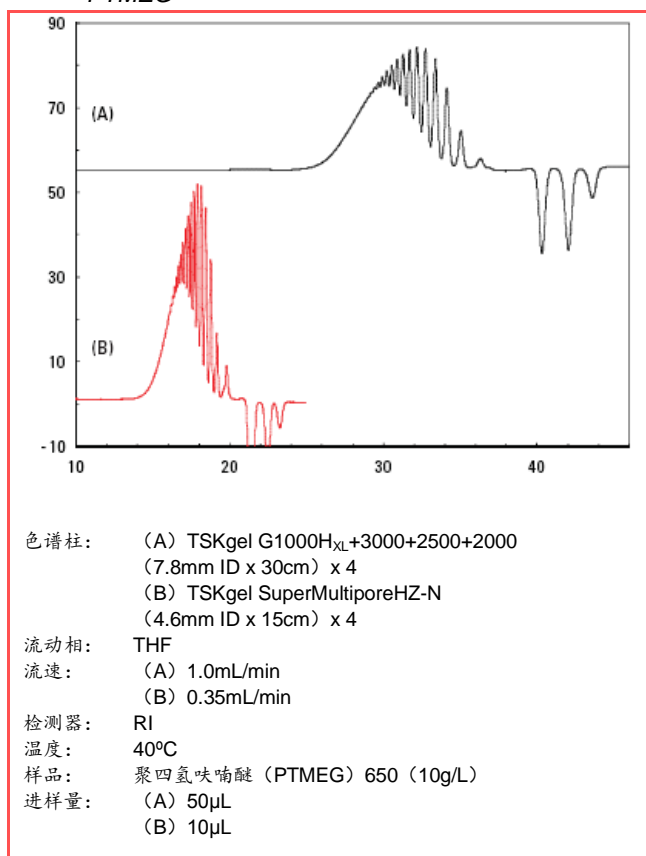
特点	优点
细孔多分散型填料 (每个填料颗粒具有分布较宽的孔径)	<ul style="list-style-type: none"> 校准曲线线性更好。 待测样品的色谱图中不会出现拐点。 → 提高分子量测定结果的准确性和重复性
更小的填料粒径 (粒径单分散)	<ul style="list-style-type: none"> 使得快速高效的分离成为可能 → 1/2 的分析时间内可实现与常规色谱柱 (30cm) 相同的分离性能 即使在高流速下分离性能也不会降低 提高色谱柱性能的稳定性
半微量色谱柱	<ul style="list-style-type: none"> 减少溶剂消耗量 → 是常规色谱柱 (30cm) 溶剂消耗量的 1/6
采用低吸附性填料	<ul style="list-style-type: none"> 适用于范围更广的各种样品

3-2. 分离性能

TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱用于小分子样品，采用 3 μ m 粒径的填料，单位长度理论塔板数为通用的 TSKgel H_{XL} 系列色谱柱的 2 倍。如图 3 所示，TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱在 1/2 的分析时间内可以达到与 TSKGEL H_{XL} 系列色谱柱同样的分离效果。

图 4 对比了小分子样品聚四氢呋喃醚 650 (PTMEG650) 在 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱和 TSKgel SuperHZ 系列 (TSKgel SuperHZ 4000+3000+2500+2000 和 TSKgel SuperH_{ZM}-N) 色谱柱上的分离效果。从图中明显看出，TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱比 TSKgel SuperHZ 串联的不同孔径色谱柱或混合填料色谱柱具有更好的分离效果。

图 3: TSKgel SuperMultiporeHZ-N 和 TSKgel H_{XL} 分离 PTMEG



TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱填料粒径为 4 μ m，单位长度理论塔板数是 TSKgel MultiporeH_{XL}-M 色谱柱的 2 倍。图 5 对比了聚苯乙烯标准品套装 (PStQuick) 在两种色谱柱上分析得到的洗脱曲线。可以看出，在 1/2 的分析时间内 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱可以达到与 TSKgel MultiporeH_{XL}M 色谱柱的相同的分离效果。

图 6 对比了 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 和在 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱在小分子量范围内 (聚苯乙烯 A-500 标准品) 的分离效果。在小分子量范围内，TSKgel SuperMultiporeHZ-N 的校准曲线更为平缓，能得到更好的分离效果。原因是 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 填料粒径更小 (即更高的理论塔板数)。

图 7 是使用 TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱得到的环氧树脂 (分子量约为 6,000) 色谱图。

如图所示，用于小分子样品分析的 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱，可以得到最佳的分离效果。从图中也可明显看到，TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱对小分子样品并不能得到足够的分离。

图 4: TSKgel SuperMultiporeHZ-N、TSKgel SuperH_{ZM}-N 和 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱分离 PTMEG

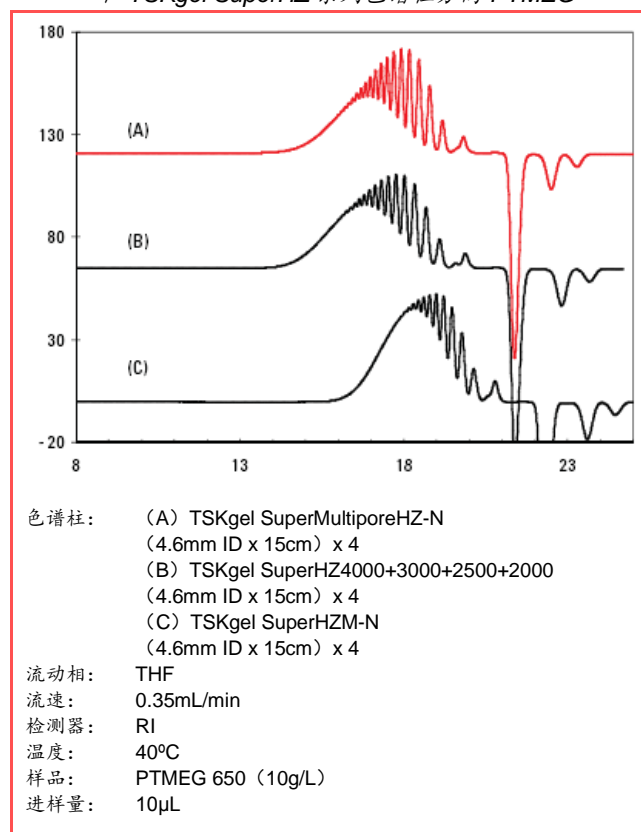


图 5: 在 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 和 TSKgel MultiporeH_{XL}-M 色谱柱上分离得到的色谱图

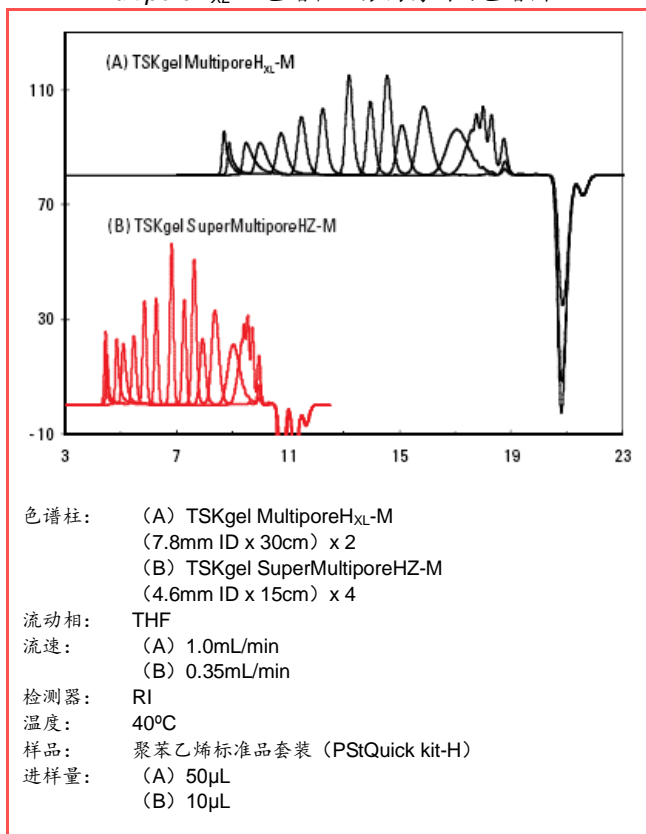


图 6: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 和 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱分离聚苯乙烯标准品

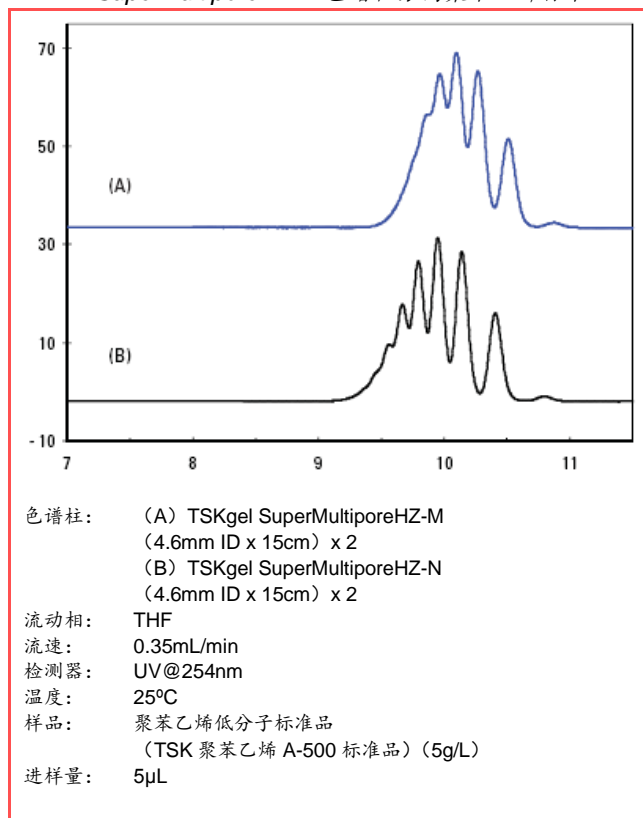
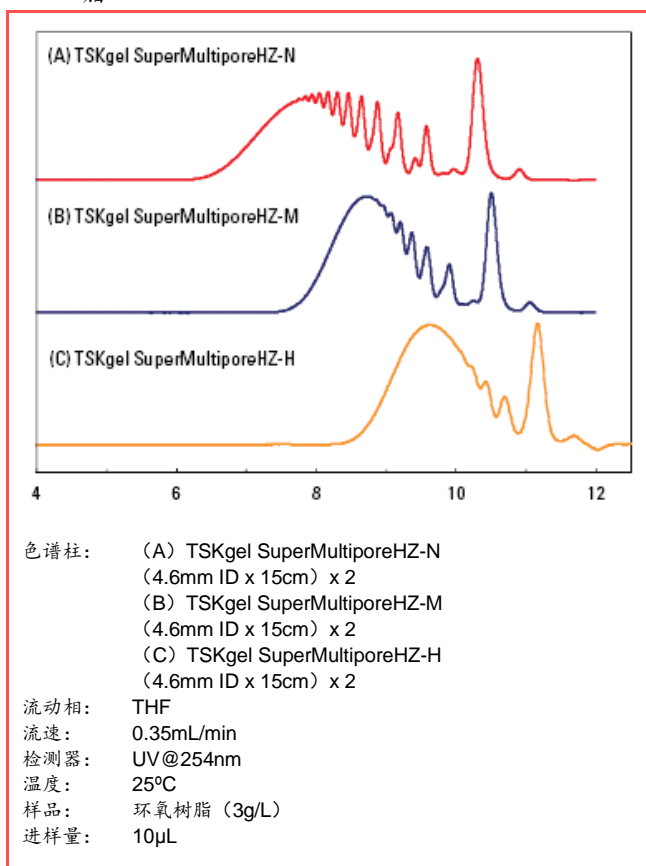


图 7: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱分析环氧树脂



3-3. 柱效与流速的函数关系

图 8 表示小分子样品邻苯二甲酸二氯己酯(DCHP)在 TSKgel MultiporeH_{XL}M 色谱柱(粒径: 6 μ m)和在 TSKgel SuperMultiporeHZ-N、M、H 色谱柱(粒径分别为: 3 μ m、4 μ m、6 μ m)上理论塔板高度(HETP)与测试流速的关系。粒径为 6 μ m 的 TSKgel MultiporeH_{XL}M 色谱柱的 HETP 值在线速度为 0.035cm/s 时达到最小。随着线速度提高, HETP 值增大, 而柱效降低。而对于含有粒径单分散填料的 TSKGEL SuperMultiporeHZ 系列色谱柱, 其最佳线速度比 TSKgel MultiporeH_{XL}M 色谱柱大, 使高速分析成为可能。

图 8: TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱和 TSKgel MultiporeH_{XL}M 色谱柱 HETP 和线速度的关系

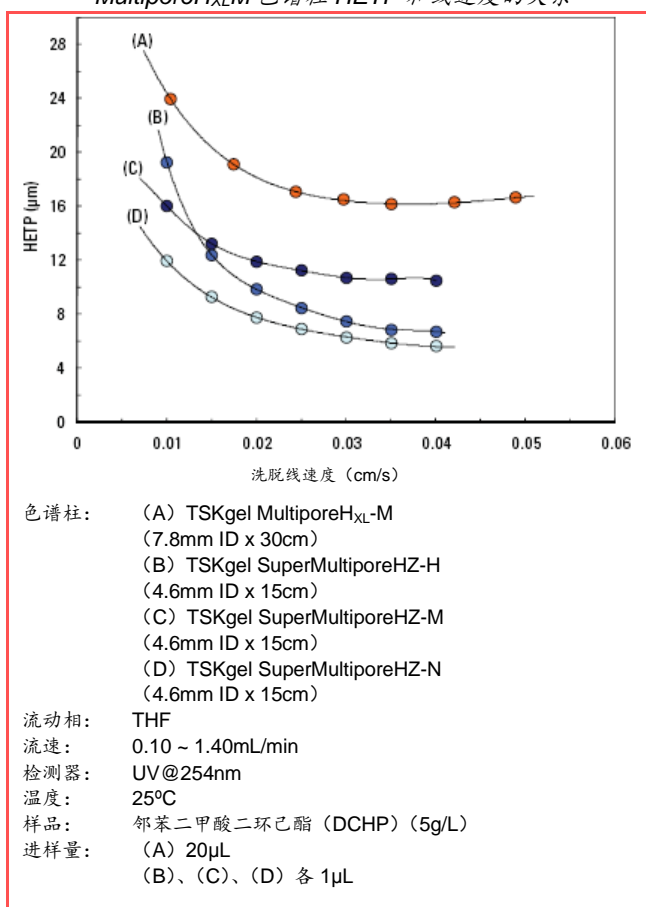
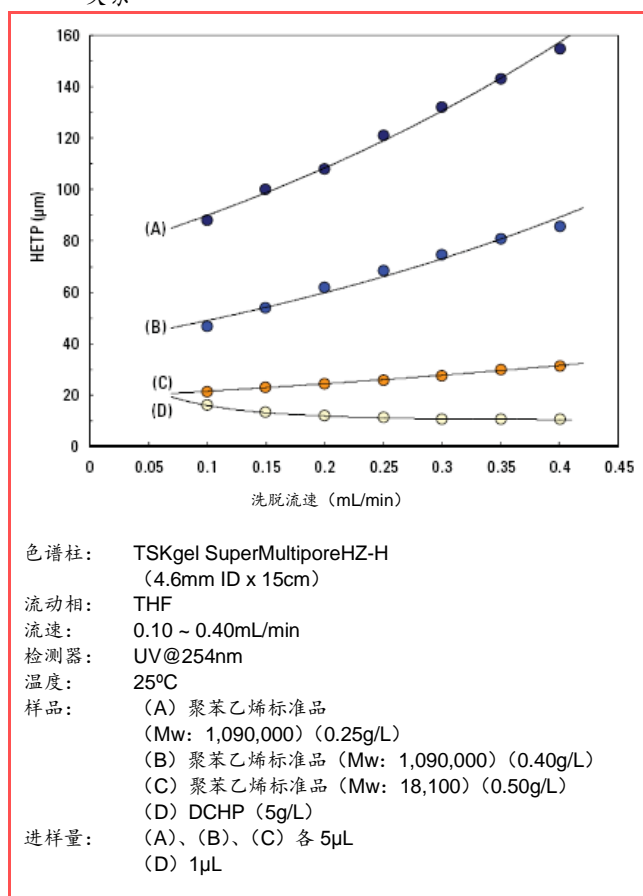


图 9 是在 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱上分析高分子样品[聚苯乙烯 F-128 (Mw: 1,090,000)、F-20 (Mw: 190,000)、F-2 (Mw: 18,100)]时, HETP 和测试流速的关系。从柱效上看, 对于小分子样品(图中以 D 表示), 即使在高流速下, 仍可以保证柱效。但是当分子量增大时, 最佳流速会降低。通常, 平均分子量小于 10,000 的样品可以在高流速下进行分析, 但分子量大于 50,000 的聚合物样品应当在低流速下进行分析。

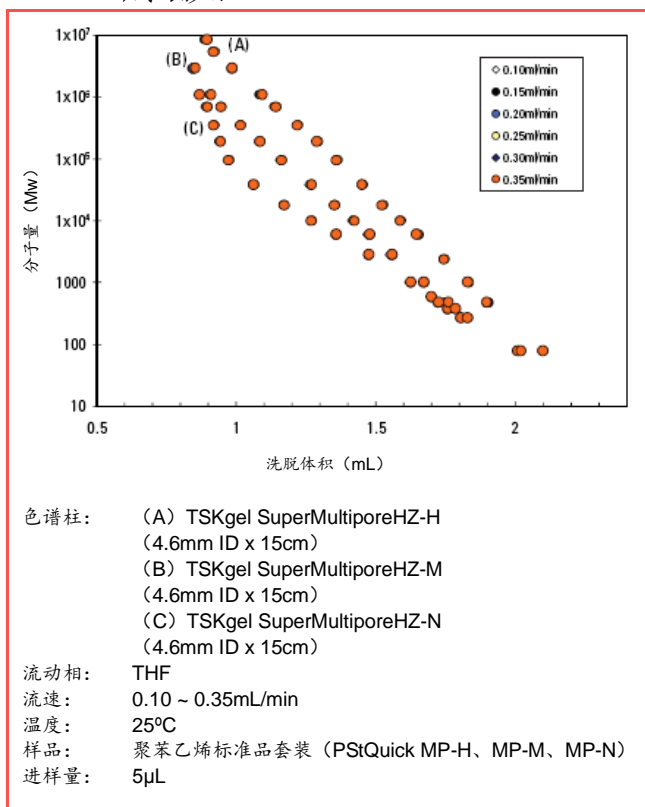
图 9: TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱 HETP 和流速的关系



3-4. 校准曲线与流速的关系

图 10 是当流速从 0.1mL/min 升到 0.35mL/min 时,使用聚苯乙烯标准品在 TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱上得到的校准曲线。在确定的流速范围内,未观察到样品过载和剪切降解的现象。如图所示,所有表示流速为 0.35mL/min 的点均为红色,说明了对于每一根 TSKgel SuperMultiporeHZ 色谱柱。在流速为 0.10mL/min ~ 0.35mL/min 校准曲线并不受流速的影响。

图 10: TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱流速对校准曲线的影响



3-5. 样品进样量的影响

众所周知,样品进样量可能会影响到色谱柱的分离效果和分子量分布的测定结果。通常,当色谱柱尺寸和填料粒度减小时,最大样品进样量也会减小。

图 11 表示了小分子化合物 (DCHP) 在 TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱上,样品进样量和 HETP 之间的关系。对于尺寸为 7.8mm ID x 30cm 的 TSKgel MultiporeH_{XL}-M 色谱柱,最大进样量约为 50 μ L;而对于尺寸为 4.6mm ID x 15cm 的 TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱,最大进样量为 5 μ L。

图 11: TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱和 TSKgel MultiporeH_{XL}M 色谱柱 HETP 和进样量的关系

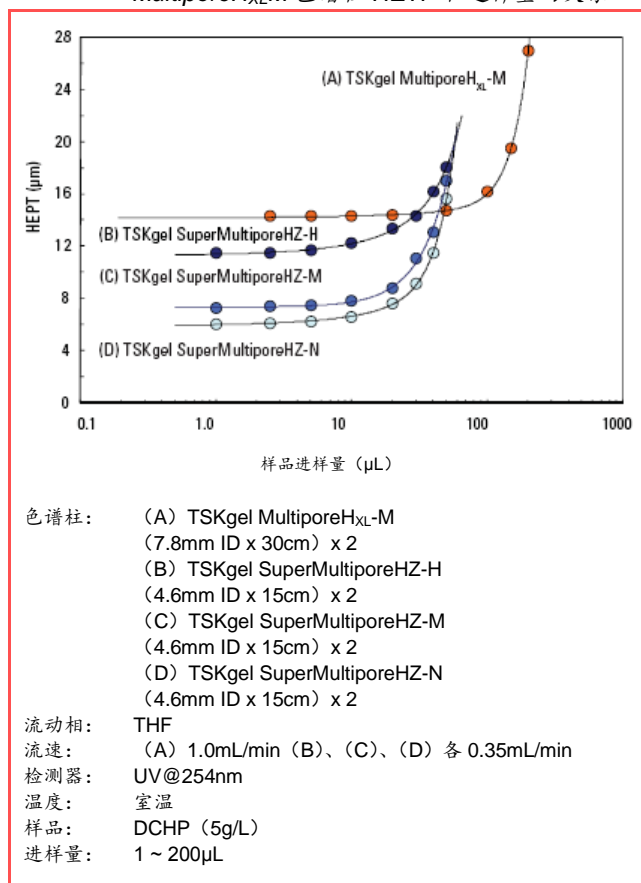


图 12 和图 13 表示用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱分析低分子聚苯乙烯标准品 (A-500) 时, 进样量不同条件下, 苯乙烯二聚体/三聚体的分离情况。如图所示, 最大进样量约为 5 μ L。

图 12: 使用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱分析苯乙烯低分子标准品时, 进样量对色谱图的影响

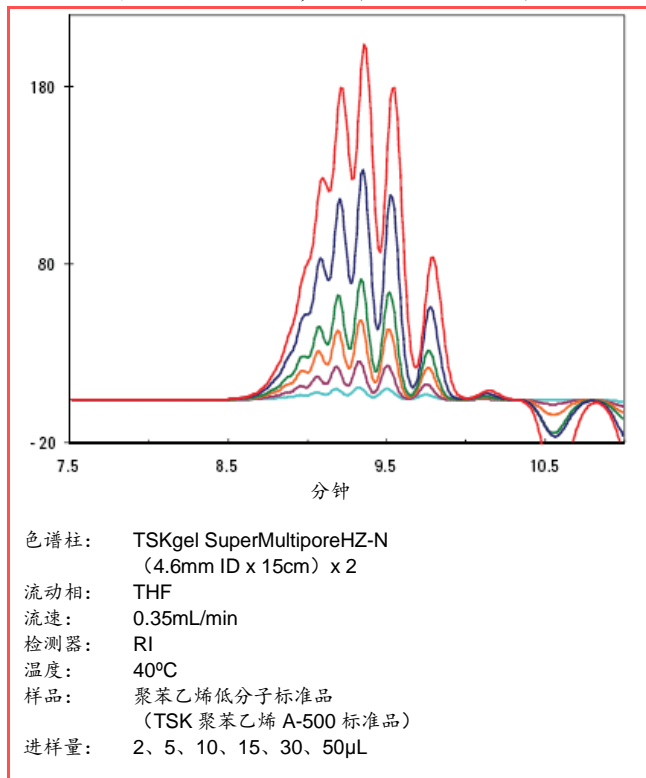
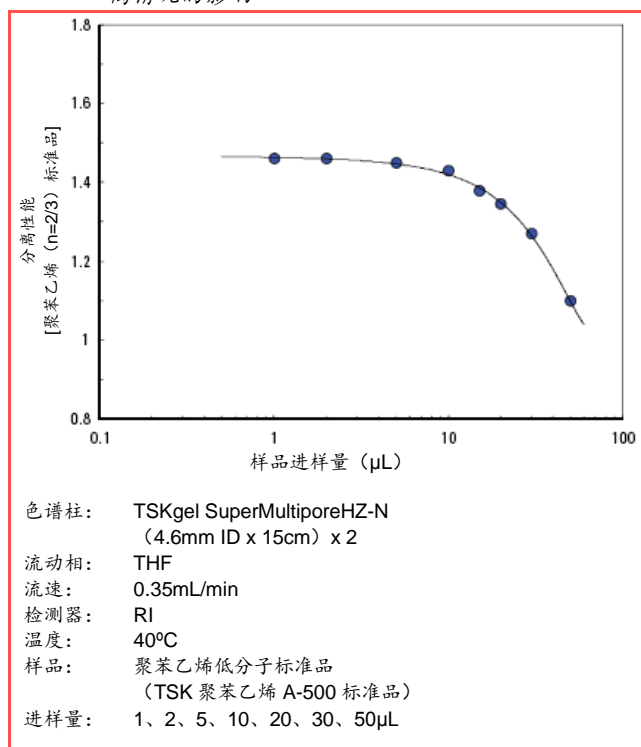


图 13: 使用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱分析聚苯乙烯低分子标准品时, 进样量对二聚体和三聚体分离情况的影响



3-6. 样品浓度的影响

样品浓度的改变可能会造成平均分子量测定结果的差异以及分离性能的波动。填料粒径越小，样品分子量越大，测定结果越容易受到影响。另外，对于聚合物，现已观察到，样品浓度增大时，流体力学体积减小，导致洗脱延迟。

图 14 和图 15 表示在 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱上分析各种浓度的聚苯乙烯 (A-500) 标准品时的色谱图，以及二聚体/三聚体的分离情况。如图所示，如样品浓度小于 10g/L 时，可以获得稳定和良好的分离性能。

图 16 至图 19 表示使用不同的浓度进行分析时，酚醛树脂和环氧树脂的平均分子量和色谱图。图中显示，当样品浓度小于 20g/L 时，可以得到稳定的平均分子量测定结果。

图 20 至图 23 表示使用 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱在不同的样品浓度下分析环氧树脂、聚苯乙烯的混合物 (NIST SRM706) 时得到的平均分子量结果和色谱图。对于平均分子量 (Mw) 为 20,000 的环氧树脂样品，当样品浓度小于 4g/L 时，浓度的影响是很小的。但是对于平均分子量 (Mw) 为 250,000 的聚苯乙烯样品，在样品浓度大于 2g/L 时，可以观察到洗脱延迟以及平均分子量结果变小。

图 24 和图 25 表示用 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱分析丙烯酸树脂样品 [平均分子量 (Mw) 为 600,000] 时，样品浓度对色谱图和平均分子量结果的影响。即使是适用于高分子样品的色谱柱，分离高分子样品时建议浓度也要小于 2g/L。

因此，样品分子量不同，最佳的样品浓度也不同，优化浓度条件对于分子量的测定非常重要。

图 14: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱分析聚苯乙烯低分子标准品时样品浓度对色谱图的影响

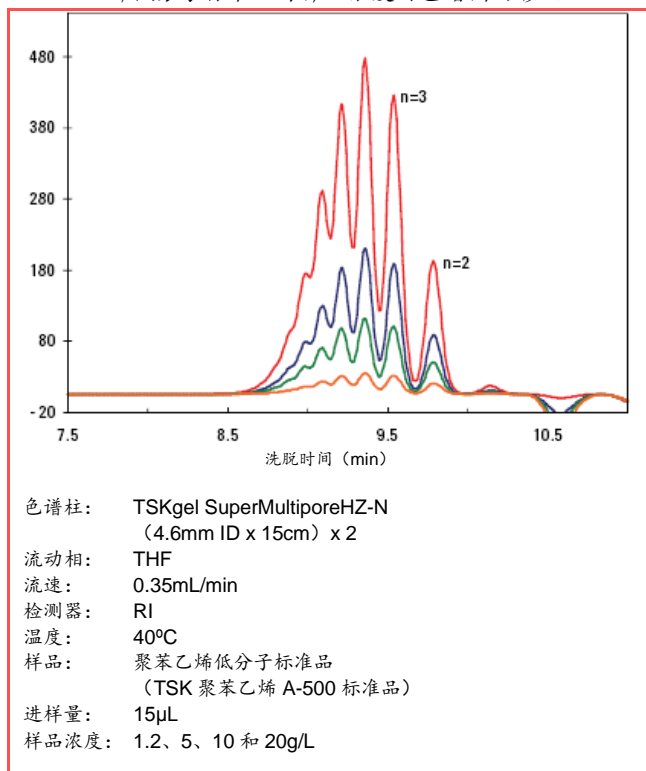


图 15: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱分析聚苯乙烯低分子标准品时，样品浓度对分离度的影响

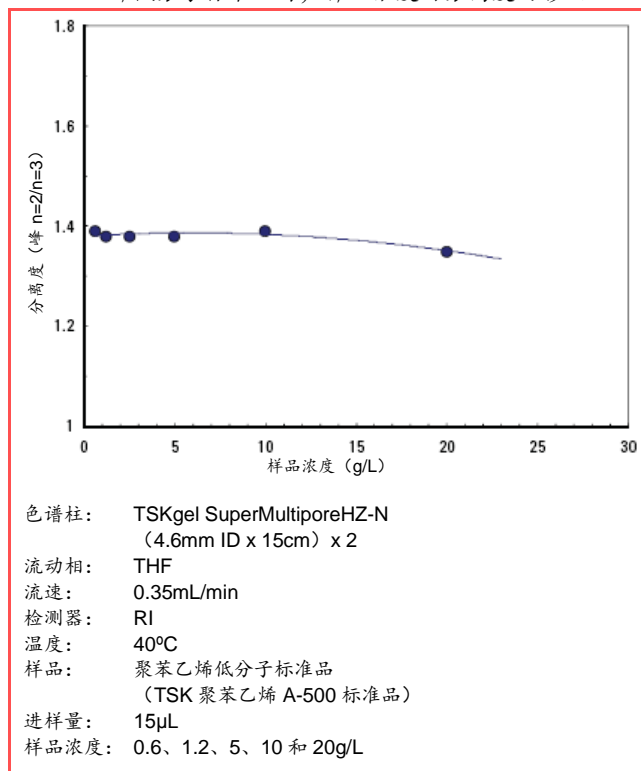


图 16: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱分析酚醛树脂时样品浓度对色谱柱的影响

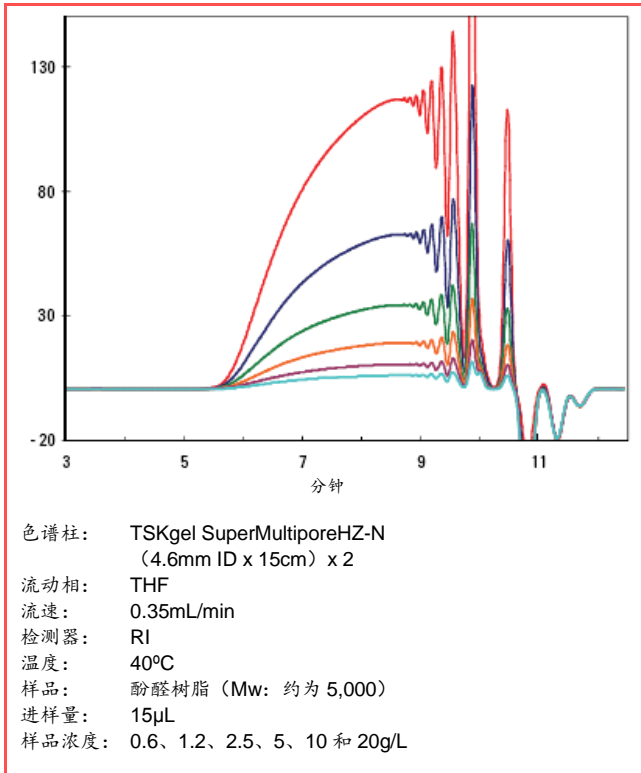


图 17: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱分析酚醛树脂时, 样品浓度对分子量结果的影响

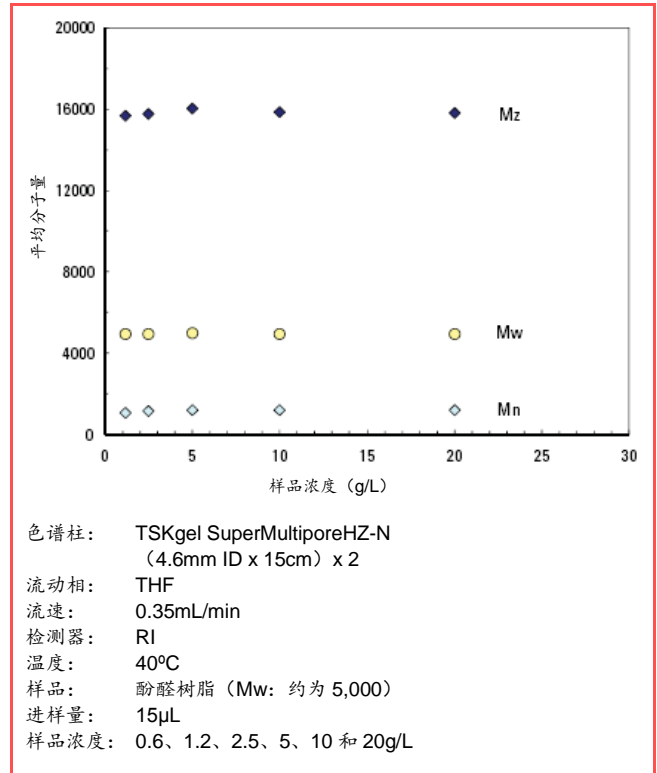


图 18: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱分析环氧树脂时, 样品浓度对色谱图的影响

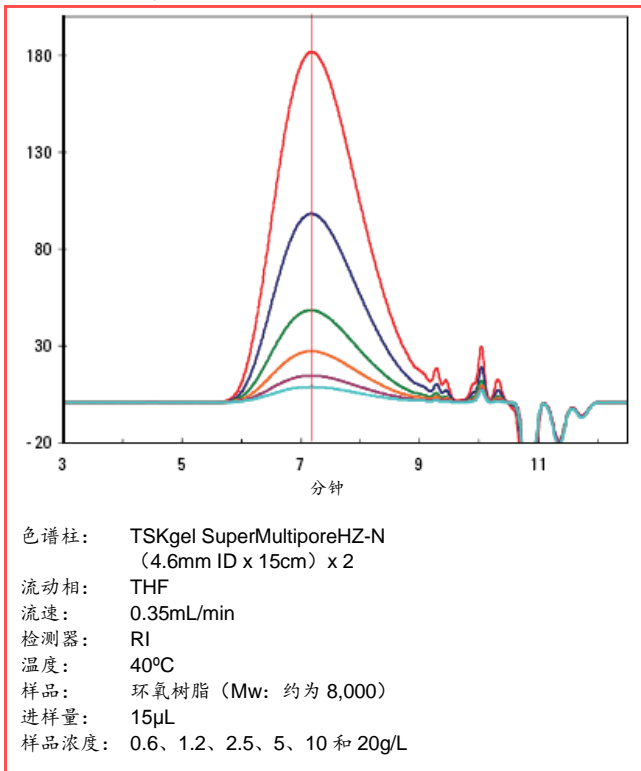


图 19: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱分析环氧树脂时, 样品浓度对分子量结果的影响

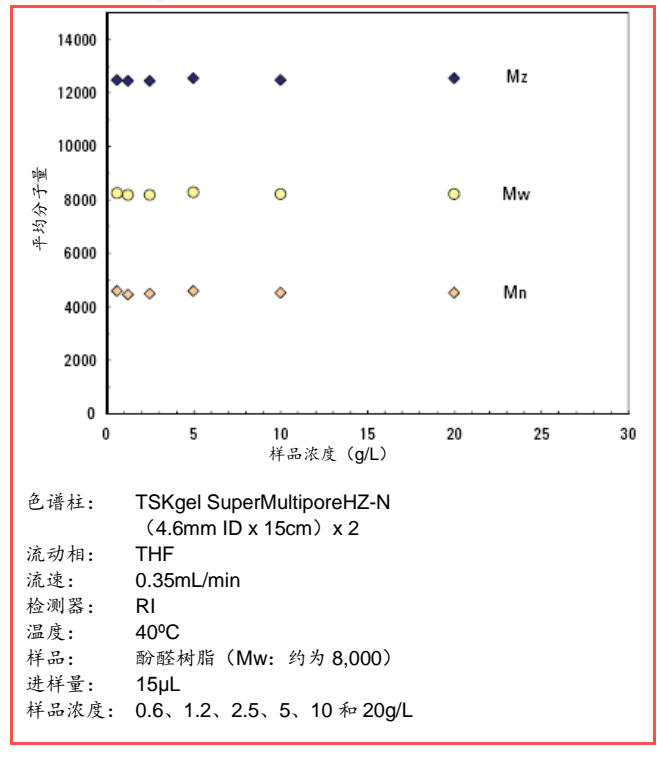


图 20: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱分析环氧树脂时, 样品浓度对色谱图与的影响

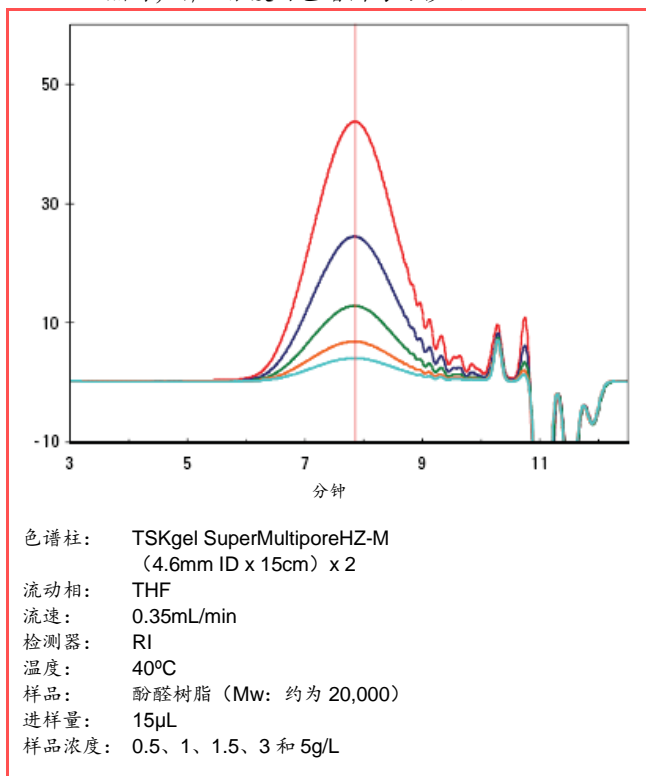


图 21: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱分析环氧树脂时, 样品浓度对分子量结果的影响

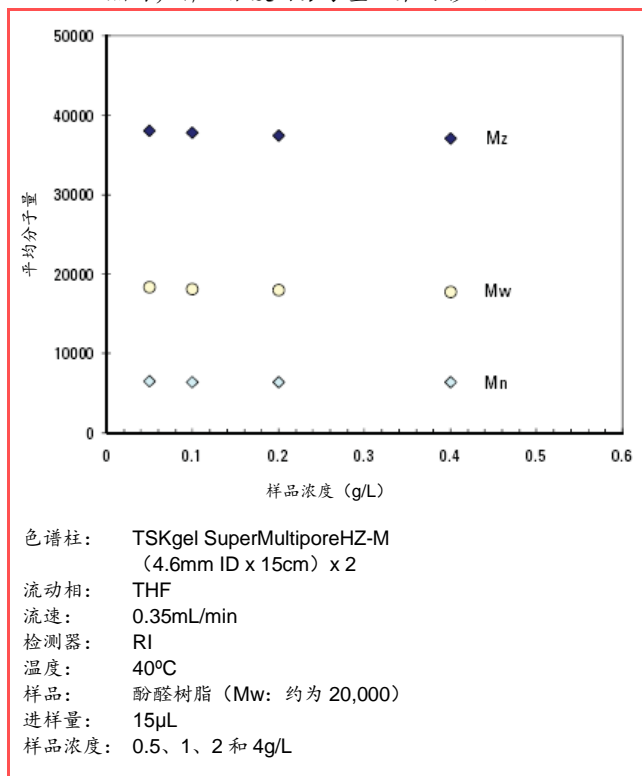


图 22: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱分析聚苯乙烯标准品时, 样品浓度对色谱图的影响

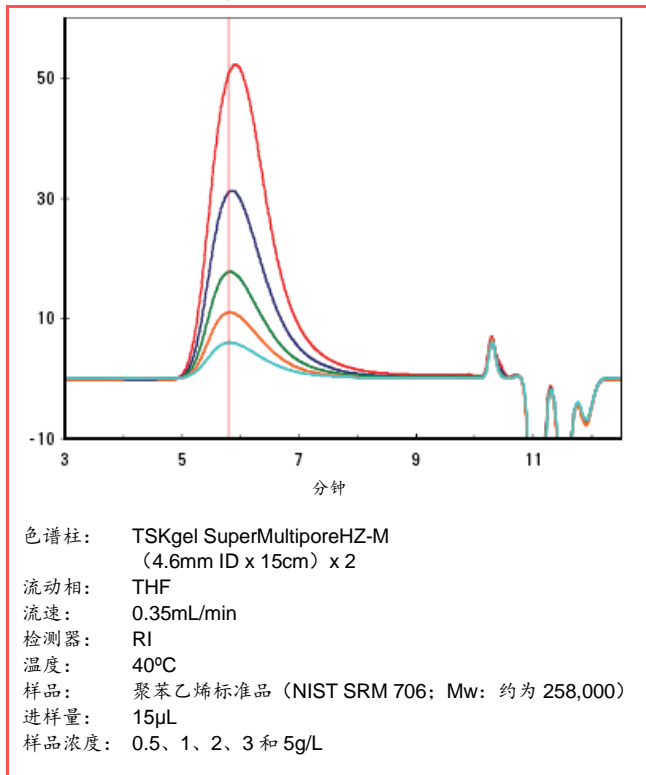


图 23: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱分析聚苯乙烯标准品时, 样品浓度对分子量结果的影响

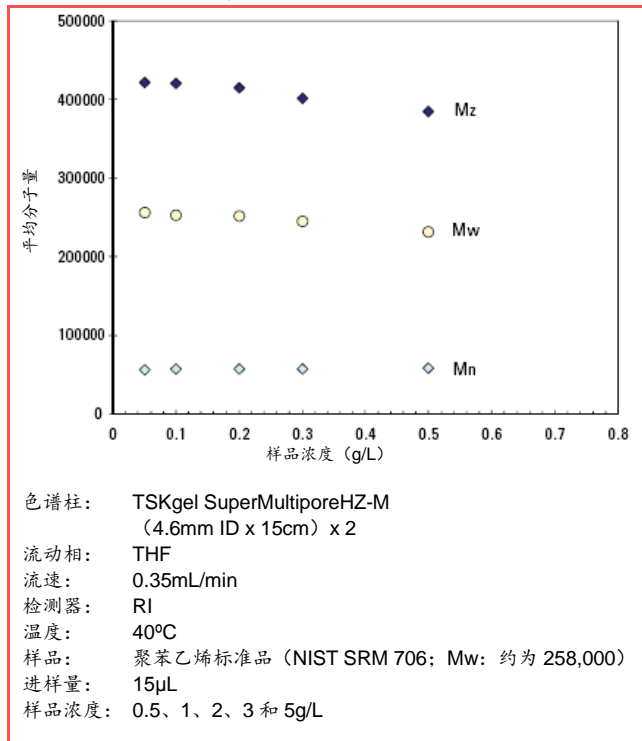


图 24: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱分析丙烯酸树脂时, 样品浓度对色谱图的影响

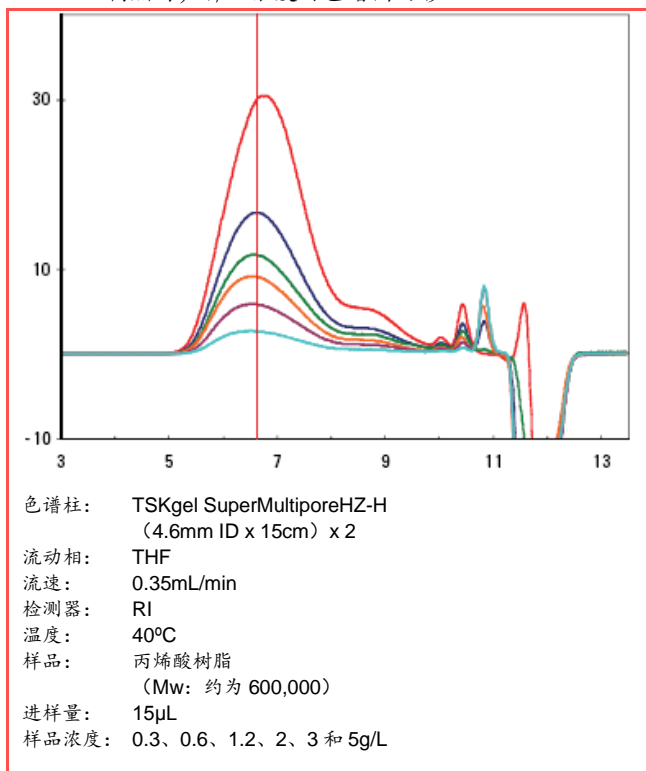
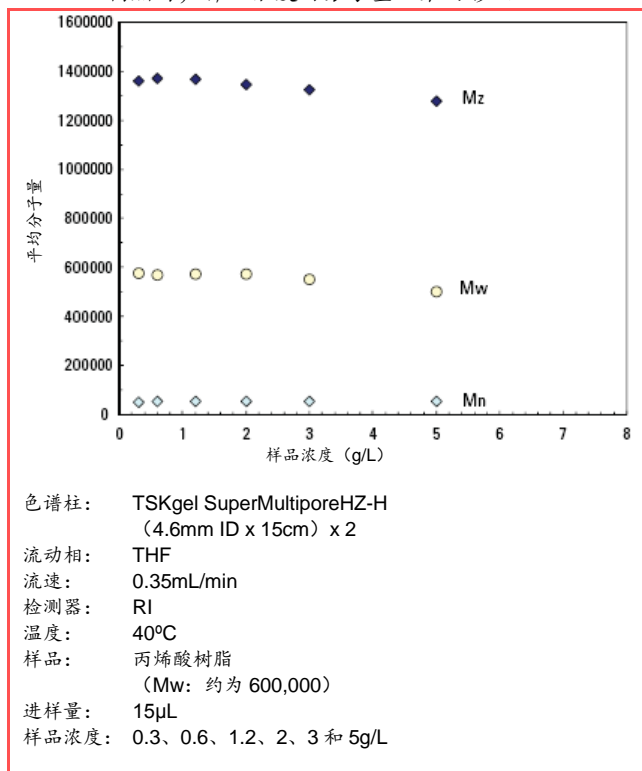


图 25: 用 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱分析丙烯酸树脂时, 样品浓度对分子量结果的影响



3-7. 色谱图异常

细孔多分散 SEC 色谱柱最重要的特点是其孔特性 (孔结构), 可以消除由多根不同孔径色谱柱串联, 或是由多种孔径的填料混合装填的色谱柱所得到的色谱图中出现拐点的现象。

3-7-1 TSKgel SuperMultiporeHZ-N

图 26 是 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱和串联的 TSKgel SuperHZ (3000+2500+2000) 色谱柱得到的酚醛树脂的色谱图。由 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱串联 (B) 得到的色谱图出现拐点; 但由 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱 (A) 得到的色谱图上却不会出现。

图 27 和图 28 是 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱和串联的 TSKgel SuperHZ (3000+2000) 色谱柱得到的各种酚醛树脂的色谱图。图 28 是串联两根 TSKgel SuperHZ

色谱柱 (3000+2000) 得到的色谱图, 在特定洗脱时间, 各个样品的色谱图均可发现拐点。然而对任何一种样品, 使用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱 (图 27), 色谱图都不会出现拐点。

表 4 表示当使用 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱和 TSKgel SuperHZ (4000+2000) 串联色谱柱分析硅树脂样品时, 平均分子量和分子量分布的结果。其中 TSKgel SuperHZ (4000+2000) 串联色谱柱, 采用了不同批次填料的 TSKgel SuperHZ2000 色谱柱。从表中可以清楚地看到, 对于 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱, 因使用不同批次填料引起的分子量的差异比使用 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱时的差异小。图 29 是由三不同批次填料的 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱上得到的硅树脂色谱图。如图所示, 色谱图之间的差异不明显, 因此可以得出, 填料批间差异也很小。

图 26: 由 TSKgel SuperMultiporeHZ-N and TSKgel SuperHZ 系列色谱柱得到的酚醛树脂色谱图

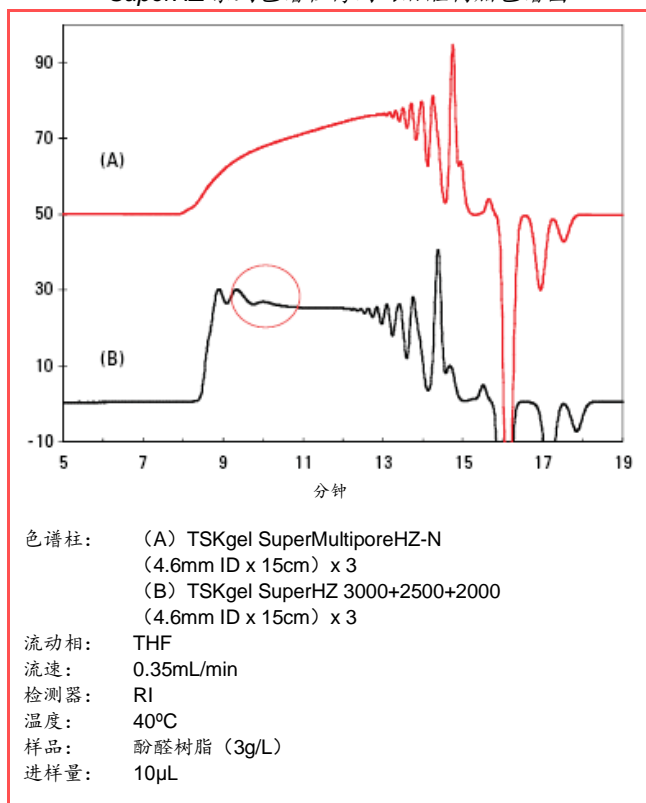


图 27: 由 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱得到的各种酚醛树脂的色谱图

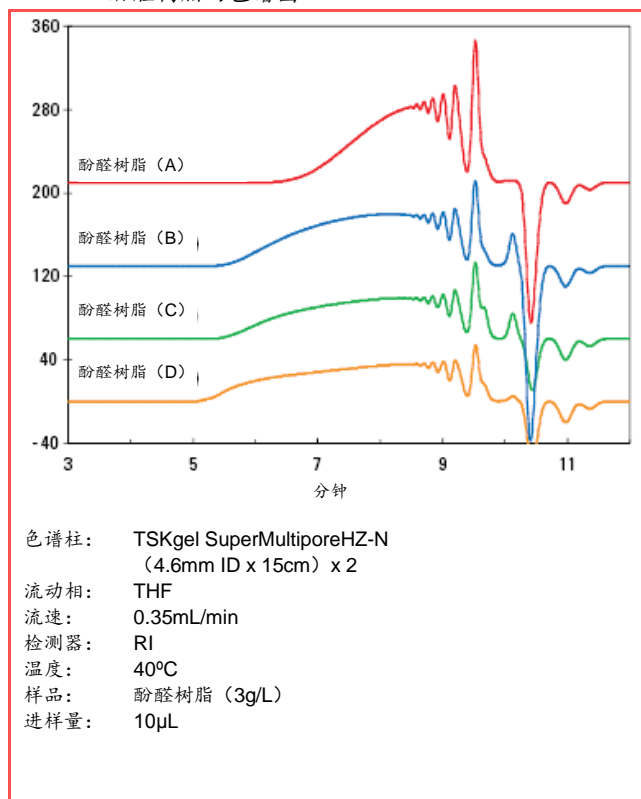


图 28: 由 TSKgel SuperHZ 得到的各种酚醛树脂的色谱图

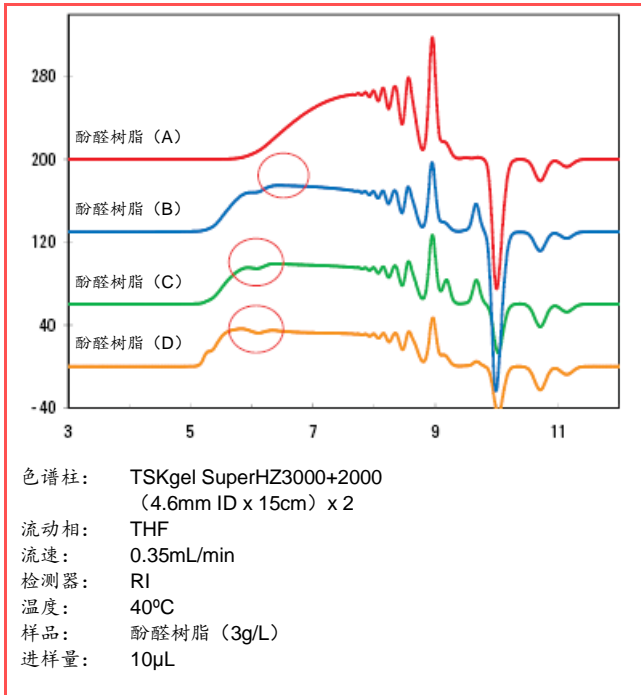


图 29: 在不同批次填料的 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱上得到的硅树脂色谱图

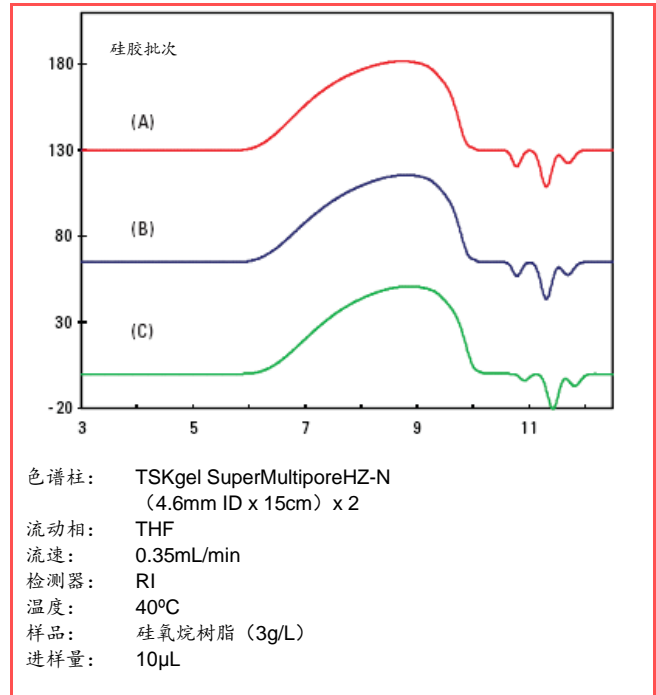


表 4: 在不同批次填料 TSKgel SuperMultiporeHZ-N 色谱柱和 TSKgel SuperHZ 色谱柱上测得的硅树脂的平均分子量

色谱柱 (硅胶批次)	平均分子量			多分散性	
	M_w	(M_n)	M_z	M_z/M_w	M_w/M_n
TSKgel SuperMultiporeHZ-N (A)	3,410	1,340	7,750	2.27	2.54
TSKgel SuperMultiporeHZ-N (B)	3,400	1,340	7,740	2.28	2.54
TSKgel SuperMultiporeHZ-N (C)	3,430	1,350	7,850	2.29	2.54
平均值 (相对标准偏差)	3,410 (0.37%)	1,340 (0.35%)	7,780 (0.64%)	2.28 (0.36%)	2.54 (0.00%)
TSKgel SuperHZ4000 + TSKgel SuperHZ2000 (A)	3,430	1,330	7,640	2.23	2.58
TSKgel SuperHZ4000 + TSKgel SuperHZ2000 (B)	3,480	1,310	7,990	2.3	2.66
TSKgel SuperHZ4000 + TSKgel SuperHZ2000 (C)	3,370	1,270	7,850	2.33	2.65
TSKgel SuperHZ4000 + TSKgel SuperHZ2000 (D)	3,540	1,320	7,710	2.18	2.68
平均值 (相对标准偏差)	3,455 (1.81%)	1,310 (1.74%)	7,800 (1.72%)	2.26 (2.60%)	2.64 (1.43%)

色谱柱: (4.6mm ID x 15cm) x 2 温度: 40°C
 流动相: THF 样品: 硅树脂 (3g/L)
 流速: 0.35mL/min 进样量: 10μL
 检测器: RI

3-7-2 TSKgel SuperMultiporeHZ-M

图 30 和图 31 是由 TSKgel SuperMultiporeHZ-M、TSKgel G (4000+3000+2500+2000) H_{XL} 串联色谱柱和 TSKgel SuperHZ (4000+3000+2500+2000) 串联色谱柱得到的酚醛树脂色谱图。由 TSKgel H_{XL} 和 SuperHZ 系列色谱柱得到的色谱图上会出现拐点，而在 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱图上并未出现。

图 32 是在两种不同色谱柱上得到的丙烯酸树脂的色谱图。如同酚醛树脂一样，对于丙烯酸树脂，由 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱得到的色谱图会出现拐点，而由 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱得到色谱图并未出现。

图 30: 在 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱和 TSKgel H_{XL} 系列色谱柱上得到的酚醛树脂色谱图

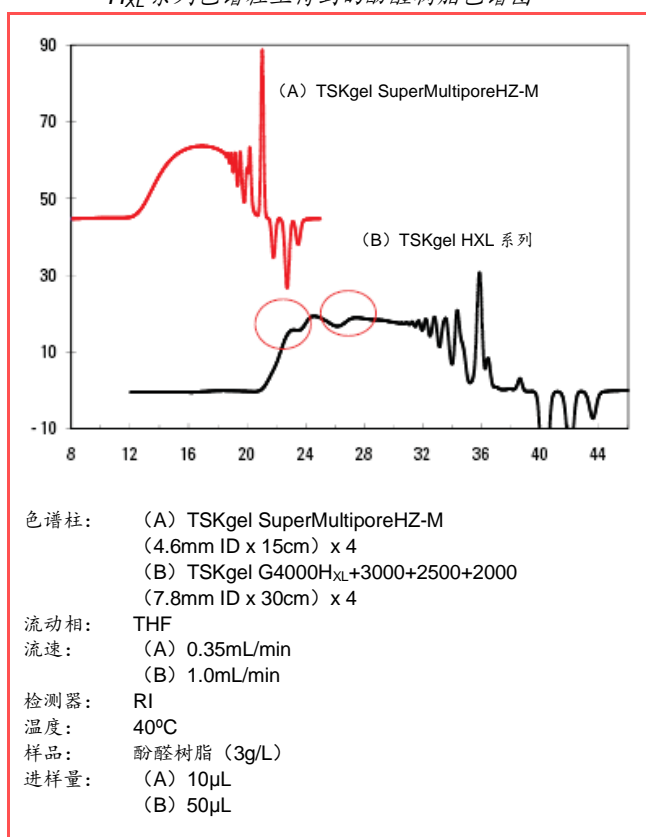


图 33 是由 TSKgel SuperHZM-M 混合床 (Mix-bed) 色谱柱 (不同孔径的填料以最佳比例混合装填) 和细孔多分散型 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱得到的酚醛树脂色谱图。即使在经过孔径特性优化的混合床色谱柱中，也会在色谱图中出现拐点。

图 31: 在 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱和 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱上得到的酚醛树脂色谱图

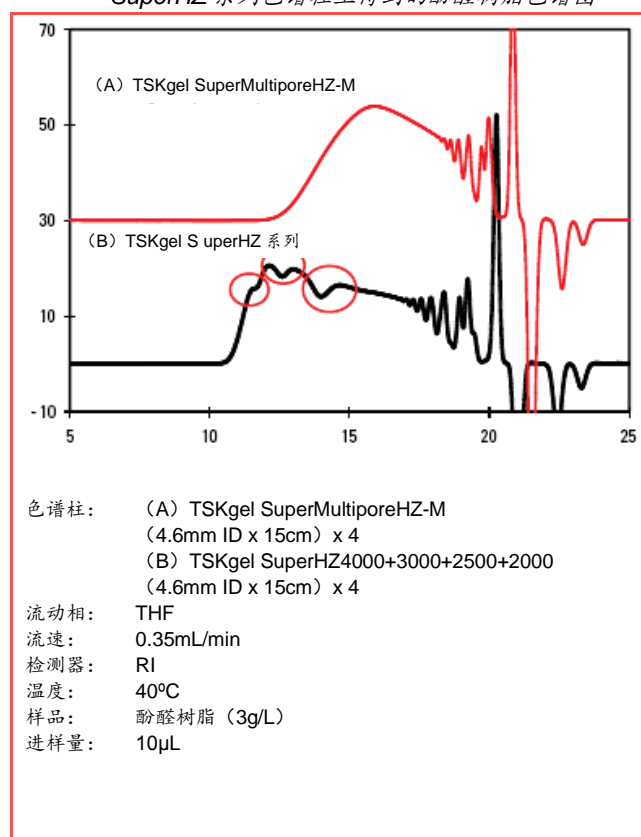


图 32: 在 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱和 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱上得到的丙烯酸树脂色谱图

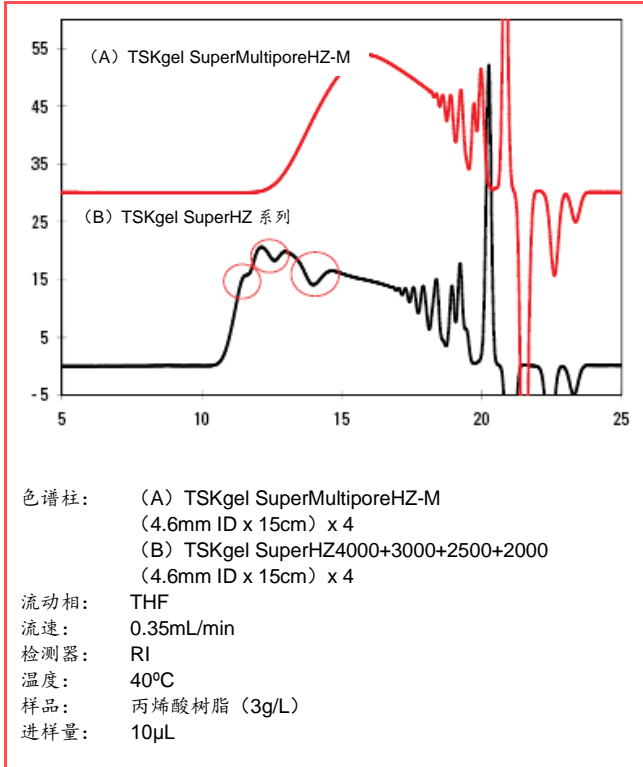
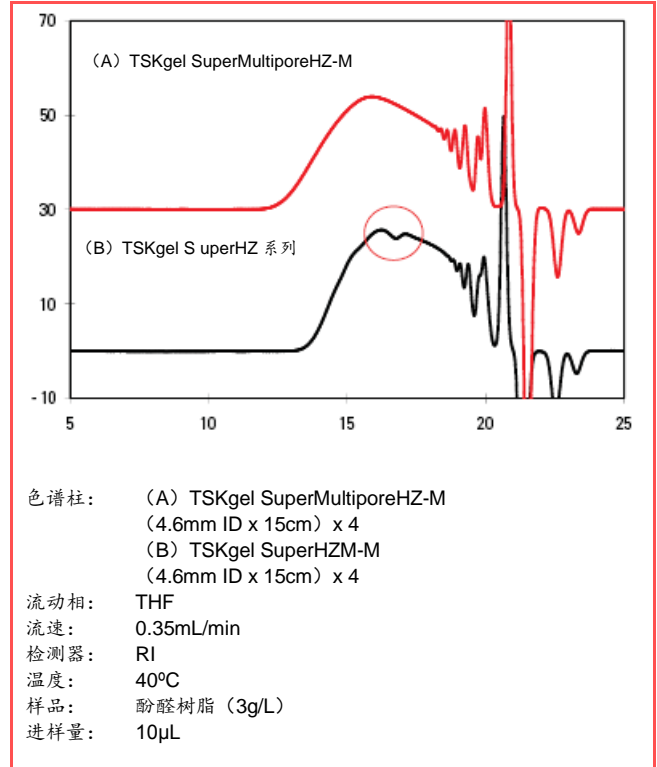


图 33: 在 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱和 TSKgel SuperHZM-M 色谱柱上得到的酚醛树脂色谱图

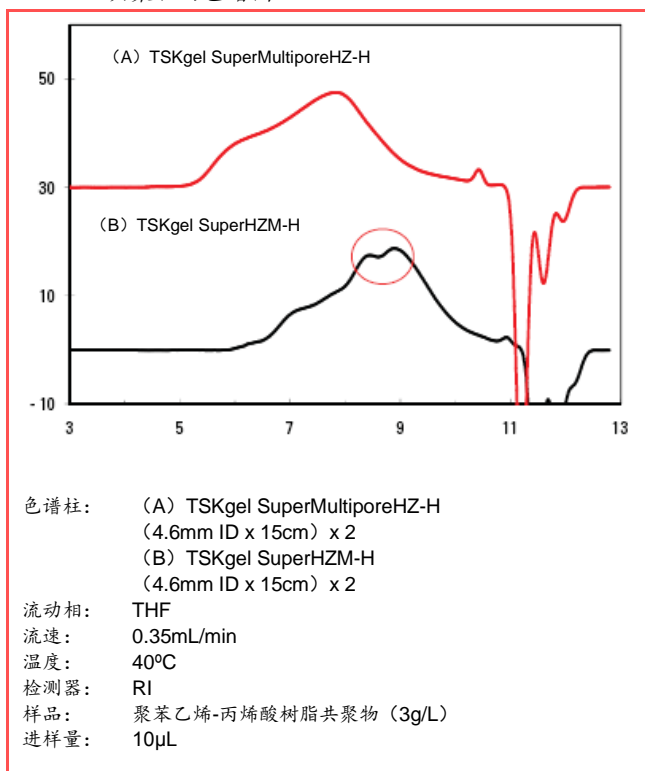


3-7-3 TSKgel SuperMultiporeHZ-H

图 34 是在 TSKgel SuperH2M-H 混合床 (Mix-bed) 色谱柱 (不同孔径的填料以最佳比例混合装填) 和用于高分子样品分析的 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱上得到的苯乙烯-丙烯酸树脂共聚物的色谱图。

即使是 TSKgel SuperH2M-H 混合床色谱柱 (孔特性优化的混合填料), 也会出现色谱图的拐点。这与在 TSKgel SuperH2M-M 色谱柱中观察到的现象相似。

图 34: 由 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱和 TSKgel SuperH2M-H 色谱柱得到的聚苯乙烯-丙烯酸树脂共聚物的色谱图

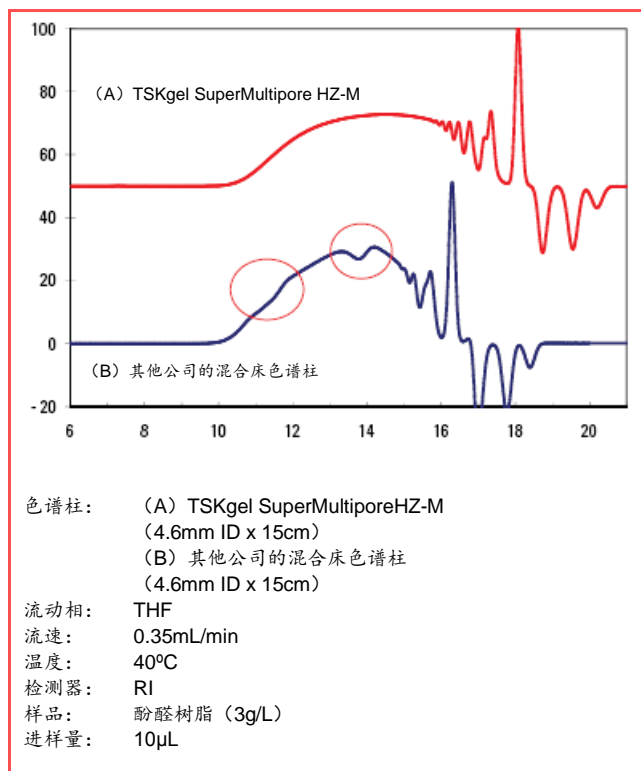


3-7-4 与其它品牌色谱柱产品的对比

图 35 是在 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱和其他公司的混合床色谱柱 (与 TSKgel SuperH2M-M 相似) 上得到的酚醛树脂的色谱图。

如图所示, 图 33 中出现的同类型的拐点, 也出现在该混合床色谱柱的色谱图中。

图 35: 由 TSKgel SuperMultiporeHZ-M 色谱柱和其他公司的混合床色谱柱得到的酚醛树脂的色谱图



4. 应用实例

图 36 至图 43 是使用 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱分离各种聚合物的色谱图。可以看到在各种聚合物的色谱图中，均能得到平滑的色谱峰形，没有出现拐点。

图 36: 聚异丁烯在 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱上的分离

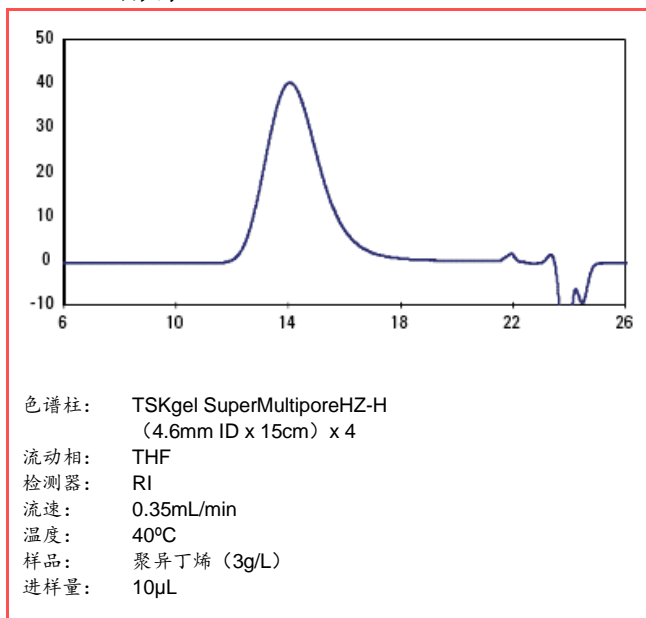


图 37: 丙烯酸树脂 (1) 在 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱上的分离

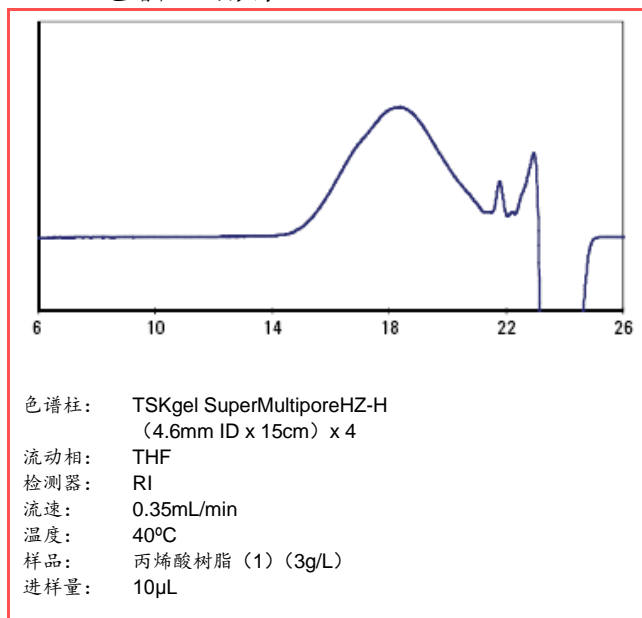


图 38: 聚苯乙烯 (NIST SRM 706) 在 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱上的分离

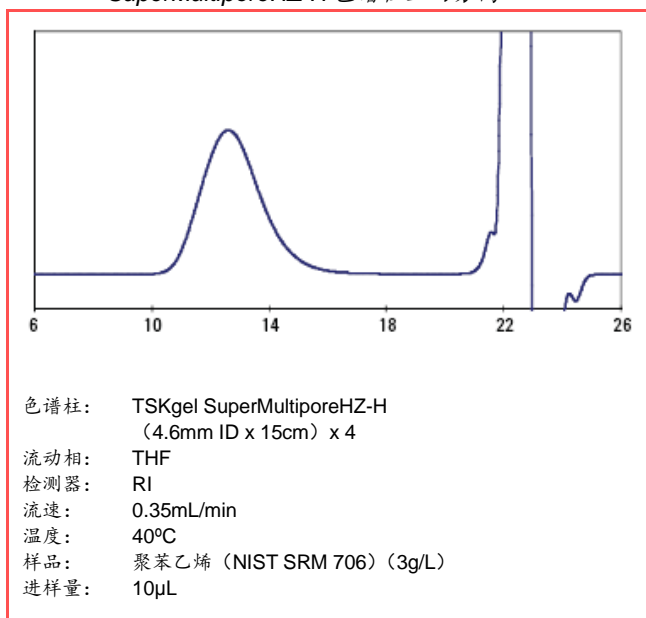


图 39: 聚丁二烯在 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱上的分离

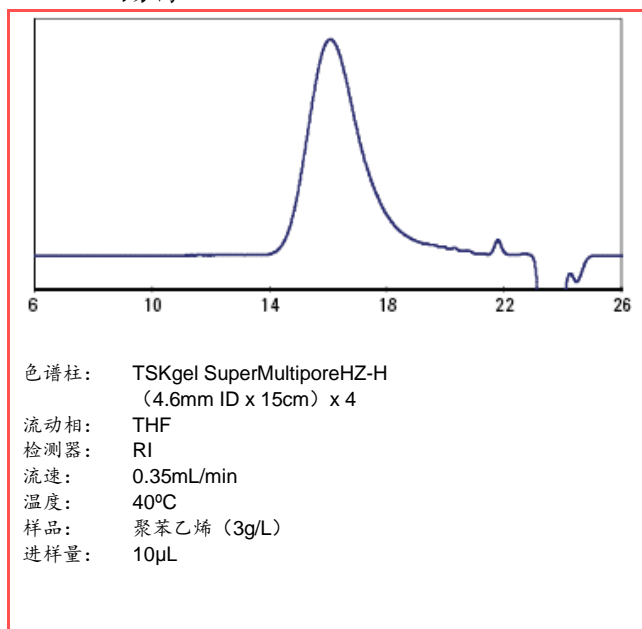


图 40: 聚乙烯醇缩丁醛在 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱上的分离

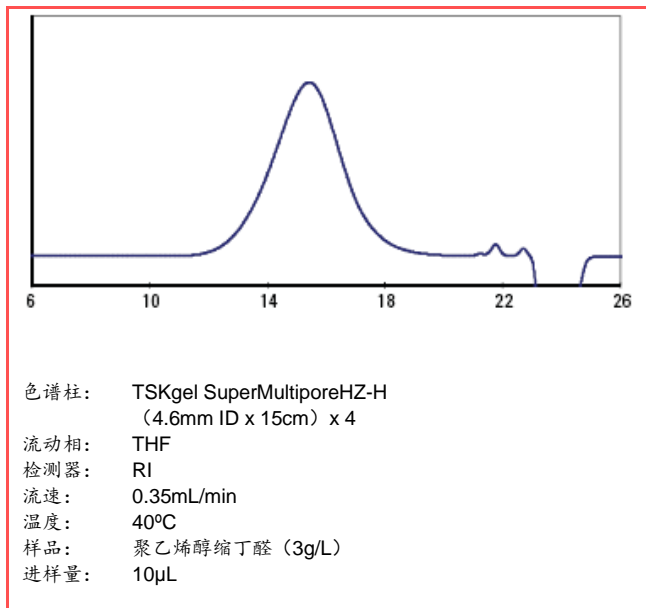


图 41: 聚碳酸酯在 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱上的分离

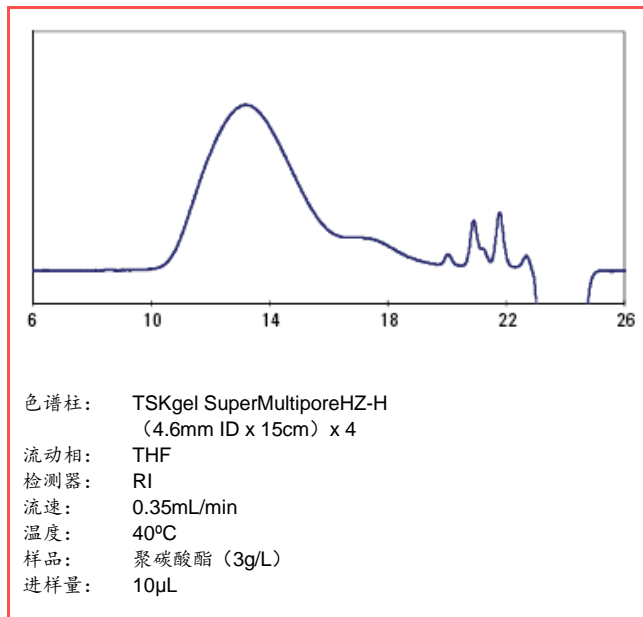


图 42: 环氧树脂在 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱上的分离

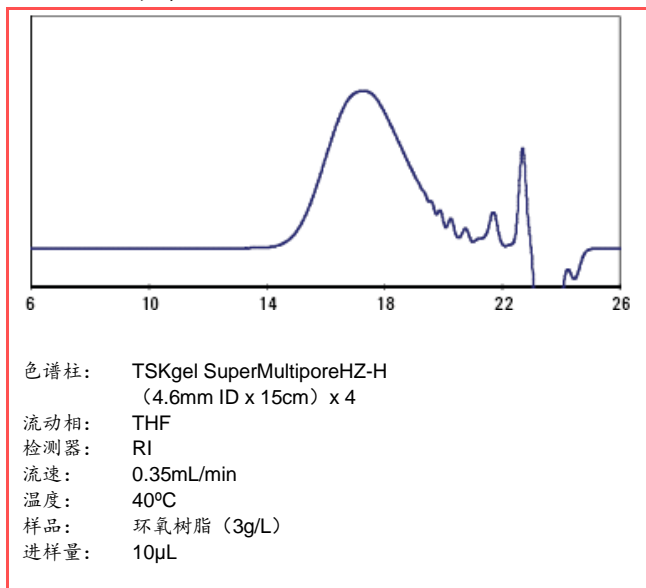
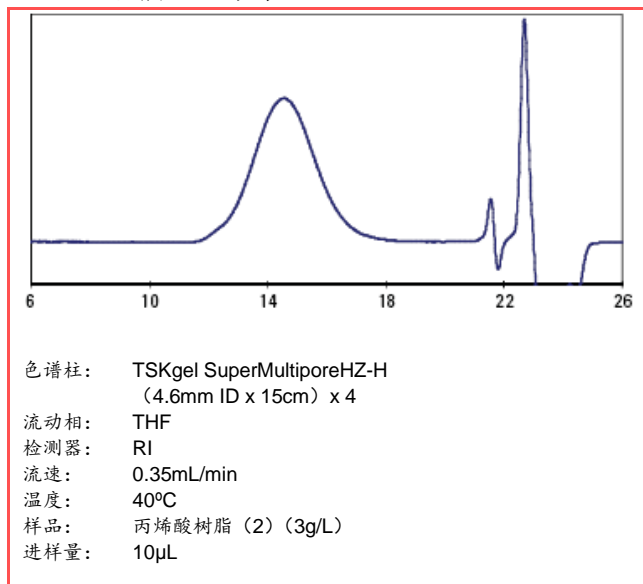


图 43: 丙烯酸树脂 (2) 在 TSKgel SuperMultiporeHZ-H 色谱柱上的分离



5. 总结

细孔多分散型 TSKgel SuperMultiporeHZ 系列色谱柱是一种新型的半微量色谱柱,在有机溶剂体系下进行色谱分析,可得到理想的色谱图。除保留了 TSKgel MultiporeH_{XL}-M 色谱柱的优点外,该系列色谱柱还由于采用单分散粒径的填料,可实现高速分析。同时,色谱柱尺寸减小至半微量水平,从而大大减少了溶剂的消耗量。为充分发挥 TSKgel SuperMultiporeHZ 色谱柱的性能优势,我们建议配合半微量的 EcoSEC HLC-8320 凝胶渗透色谱系统一起使用。

参考文献

M. Nagata, T. Kato, H. Furutani, J. Liq. Chrom & Rel. Technol., 21 (10) 1471-1484 (1998)



TOSOH

TOSOH BIOSCIENCE

东曹（上海）生物科技有限公司

地址：上海市徐汇区宜山路 1289 号 B 座 3F, 301 室
电话：+86-21-34610856 传真：+86-21-34610858
电子邮件：info@tosoh.com.cn
网址：www.separations.asia.tosohbioscience.com