

GPC 法分析 SSBR 橡胶分子量及分子量分布

LC-428

摘要：本文建立了一种尺寸排阻色谱法测定 SSBR 橡胶分子量及分子量分布的方法。样品经尺寸排阻色谱柱分离，GPC 再解析软件分析，三次回归曲线校正，在 Mp 370~2520000 Da 范围内，校准曲线相关系数 $R>0.999$ ，线性相关性良好。可供相关行业参考。

关键词：尺寸排阻色谱 SSBR 橡胶 分子量分布

技术特点：

- ❖ GPC 法成功分析 SSBR 橡胶分子量及分子量分布。
- ❖ LabSolutions GPC 再解析报告内容丰富，可直接读取待测样品的分子量等相关信息。

溶聚丁苯橡胶（SSBR 橡胶），是由苯乙烯和丁二烯共聚而成的橡胶类弹性体，赋予了材料防滑、耐磨、耐低温以及初粘性好等优异性能，已广泛用于高端鞋材、胶粘剂等行业的应用。门尼粘度是合成橡胶生产的主要质量指标，是合成橡胶性能的综合反映。对 SSBR 橡胶来说，影响门尼粘度的因素比较多，其中聚合物的分子量及其分子量分布对门尼粘度有重要作用，对其机械性能有非常直接的影响。

凝胶渗透色谱法（GPC）又称体积排除色谱法，GPC 法测量分子量由于其操作简单、可测分子量范围大，是目前最常用的分子量测量方法。使用 GPC 测定高分子的分子量及分布可以获得数均分子质量 M_n 、重均分子质量 M_w ，粘均分子质量 M_v 等数据。

本文使用岛津 GPC 系统，以已知相对分子量的聚苯乙烯（PS）为标样，以四氢呋喃为流动相，测定 SSBR 橡胶的相对分子量及其分布。

实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 LC-40D GPC 系统，具体配置为：

输 液 泵：LC-40D

系统控制器：CBM-40lite

柱 温 箱：CTO-40S

检 测 器：RID-20A

自动进样器：SIL-40

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.113GPC 再解析

1.2 分析条件

色 谱 柱：PLgel MIXED-B 4.6 mm I.D.×300 mm L, 10 μ m

保 护 柱：PLgel Guard 7.5 mm I.D.×50 mm L, 10 μ m

流 动 相：THF

流 速：1.0 mL/min

进 样 体 积：20 μ L

柱 温：40 $^{\circ}$ C

1.3 试剂配制

供试品溶液：称取 SSBR 橡胶适量，用四氢呋喃溶解，使其浓度为 0.1%（质量分数）。静置过夜，次日检测。

对照品溶液：分子量校准曲线所用的标准品为 PS，市售 PS 标准品共 3 组，每组含 4 种不同分子量的标品。分别用 1 mL 四氢呋喃溶解，配成 3 个标样。

表 1 对照品溶液配置表

No.	PS Standard	Mp
1	A	2520000
		277000
		34800
		3470
2	B	1240000
		130000
		19700
		1306
3	C	552000
		66000
		8680
		370

■ 结果与讨论

2.1 色谱图及线性范围

将 PS 标准溶液，按 1.2 中的分析条件进行测定，以保留时间为横坐标，峰位分子量的对数值为纵坐标，使用 GPC 再解析软件，建立校准曲线，结果如图 1 所示，相关系数 $R > 0.999$ 。

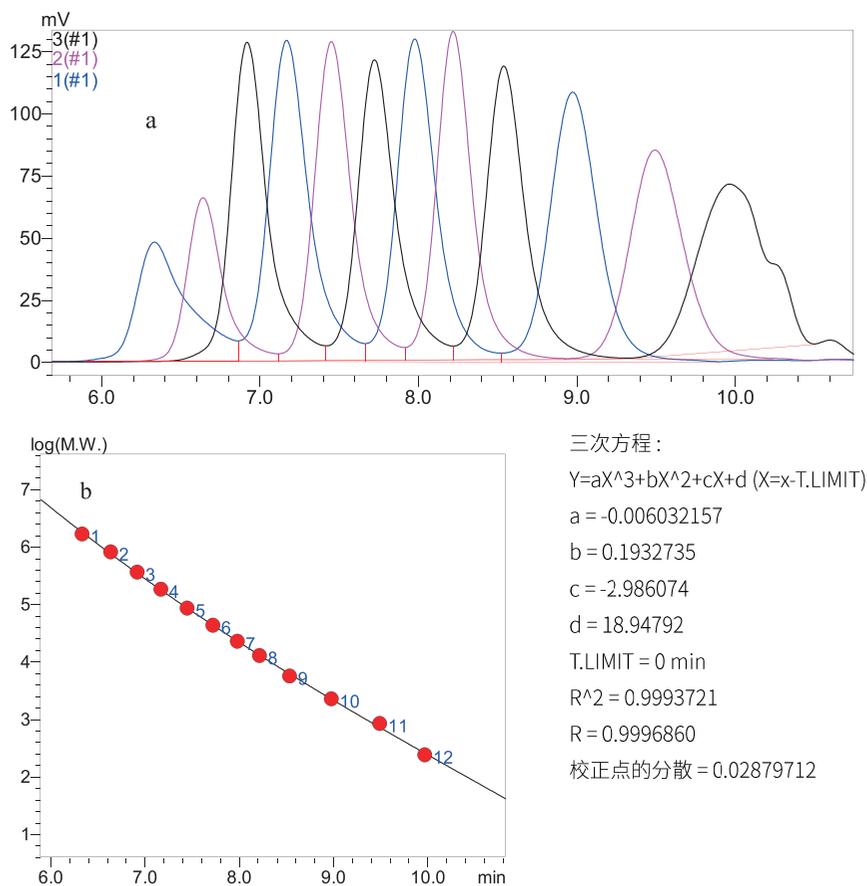


图 1 PS 标准溶液 (a) 以及分子量校准曲线 (b)

2.2 样品测试

按 1.3 条件制备样品，进样分析，采用普适校正法计算样品分子量分布，LabSolutions GPC 再解析输出样品报告，如下图 2 所示。从报告中，可直接读出实测样品分子量及分子量分布相关信息，无需二次计算。

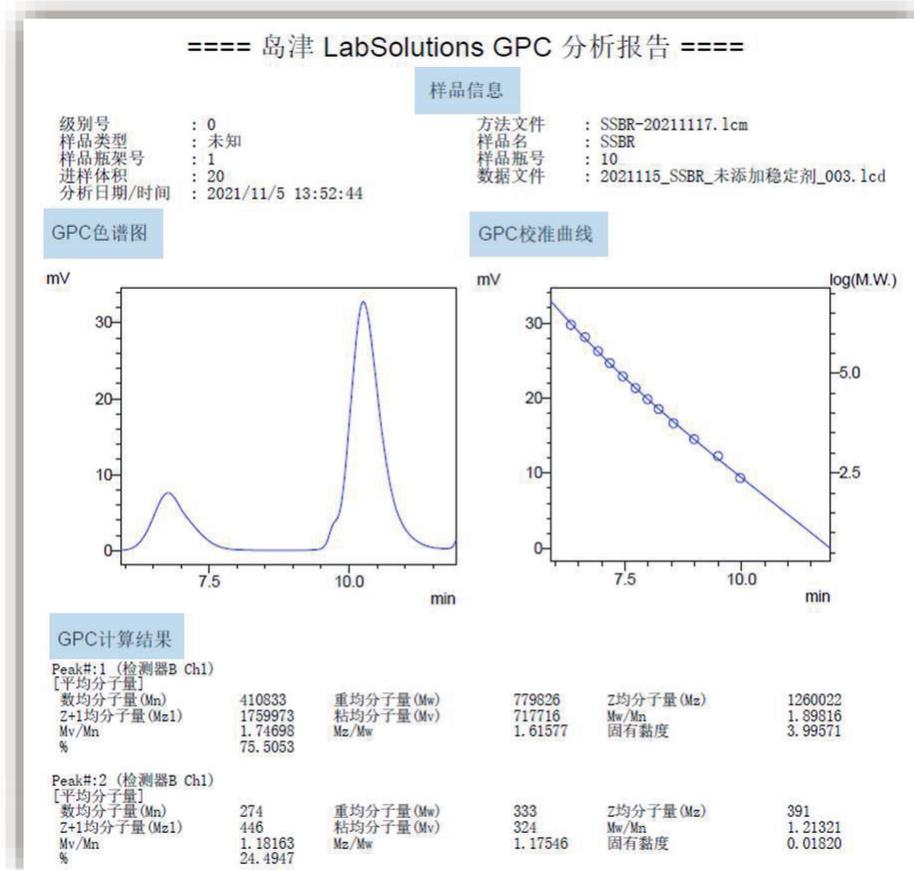


图 2 信息丰富的自动化数据报告

■ 结论

本文使用岛津 GPC 系统建立了一种测定 SSBR 橡胶分子量及分子量分布的方法。岛津 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，可快速准确的测定聚合物的相对分子量及其分布。

岛津应用云

