

Application News

No. L482

高效液相色谱
High Performance Liquid Chromatography

使用 Prominence-i GPC 系统测定疏水性聚合物中的添加剂

Analysis of Polystyrene with Antioxidant Additive Using Prominence-i GPC System

长期以来，在疏水性聚合物分析领域，通常使用示差折光检测器进行 GPC 分析。如果包含微量的主成分聚合物添加剂，因为其具有紫外吸收，所以有时使用 UV 检测器或光电二极管阵列(PDA)检测器，以高灵敏度检测这些微量成分。通过联用示差折光检测器与 UV 检测器，可同时分析主成分与微量添加剂，计算聚合物的分子量分布，并且可确认微量成分的 UV 光谱，以进行定性和定量分析。

新一体化高效液相色谱仪 Prominence-i 可连接示差折光检测器 RID-20A。柱温箱内可安装 3 根 30 cm 用于 GPC 分析的色谱柱，因此也支持需要使用长色谱柱的应用程序。

本文向您介绍使用 Prominence-i GPC 系统对聚苯乙烯进行 GPC 分析的示例。

■ 聚苯乙烯中添加剂的 GPC 分析

GPC Analysis of Polystyrene with Antioxidant

多数聚合物中含有塑化剂、抗氧化剂、润滑剂、硫化促进剂和阻燃剂等添加剂。

我们向聚苯乙烯 (PS) 中添加了微量的受阻酚类抗氧化剂 Irganox 1010 并进行了分析。图 1 为注入了 5 μ L 样品 (5 g/L) 的测定结果；图 2 为 Prominence-i 内置 PDA 检测器得到的 Irganox 1010 光谱图；表 1 为分析条件。色谱柱使用了 KF-804L；流动相使用了不含稳定剂的四氢呋喃 (THF)。

如图 1 所示，在约 7.5 分钟处检测到洗脱的 PS，稍后即检测到 Irganox 1010。添加剂的出峰在 RID 检测器上响应很小，使用 PDA 检测器，通过优化检测波长后具有高灵敏度，从而进行定量分析。如图 2 所示，使用 PDA 检测器得到的 UV 光谱，可进行 Irganox 1010 的定性分析。

表 1 分析条件
Analytical Conditions

色谱柱	: Shodex KF-804L (300 mm L. \times 8.0 mm I.D.)
流动相	: 四氢呋喃 (THF) (不含稳定剂)
流速	: 1.0 mL/min
柱温	: 40 $^{\circ}$ C
进样体积	: 5 μ L
检测器 (PDA)	: 230 nm
流通池	: 一体化 LC 用标准池
检测器 (RID)	: RID-20A
极性 +、池温度 40 $^{\circ}$ C、响应 1.0 sec	

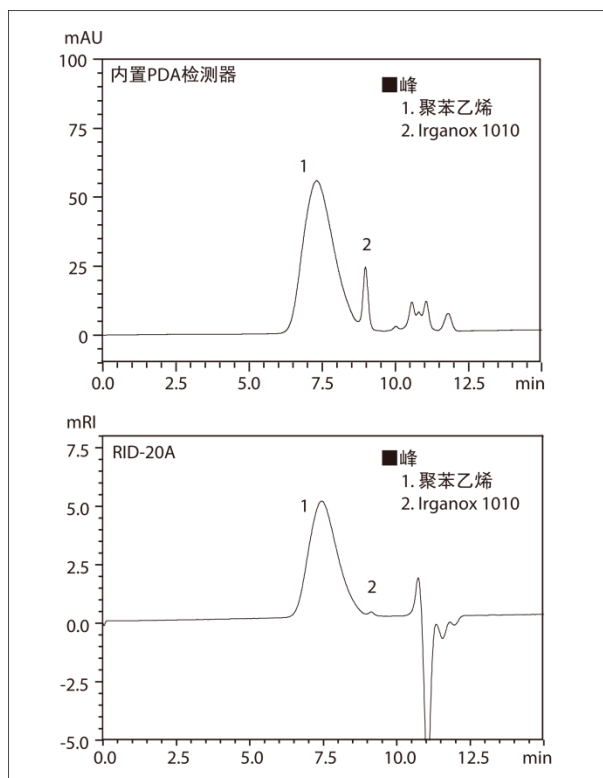


图 1 聚苯乙烯 (PS) 中添加剂的色谱图 (5 g/L, 注入 5 μ L)

上: 内置 PDA 检测器

下: RID-20A 检测器

Chromatograms of Polystyrene (PS) with Antioxidant
(5 g/L, 5 μ L Injected)
Upper: Internal PDA Detector
Lower: RID-20A Detector

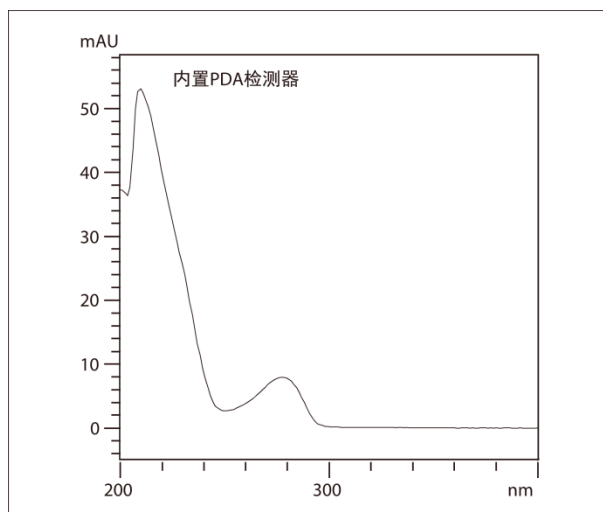


图 2 Irganox 1010 的光谱图
Spectrum of Irganox 1010

■ 标准曲线

Calibration Curve

图3为PS的标准曲线；表1为分析条件。本次分析使用了标准曲线为直线的色谱柱。在3,950~197,000的分子量范围内绘制了标准曲线。由图可知，回归系数 $R^2 = 0.999$ 以上，表示线性良好。

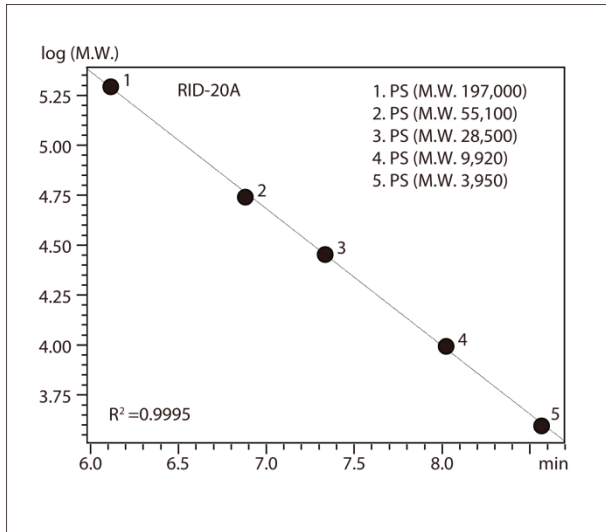


图3 PS的标准曲线 (M.W. 3,950~197,000, 注入 5 μ L)
Calibration Curve for PS (M.W. 3,950 to 197,000, 5 μ L Injected)

■ 分子量分布与重复性

Distribution of Molecular Weight and Repeatability

图4为PS中添加剂的分子量分布曲线。黑线为微分分子量分布曲线；蓝线为积分分子量分布曲线。重均分子量 (M_w) 和数均分子量 (M_n) 分别为 26078 和 15422。此时，分子量分布 (多分散性: M_w/M_n) 约为 1.69。

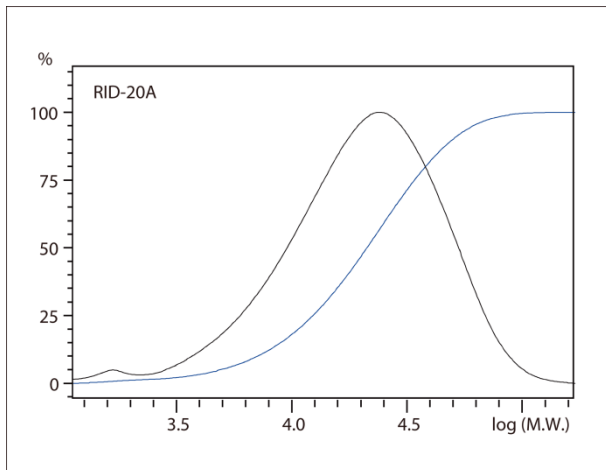


图4 PS的分子量分布曲线 (5 g/L, 注入 5 μ L)

黑线: 微分分子量分布曲线
蓝线: 积分分子量分布曲线

Distribution of Molecular Weight Curve for PS (5 g/L, 5 μ L Injected)
Black Line: Differential Curve
Blue Line: Integral Curve

■ 线性与定量

Linearity and Quantitation

图5为Irganox 1010的标准曲线；表1为分析条件。在10~100 mg/L的浓度范围内绘制了标准曲线。由图可知，回归系数 $R^2 = 0.999$ 以上，表示线性良好。

根据标准曲线可知，图1中的Irganox 1010含量为 10.8 mg/g 聚苯乙烯 (PS)。

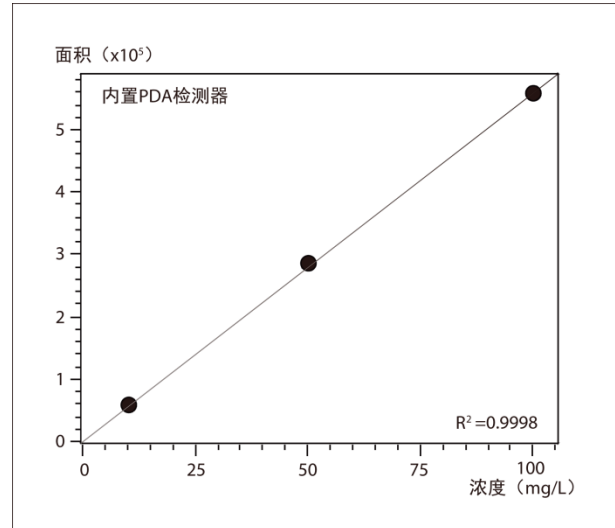


图5 Irganox 1010的标准曲线 (10~100 mg/L, 注入 5 μ L)
Calibration Curve for Irganox 1010 (10 to 100 mg/L, 5 μ L Injected)

[注意事项]

- 1) 将连接色谱柱出口的管路和管件更换为不锈钢制部件。
- 2) 将进样针密封圈 (自动进样器) 更换为 Vespel® 密封圈。
- 3) 未使用自动清洗套件。