

用GPC测定丙烯酸类树脂的相对分子量及其分布

LC-059

摘要：用凝胶渗透色谱法(GPC)对油墨行业用的丙烯酸类树脂的相对分子量及其分布进行测定，色谱柱为Shodex KF-805L(8.0 mmI.D., 300 mmL.)，已知相对分子量的聚苯乙烯为标样，以四氢呋喃为流动相，示差折光检测器，测定丙烯酸树脂的相对分子量及其分布。

关键词：GPC 丙烯酸类树脂 相对分子量及其分布

凝胶渗透色谱 [GPC (Gel Permeation Chromatography)]，也称作体积排斥色谱 (Size Exclusion Chromatography)，是三十年前才发展起来的一种新型液相色谱，是色谱中较新的分离技术之一。其原理就是利用多孔性物质按分子体积大小进行分离，二十世纪60年代J.C.Moore在总结了前人经验的基础上，结合大网状结构离子交换树脂制备的经验，将高交联度聚苯乙烯凝胶用作柱填料，同时配以连续式高灵敏度的示差折光仪，制成了快速且自动化的高聚物分子量及分子量分布的测定仪，从而创立了液相色谱中的凝胶渗透色谱技术。

三十多年来，凝胶渗透色谱的理论、实验技术和仪器的性能等方面有了突飞猛进的发展。尤其是随着新型柱填料的诞生、高效填充柱的出现(目前其理论塔板数已超过10000/米)以及计算机的普及，凝胶渗透色谱在工业、农业、医药、卫生、国防、宇航以及日常生活的各个领域得到了广泛的应用。特别是近年来，随着各种高分子材料的问世，人们对高分子科学的不断探索，高聚物的分子量及其分布的测定显得尤为重要，成为科研和生产中不可缺少的测试项目之一。

本文就是以聚苯乙烯为标准样品，利用GPC测定丙烯酸树脂的相对分子量分布。

实验部分

1.1 仪器

Shimadzu Prominence GPC系统，包括LC-20AD(输液泵)，SIL-20A(自动进样器)，CTO-20A(柱温箱)，RID-10A(示差检测器)，CBM-20A(控制器)，DGU-20A3(在线脱气机)，LCsolution(色谱工作站)和GPC for LCsolution(分子量计算软件)

1.2 色谱条件

流动相：四氢呋喃

色谱柱：Shodex KF-805L和KF-G保护柱

流速：1 mL/min

洗脱方式：等度洗脱

进样体积：50 μ L

柱温箱：40 $^{\circ}$ C

1.3 样品制备

1.3.1 标样的制备

分子量校准曲线所用的标准品为PS(聚苯乙烯)，有10种不同分子量的标品。将它们按表1分为5组，每组含2种标品，称量值如表1所示，然后用10 mL流动相(四氢呋喃)溶解，配成5个标样。

表1 分子量标样配制表

PS Standard	Mp(峰位分子量)	称量值(mg)
A	1200	100
	112000	25
B	2900	100
	257000	10
C	6930	50
	678000	10
D	19800	50
	1470000	5
E	46500	25
	3730000	5

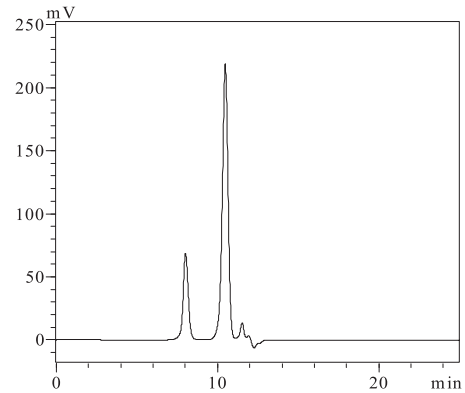


图1 STD A 的色谱图

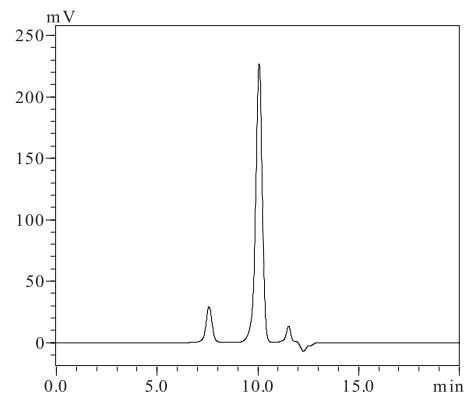


图2 STD B 的色谱图

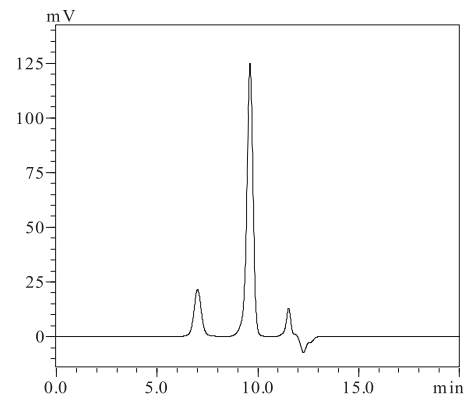


图3 STD C 的色谱图

1.3.2 样品的制备

称取样品用四氢呋喃溶解，静置过夜，次日检测，Sample1和Sample2的含量为40%(分子量约为500000)，Sample2和Sample3的含量为30%(分子量约为100000)，Sample5(分子量约为1080000)配成溶液(称取0.1 g样品加入14.9 mL四氢呋喃)，具体信息见表2。

表2 样品的具体信息

样品编号	称取的质量(mg)	四氢呋喃的溶解体积(mL)
Sample1	40.2	30
Sample2	52.6	40
Sample3	22.8	3
Sample4	30.1	5
Sample5	210.6	4

结果与讨论

2.1 标样分析结果如图1-图6所示

2.2 样品测定结果如图7-图11所示

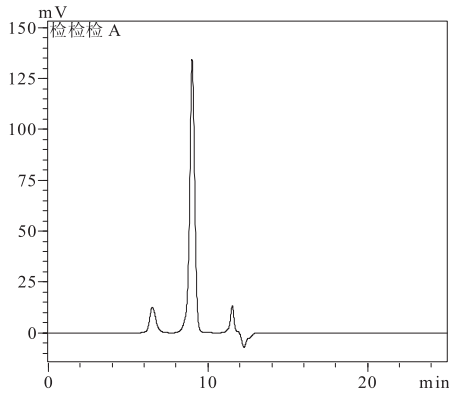


图4 STD D 的色谱图

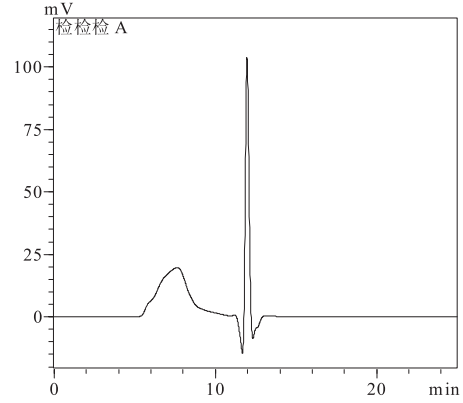


图7 Sample1 样品色谱图

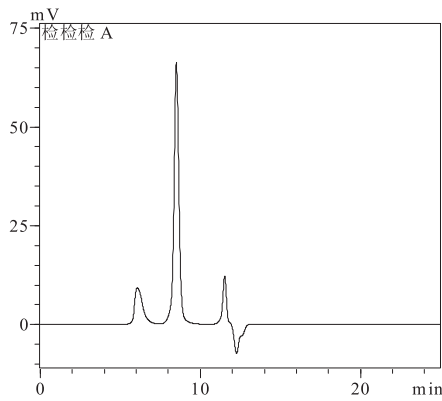


图5 STD E 的色谱图

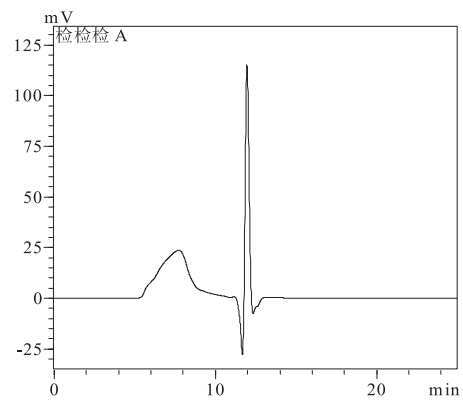


图8 Sample2 样品色谱图

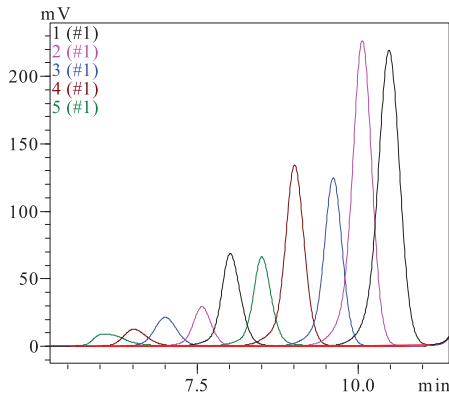


图6 STDA, B, C, D, E 的重叠色谱图

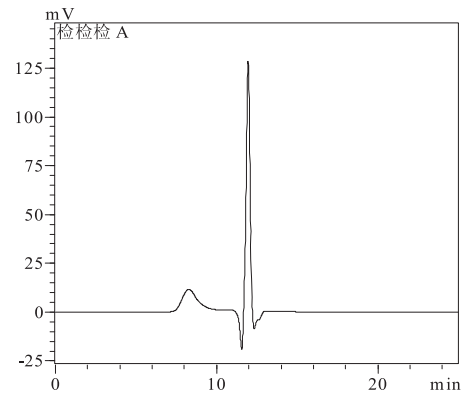


图9 Sample3 样品色谱图

2.3 分子量计算结果如表3所示

表 3 样品平均分子量测定结果

样品名	Mn	Mw	Mw/Mn
Sample1	52799	876702	16.60
Sample2	49316	890495	18.06
Sample3	39758	77710	1.95
Sample4	39159	78127	2.00
Sample5	436884	803180	1.84

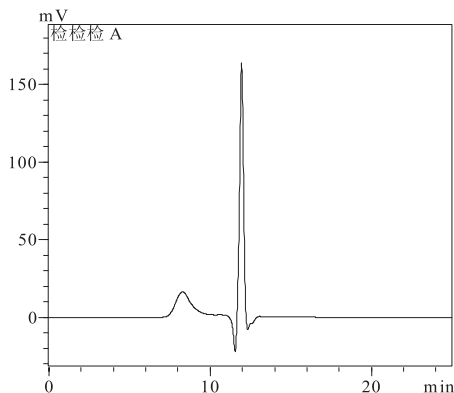


图 10 Sample4 样品色谱图

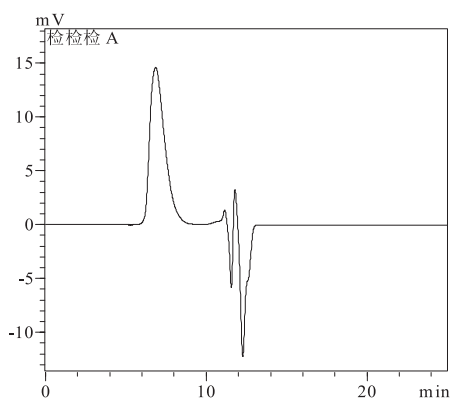


图 11 Sample5 样品色谱图


讨论

岛津Prominence GPC系统能使用多种流动相测定聚合物，如二氯甲烷、四氢呋喃、二甲基甲酰胺等，快速准确的测定聚合物的相对分子量及其分布，除此之外，岛津Prominence GPC还能和GCMS串联，比如对蔬菜、水果、茶叶、烟草等中的农药残留的同时进行检测。