

# 安捷伦液相色谱化学工业 解决方案指南

赋能产业升级

石油产品、通用化学品、精细化学/专用化学品、新材料



# 目录

前言	3
安捷伦化工行业色谱实验室解决方案概况	4
石油产品液相色谱解决方案	8
通用化学品液相色谱解决方案	12
精细化学/专用化学品液相色谱解决方案	14
加速新产品开发流程（工业流程）	14
加速分析方法开发流程（实验室流程）	18
提升质控实验室效率	20
杂质解决方案	21
手性拆分/易分解化合物解决方案	24
复杂样品解决方案	26
聚合物新材料液相色谱解决方案	27
分子量和分子量分布	27
低分子量树脂组分分离	28
拓扑结构分析	30
化学结构分析	31
小分子组分分析	34

# 前言

## 化工行业发展趋势

“十四五”期间，我国石油化工行业将继续贯彻“创新、协调、绿色、开放、共享”的发展理念，逐步解决行业发展不平衡不充分的问题。以去产能、补短板为核心，以调结构、促升级为主线，着力推进供给侧结构性改革，推动行业发展由高速增长向高质量发展转变。

按照“优化整合传统化工、强化提升石油化工、升级推进新型煤化工、发展完善化工新材料”的发展思路，通过去产能、补短板，推进企业优胜劣汰；通过优化原料结构，降低生产成本，提高国际竞争力；通过调整产品结构，提高化工产品的高端化和绿色化比率，满足消费结构不断升级和环境保护日益严格的需要；通过优化产业布局，促进行业贴近资源、靠近市场，向一体化、集群化、基地化模式发展。

## 化工行业新趋势背景下，对实验室解决方案提出新要求

第一：石油化工行业所涉及化合物结构多样：上游炼油、酸碱等工业，下游三大高分子材料、精细化工产品、专用化学品；需要多样化的分离手段和检测技术。

第二：在产业升级的背景下，新化合物的筛选、配方开发、工艺优化、原料控制、生产中控、产品放行等产业环节，对分析效率、仪器效率、实验室效率提出新的挑战。

第三：企业管理走向智能化，信息化平台建设越发重要。数据全生命周期管理、实验室流程化管理、信息互联、人员协作都离不开信息化平台建设，以及平台间的无缝对接；它们将数据升华为信息、知识和智慧，为决策提供依据。

# 安捷伦化工行业色谱实验室解决方案概况

## Agilent InfinityLab

- 液相色谱仪
- 液相色谱柱
- 液相色谱备件

## Agilent OpenLab

- 色谱数据系统
- 内容管理
- 实验室工作流程管理

## Agilent CrossLab

洞察敏锐，成就超群

- 服务与支持
- 教育和培训
- 实验室管理支持
- 方法与应用咨询

## 化工行业色谱整体解决方案

### Agilent InfinityLab 液相色谱系列 — 使实验室效率最大化

从常规分析到前沿研究，Agilent InfinityLab 系列液相色谱仪器、色谱柱和备件完美匹配、无缝协同，为您优化液相色谱工作流程的工作提供支持。

安捷伦致力于帮助您解决液相色谱的效率挑战。我们的解决方案通过提升分析、仪器/软件、实验室三个方面的效率，助您取得成功

### 最大化仪器/软件效率 仪器操作者

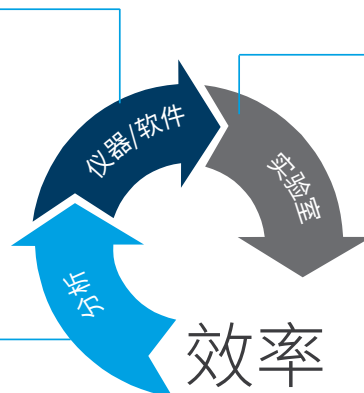
工作流程自动化  
样品流程的管理  
更短的分析周期  
更高的样品通量  
简便的色谱柱操作  
简便的操作控制

### 最大化实验室效率 管理者

方法转换/转移  
仪器的升级方式  
样品分析的成本  
更低运营成本  
实验室信息化

### 最大化分析效率 研发工作者

更高分离度/峰容量  
更小的基质干扰  
更低交叉污染  
检测器类型多样性  
更高灵敏度  
方法兼容性



Agilent InfinityLab 液相色谱系列



## Agilent OpenLab 软件信息化方案 — 智能、简单、安全的实验室管理

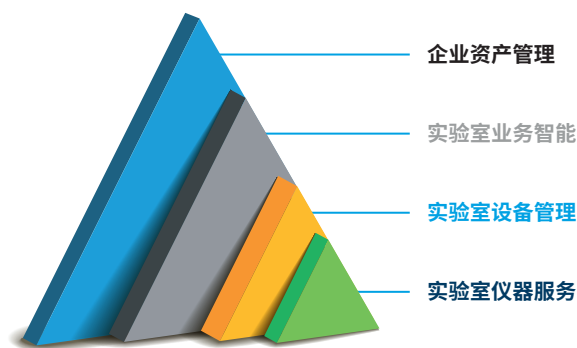
OpenLab 平台帮您实现数据可靠性管理、个性化的定制方案、数据挖掘整合与共享、实验室流程化管理，以及实验室信息平台与运营/生产/质量管理系统的对接。

企业信息管理系统 ERP		OpenLab API
实验室信息管理系统 LIMS	电子实验室笔记本 ELN	
科学数据管理系统 SDMS		
仪器操作/控制工作站 CDS		
各厂家分析仪器		

Agilent OpenLab 实验室信息化解决方案

## Agilent CrossLab 服务与支持 — 洞察敏锐，成就超群

CrossLab 代表了安捷伦集服务、实验室资源管理于一体的独特解决方案，能帮助实验室提高效率、优化操作、延长仪器正常运行时间，并提升用户技能等。



Agilent CrossLab 实验室服务解决方案

## Agilent OpenLab 信息化解决方案

### 网络版色谱数据管理 (CDS)

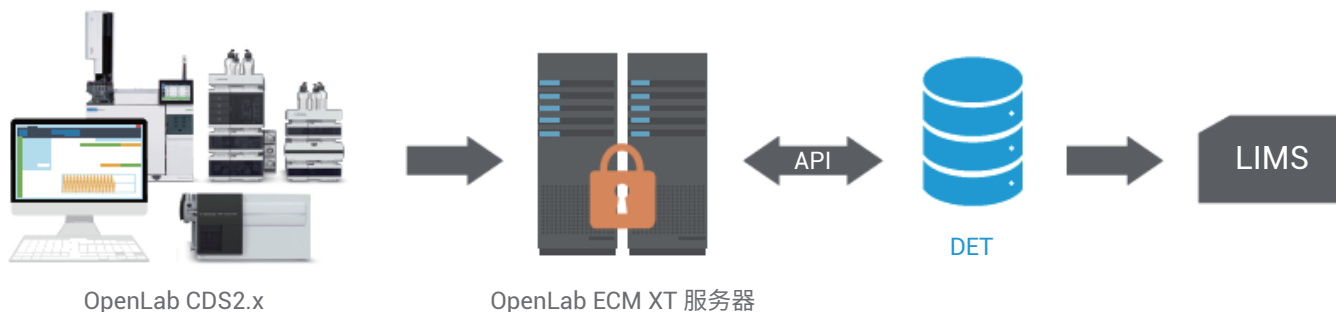
- 实验室状态一览无遗
- 数据集中管理
- 远程控制，协同工作
- 智能报告，自定义计算
- 数据完整可靠

### 企业内容管理 (ECM)

- 多厂家多仪器数据的集中管理
- 用户管理，权限设置
- 快速数据检索
- 法规遵从设置，加密数据记录
- 信息共享

### 通用的 LIMS 接口技术 (DET)

- 多厂家多仪器秒级对接
- 安全、高效、合规
- 基于 Web Service 的接口模式
- 完全可配置化工具
- 原始数据追踪



## Agilent InfinityLab 液相色谱系列产品

### 超高效液相色谱

1220/1260/1290 Infinity II 液相色谱系统

- 宽广的工作范围，满足 HPLC/UHPLC 各类应用需求
- 模块化设计，不同系列间混搭
- 多样化检测器：紫外、二极管阵列、荧光、示差、蒸发光散射、质谱检测器



### 基于工作流程和应用的液相色谱解决方案

1290 Infinity II 二维液相色谱解决方案

- 正交分离组合，简化分离难题
- 多种二维模式，高效应对所有分离挑战（中心切割、多中心切割、高分辨采样二维、全二维分离模式）
- 常见应用：杂质分析、共流出峰分离、组成复杂样品分离



自动液相方法筛选/开发系统

- 无人值守的自动液相方法智能开发
- 色谱柱、流动相种类/梯度、柱温的自动组合
- 常见应用：方法开发、多用户间协调



基于阀的自动化解决方案

- 消除手动机械式重复操作、碎片化干预时间
- 独立阀头/驱动设计，广泛的灵活性和兼容性
- 常见应用：反应过程监控、自动化样品前处理



单四极杆质谱解决方案

- 轻松上手，分子信息快速鉴定
- 简化维护、培训、诊断，延长正常运行时间
- 常见应用：化合物定性、峰纯度



1260 Infinity II 生物惰性液相色谱系统

- 样品流路中采用无金属部件的设计
- 极端溶剂、盐浓度、pH 条件下的理想选择
- 常见应用：离子形态分析、金属络合化合物分析



## 1260 Infinity II 分析型 SFC 系统

- 独特的分离选择性
- 正相色谱替代方法，流动相环保
- 可升级 SFC/UHPLC 混合系统，SFC 方法开发系统
- 常见应用：手性化合物/易分解及适用于正相分离的化合物



## GPC/SEC 仪器与系统

- 常温到高温、常规单示差到多检测器完整软硬件方案
- 色谱柱、标准品行业金标准
- 常见应用：聚合物分子量及分布、构象、拓扑结构



## 其它液相色谱系列及色谱柱

### Agilent 7100 毛细管电泳

- 丰富应用、试剂盒和消耗品产品组合
- 扩展光程，扩展的检测灵敏度
- 单一供应商 CE/MS 解决方案
- 常见应用：PTA 杂质分析，化学品中无机阴离子、羧酸根离子、碱金属离子、碱土金属离子、烷基胺



## Agilent InfinityLab 液相色谱纯化解决方案

- 多模块自由选择，定制化配置方案
- 馏分收集精度、纯度、回收率的完美结合
- 自动纯化软件，简化方法设置与优化
- 常见应用：合成产物纯化、杂质制备



## Agilent InfinityLab (U)HPLC 色谱柱

- 核壳结构，全多孔结构填料技术，适应不同硬件
- 不同颗粒度、柱管规格，适应不同硬件
- 多种固定相，涵盖反相、正相、HILIC、高/低 pH、手性分离、异构体分离等各种分离模式/需求



InfinityLab Poroshell 120 UHPLC 色谱柱

# 石油产品液相色谱解决方案

燃料、润滑油中芳烃含量是油品质量的重要指标。ASTM、IP、GB、SH 中均收录了芳烃含量测定的液相色谱方法。由于样品溶解性、极性的因素，多使用正相色谱-示差检测的方法。当含有强保留组分时，还会使用阀配置，实现反冲以缩短分析时间、改善峰形。在燃料中添加剂等微量组分分析时，还可以使用 ELSD 检测器、紫外检测器、质谱检测器。



表 1. 石油产品中常用的使用液相色谱分析的品种和方法标准

	标准	适用对象	分析物	色谱柱	流动相	检测器	备注	应用文献
燃油/ 润滑油芳烃	ASTM D6379 IP436	航空燃料/石油馏分 (50–300 °C)	芳烃（单、双）	氨基/氰基	庚烷	RID		5991-3172CHCN
	ASTM D6591 IP391/2000 SH/T 0806-2008	柴油/石油馏分 (150–400 °C)	芳烃	氨基/氰基	庚烷	RID	反冲	5994-0743EN
	ASTM D7419	润滑油	饱和烃、芳烃	硅胶+氰基	庚烷	RID	反冲	5991-3171CHCN
	EN12916:2006 IP391/07 GB/T 25963-2010	柴油、石油馏分 (150–400 °C) FAME < 5%	芳烃	氨基+氰基	庚烷	RID		5990-4789EN
	ASTM D5186-99	航空燃料/柴油	芳烃	硅胶	CO <sub>2</sub>	FID		5991-5682EN
	IP 590/10	航空燃料	FAMEs	硅胶	庚烷+乙酸乙酯	ELSD		5991-2782EN
燃油添加剂	IP343	航空燃料	抗氧化剂	硅胶	己烷	UV (DAD)		5991-8603CHCN
	IP 424/964 ASTM D5006-11	航空燃料	抗冰剂	氰基	己烷+异丙醇	RID		5991-1021EN
	IP 568/2008 ASTM D7524-10	航空燃料	抗静电剂	反相	甲醇/THF/磷酸	UV (DAD)	SPE 前处理	5990-9939EN

案例 1：中间馏分芳烃含量的测定（详情可参考安捷伦资料 5994-0743EN）

SH/T 0806 标准中使用高效液相色谱法测定柴油和馏程范围为 150–400 °C 的石油馏分中单环芳烃、双环芳烃、三环+芳烃和多环芳烃含量。使用正相色谱分离模式，样品按照非芳烃、单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃的顺序流出；在预定时间点，通过 2 位/6 通阀实现色谱柱反冲，将三环+芳烃洗脱成一尖锐窄峰。

安捷伦快速更换阀系列产品，基于独立驱动和阀头设计，可以带来最广泛的灵活性和兼容性。阀除了可以实现反冲，还可以自动化地实现很多手动操作，例如方法开发、在线固相萃取样品前处理、双柱交替再生等；基于阀的多维色谱，也大大增强了色谱的分离能力（详情可参考安捷伦资料 5991-5566CHCN）。

表 2. 分析条件

RID	
峰宽	> 0.2 min (响应时间 4 s) (2.28 Hz)
温度	35.00 °C
柱温箱	
初始阀位置	阀位 16
温度	30.00 °C
改变阀位置	7.48 min: 阀位 12
进样器	
进样模式	标准进样
进样量	20.00 µL
用正庚烷清洗进样瓶中的进样针	
二元泵	
流速	1.000 mL/min
停止时间	30.00 min
溶剂 A	庚烷, 等度

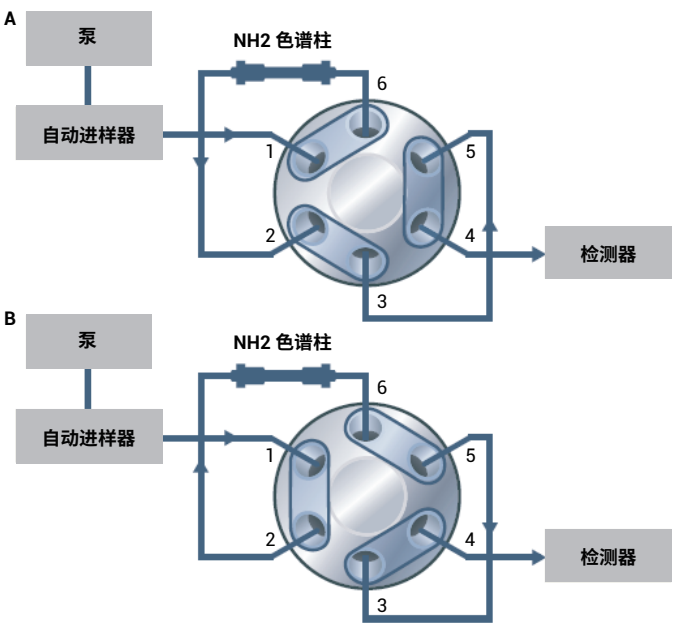


图 1. 2 位/6 通阀阀位图

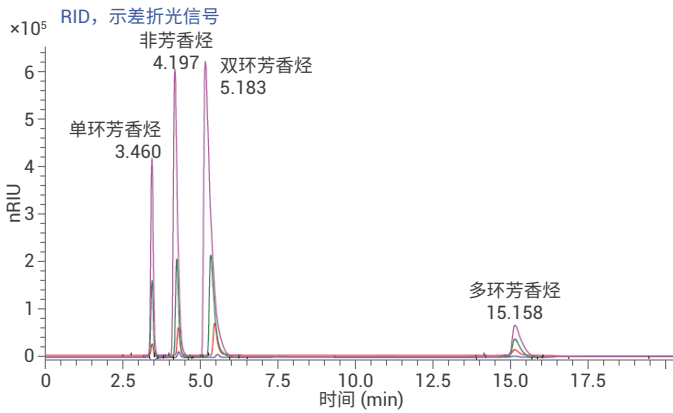


图 2. IP391 校准标样 1–4 (ASTM-P-0136-SET)、环己烷（非芳香烃）、邻二甲苯 (MAH)、二苯并噻吩 (DAH)、9-甲基蒽 (TRI+) 的叠加图

案例 2：航空燃料中脂肪酸甲酯含量的测定（详情可参考安捷伦资料 5991-2782EN）

脂肪酸甲酯的沸点为 130–190 °C，与航空燃料的沸程 50–300 °C 相互覆盖，1290 Infinity II ELSD 可以在室温温度下实现高效蒸发，以保障脂肪酸甲酯的高灵敏度检出。

表 3. 分析条件

HPLC 方法	
溶剂	庚烷 + 0.25% 乙酸乙酯
流速	1.0 mL/min
洗脱条件	等度
停止时间	25 min
进样量	40 µL
针头清洗	用正庚烷清洗样进瓶
柱温	20 °C
ELSD 方法	
雾化器温度	75 °C
蒸发温度	25 °C
气体流速	1.15 SLM
检测器增益	10
平滑	2 s
数据采集速度	10 Hz

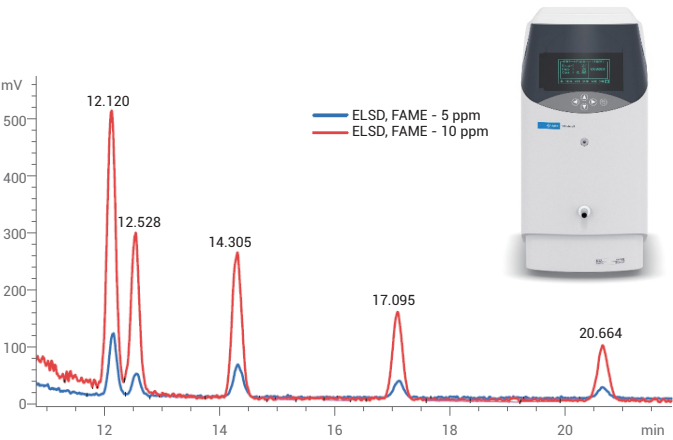


图 3. 浓度为 5 ppm 和 10 ppm 的脂肪酸甲酯的 ELSD 信号

表 4. 分析结果

化合物	平均保留时间 (min)	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)	LOD	LOQ	R <sup>2</sup>
C18:0	12.075	0.16	2.31	0.50	1.70	0.9994
C16:0	12.482	0.14	3.55	0.75	2.30	0.9988
C18:1	14.244	0.13	1.26	0.55	1.80	0.9984
C18:2	17.029	0.16	1.98	0.65	2.20	0.9999
C18:3	20.593	0.21	1.27	1.01	3.30	0.9998

案例 3：航空煤油中抗氧剂的测定

航空煤油中抗氧剂的分析，常使用正相色谱-紫外的液相色谱方法。该方法保留时间稳定性差（随色谱柱、流动相水含量减少，保留时间逐渐延长）；另外有些工艺的航空煤油基质与抗氧剂共流出（通过比较标准品和样品在二极管阵列检测器中的光谱图），对检测结果产生干扰。

使用反相色谱-单四极杆质谱联用方法，首先反相色谱保留时间稳定；另外航空煤油主要成分烷烃和芳香烃，在 ESI 源中无法电离，所以可以克服基质的干扰。

表 5. 质谱条件

扫描模式：	负模式 SIM，分子量 219.2
干燥气温度：	350 °C
干燥气流速：	10 L/min
雾化气压力：	35 psi
毛细管电压：	3000 V
碎裂电压：	150 V
峰宽：	0.1 min

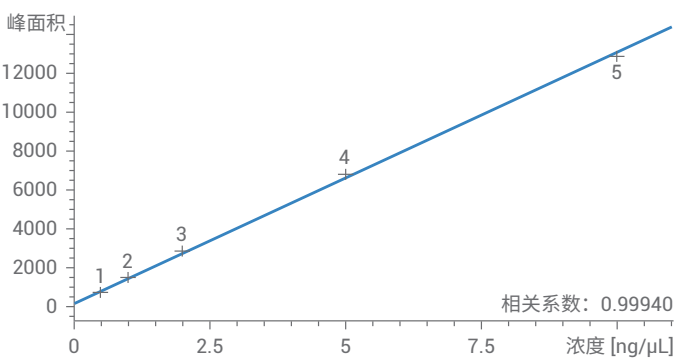


图 4. 2,6-二叔丁基对甲酚的定量曲线

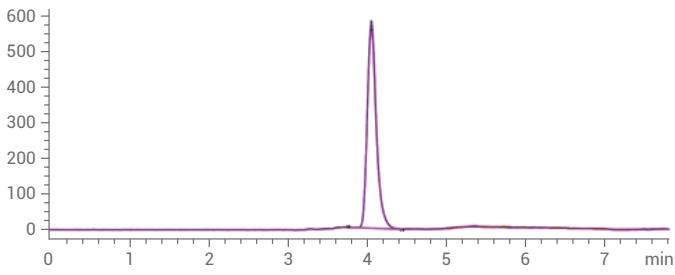


图 5. 样品连续 6 针进样色谱图叠图

# 通用化学品液相色谱解决方案

通用化学品包括大宗型小分子有机原料、三大合成材料、酸碱产品等，作为下游化工产品的原料、溶剂，其中有关物质、杂质、阻聚剂、稳定剂等成分的种类和含量会对后续化学反应、深加工产生影响。因此，需要根据具体用途，对以上成分进行控制。

通常情况下，沸点在 450 °C 以下，相对分子量小于 450 的有机物可用气相色谱分析，但这些物质只占有有机物总数的 15%–20%，而其余 80%–85% 原则上都可采用液相色谱 (LC) 分析。与气相色谱 (GC) 相比，LC 分析不受样品挥发度和热稳定性的限制，其固定相的多样性及方便的流动相调节能力亦使之广泛适用于不同极性的多种化合物分析。不少通用化学品需要采用液相色谱方法分析。

## 案例：聚合单体原料 — 精对苯二甲酸 PTA（详情可参考安捷伦资料 5994-1234ZHCN 及 5991-3071CHCN）

聚酯纤维是合成纤维的第一大品种。作为主要的聚合原料，对苯二甲酸，其中杂质对羧基苯甲醛 (4-CBA) 和对甲基苯甲酸 (p-TOL) 是单官能团化合物，会导致链终止反应，因此 PTA 其纯度对聚合反应的控制、产品质量至关重要。

使用 Agilent 7100 毛细管电泳系统可以实现杂质良好分离，使用 UHPLC 反相色谱方法，可以实现 PTA 与 7 种芳香羧酸杂质的快速分离



表 6. 毛细管电泳方法 A（GB/T 30921.1-2014，负电压模式）（简称“方法 A”）

参数	值
毛细管:	未涂层熔融石英毛细管，内径 75 $\mu\text{m}$ ，总长度 60 cm，有效长度 51.5 cm
冲洗:	0.1N NaOH: 100 s, H <sub>2</sub> O: 150 s, 缓冲液: 240 s
分离电压:	-15 kV
柱温:	25 °C
进样方式:	压力进样, 33 mbar $\times$ 5 s
检测波长:	200 nm (4 nm), 5 Hz

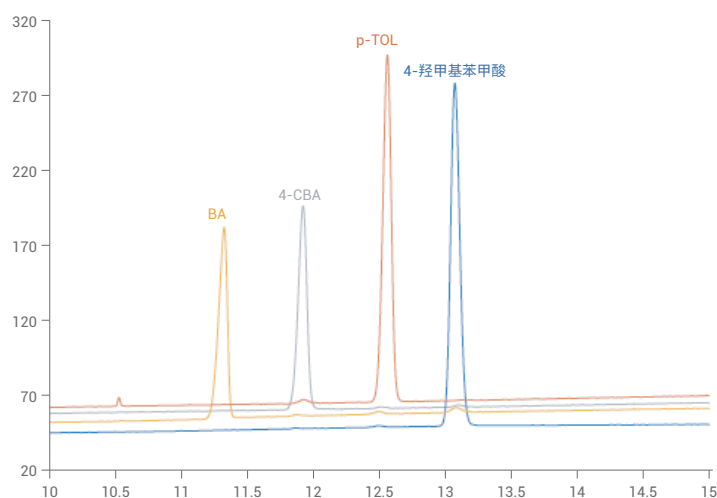


图 6. 采用方法 A 获得的混合杂质标样色谱图

表 7. 毛细管电泳方法 B（GB/T 30921.1-2014，正电压模式）（简称“方法 B”）

参数	值
毛细管:	未涂层熔融石英毛细管，内径 75 $\mu\text{m}$ ，总长度 60 cm，有效长度 51.5 cm
冲洗:	H <sub>2</sub> O: 600 s, 缓冲液: 360 s
分离电压:	+20 kV
柱温:	25 °C
进样方式:	压力进样, 33 mbar $\times$ 5 s
检测波长:	200 nm (4 nm), 5 Hz

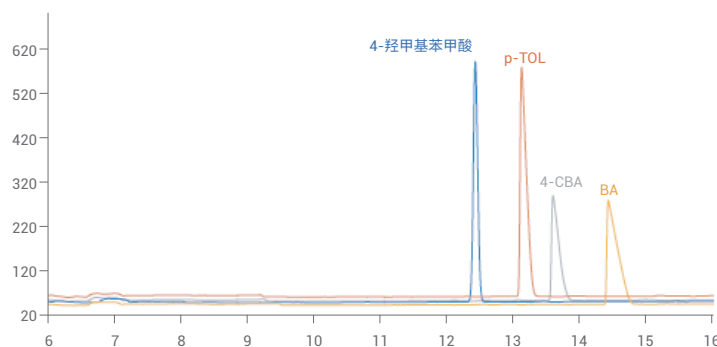


图 7. 采用方法 B 获得的混合杂质标样色谱图

表 8. UHPLC 方法

参数	值	
色谱柱	Agilent Poroshell 120 SB-C18, 3.0 × 100 mm, 2.7 μm	
柱温	40 °C	
检测波长	240 nm (4 nm)/参比波长 360 nm (40 nm)	
流动相 A	0.1% TFA 水溶液	
流动相 B	MeOH	
流速	0.8 mL/min	
进样量	2 μL	
梯度表	时间 (min)	B%
	0	10
	4	30
	7	60
后运行	10	60
	3 min	

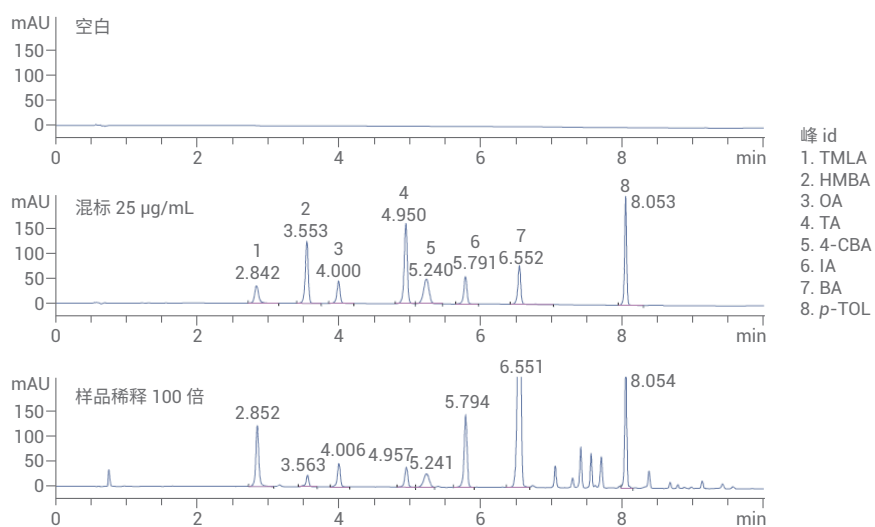


图 8. UHPLC 法所得样品溶液、混标和空白的色谱叠加图

# 精细化学/专用化学品液相色谱解决方案

精细化学品包括如下细分：农药、染料、涂料（包括油漆和油墨）、颜料、试剂和高纯物质、信息用化学品（包括感光材料、磁性材料等）、食品和饲料添加剂、粘合剂、催化剂和各种助剂、化学药品（原料药）和日用化学品、功能高分子材料(包括功能膜、偏光材料等)。

精细化工工业是国民经济的重要支柱性产业。其上游包括石油化工、无机化工等原料，下游则包括农业、纺织业、建筑业、造纸工业、食品工业、日用化学品生产、电子设备等诸多行业。涉及国民经济中的诸多领域，具有很高的战略地位。

精细化学品/专用化学品大多数挥发性或热稳定性不佳，需要采用液相色谱方法分析。



## 加速新产品开发流程（工业流程）

精细化工产品大致可分为配方型产品和合成型产品。合成型创新型精细化学产品的商品化过程，通常经历实验室研究（小试）、中试放大、工业化生产试验等阶段。小试阶段包含：化合物结构设计、化合物筛选、毒性评价、原料选择、合成工艺优化、反应动力学研究、配方/制剂设计等环节。这些环节依赖于理化分析、化学分析等检测手段，为其进程和优化方向进行反馈。液相色谱在整个过程中扮演着重要角色。

### 新化合物的筛选

在化合物合成/筛选的初期，合成反应所得的目标化合物并非纯品，通常需要将其纯化后进行效能研究、结构解析或者毒性研究。制备液相便是一种高效的纯化技术。

- 化合物合成阶段：化学品研究实验室中的合成化学家需要根据具体的需求，来平衡制备的样品通量、收率与纯度。安捷伦可提供不同流速、不同通量水平的制备液相配置，以满足不同实验室的需求
- 化合物筛选阶段：通常合成粗品的进样量为 100–500 mg，每天纯化样品数量可达 50–100 种，此时高通量、自动进样/收集的系统，可以大大提高效率

案例：使用质谱触发高通量制备进行合成产物的纯化（详情可参考安捷伦资料 5994-1737EN）



图 9. Agilent 1290 Infinity II 质谱触发高通量制备液相色谱仪

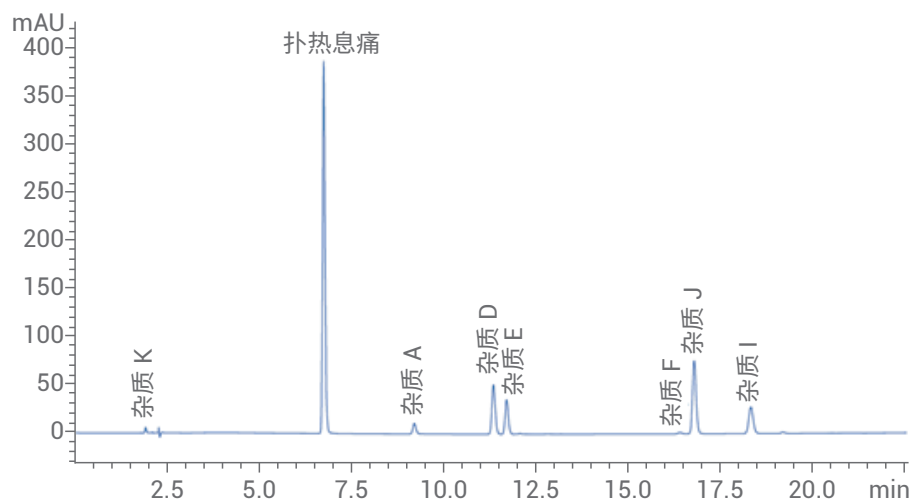


图 10. 合成粗品的液相色谱图

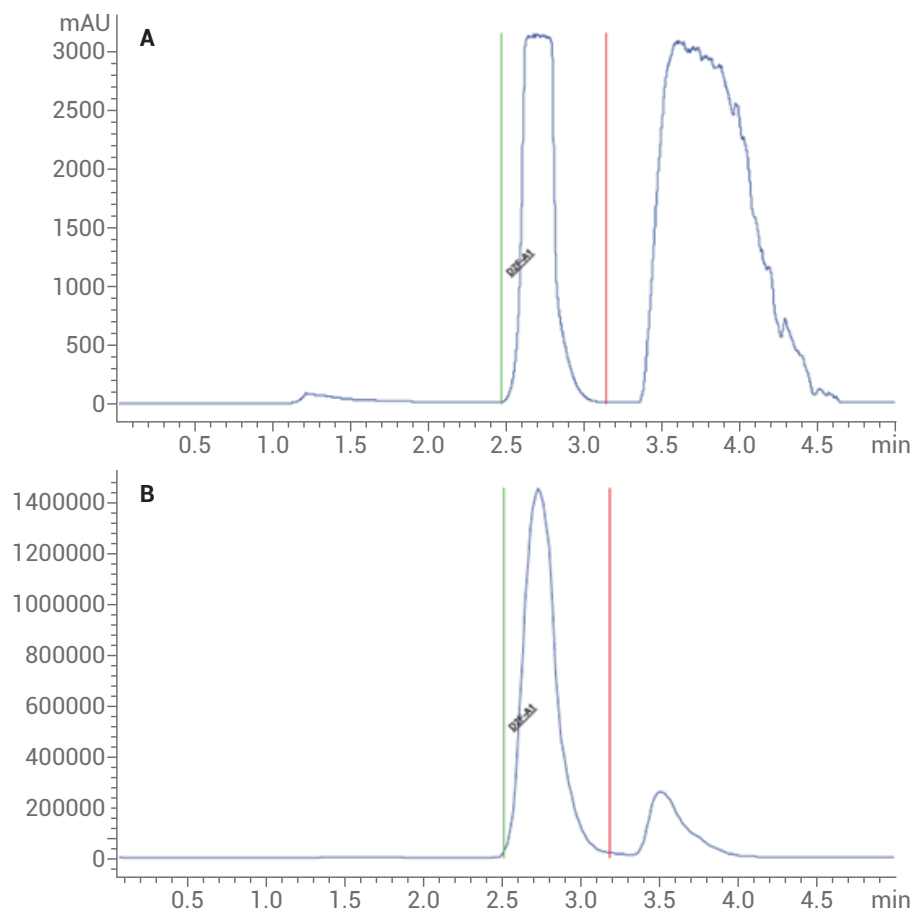


图 11. 从粗品中纯化目标化合物 A 紫外检测信号；B 目标物  $[M+H]^+$  离子 EIC 信号

## 优化反应路线

InfinityLab LC/MSD 提供质谱分子量信息，快速鉴定化合物。此外，它还允许您使用定制的工作流程和报告来监测和优化反应合成，帮助您的实验室节省宝贵的时间和金钱。

结合使用 Agilent MassHunter WalkUp 软件时，研发人员仅需四个简单步骤即可快速完成样品提交。用户只需登录，选择一种分析方法，输入样品信息，并将样品放入自动液体进样器中即可。系统自动生成报告，并通过电子邮件将报告发送给用户，帮助用户确定是否存在目标样品组分和非目标样品组分。

案例：使用安捷伦 LC/MSD iQ 质量选择检测器和 WalkUp 软件快速确证化学合成过程（详情可参考安捷伦资料 5994-0989EN）

合成化学中为获得终产物，常常需要经过若干步反应过程。为了确定稳定、高性价比的合成路线，每步反应需检验产物纯度和产率；快速得到上述结果，对后续工作有指导意义。



图 12. Agilent MassHunter WalkUp 软件的快速样品提交用户界面。样品提交人员只需登录并选择具有目标质量/名称的分析方法即可。测量和数据分析自动在后台进行；提交者将通过电子邮件收到 PDF 结果报告

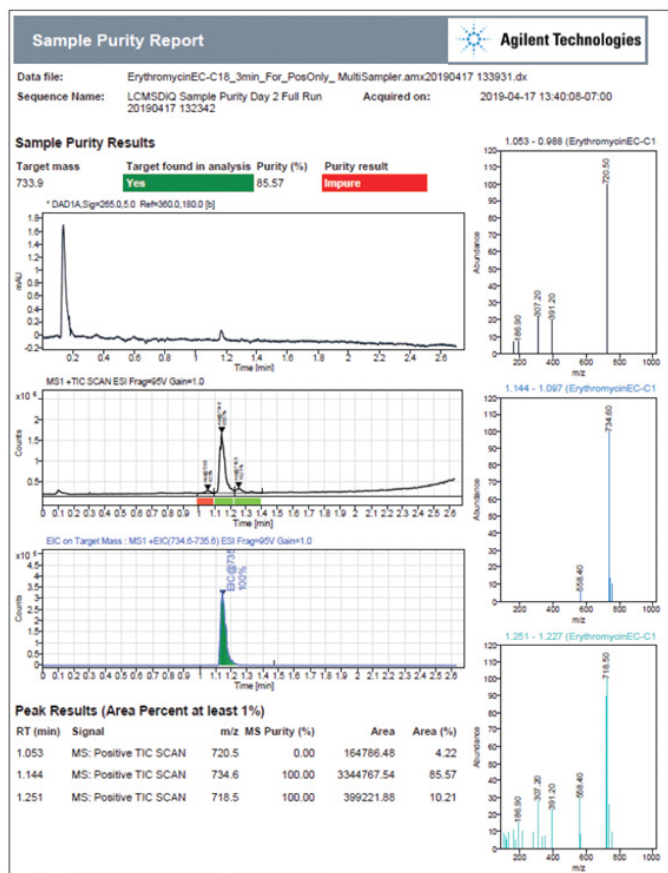


图 13. 样品纯度结果的 WalkUp 报告，紫外谱图、总离子流色谱图 (TIC)、目标物提取离子流色谱图 (EIC)；TIC 图下的色带表示色谱峰纯（绿色）或者不纯（红色）

反应过程监测

反应过程的在线监测是进行化学反应动力学研究的手段，可以测定反应速率、副反应速率、动力学方程、反应活化能等参数。对于后续工艺放大具有重要指导意义。

案例：在线监测蒽醌法制备过氧化氢反应过程

- 取样：将反应装置、清洗溶剂、系统适用性标样、标准溶液连接至 12 位 13 通阀。通过阀位切换，每隔固定时间，通过取样泵将反应溶液，吸入 2 位 6 通阀上的定量环中（如图所示阀位）
- 进样：2 位 6 通阀切换至 1-2 位，定量环中样品溶液进入分析流路，进行定量分析
- 建立校准曲线：12 位 13 通阀分别切换至标准溶液接入的位置进行进样

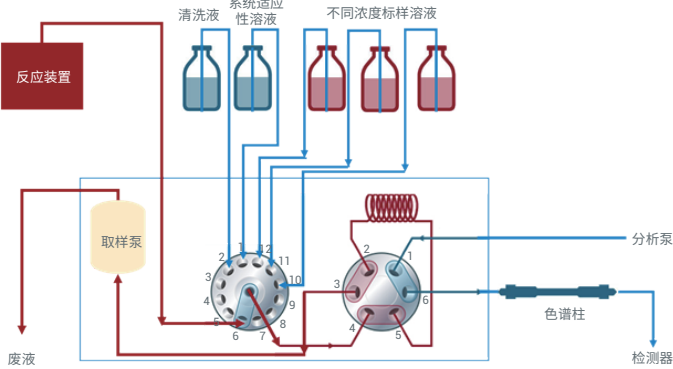


图 14. 反应过程监测流路示意图

液相色谱系统	
G71111A 四元泵	
G7116A 柱温箱	
G4227A Flexible Cube	
G4232A 2 位/6 通阀	
G1160A 12 位/13 通阀	
G7114A 紫外可见检测器	

色谱条件	
色谱柱	Zorbax Eclipse Plus C18 4.6 × 150 mm, 5 μm
流动相	水:甲醇 = 24:76
柱温	40 °C
流速	1 mL/min
进样量	定量环 — 5 μL
检测波长	254 nm
运行时间	15 min

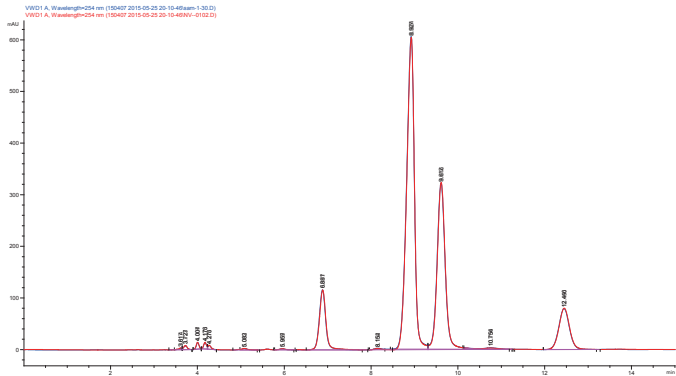


图 15. 反应液进样的重复性良好

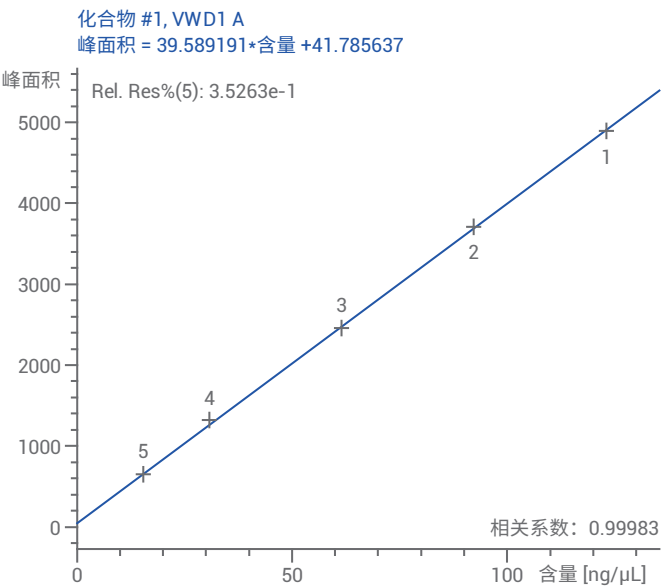
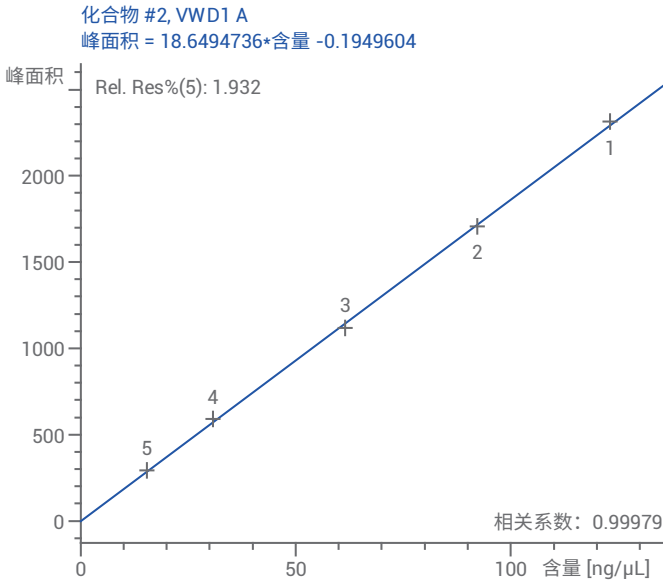


图 16. 乙基蒽醌和氢蒽醌的标准曲线



## 加速分析方法开发流程（实验室流程）

在化合物结构、配方、生产工艺、制剂工艺等方面的创新，都可能带来新的副产物和杂质。因此在产业升级中，更快、更有信息量的分析方法的开发能力越来越重要。传统的方法开发过程有诸多难点，效率低下，安捷伦 UHPLC/方法开发系统/缓冲盐在线配置/智能模拟等技术相结合，可以加速分析方法开发流程。

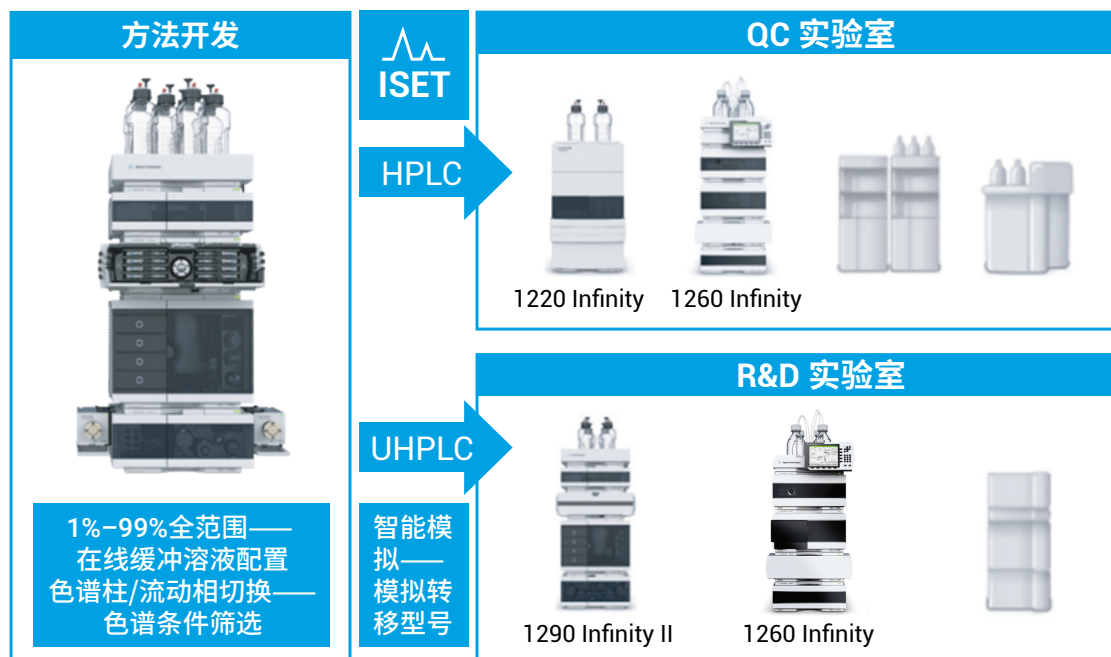
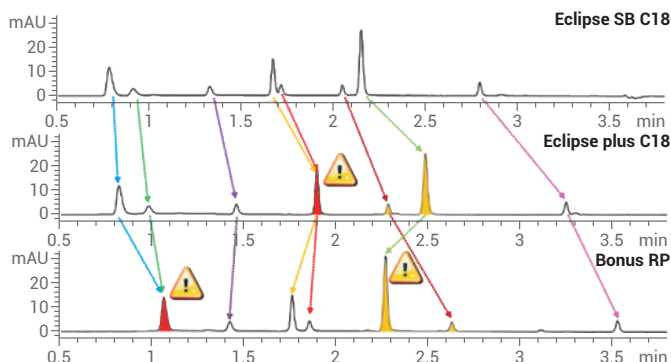


图 17. UHPLC/方法开发系统/缓冲盐在线配置/智能模拟技术相结合，加速分析方法开发流程

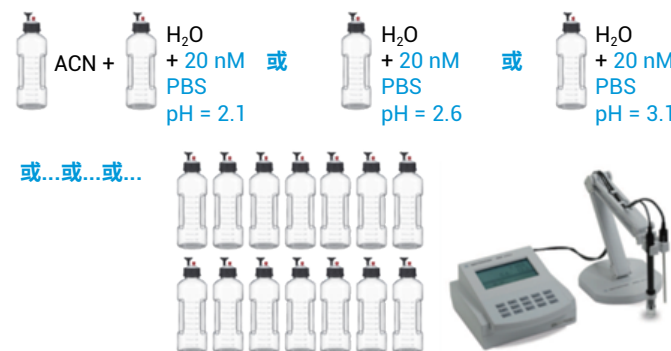
### 难点 1：尝试大量色谱柱/条件，工作量大周期长

不同色谱柱、流动相类型对化合物具有不同的选择性。需要手动更换色谱柱/流动相类型进行尝试，捆绑了方法开发人员的时间和空间。



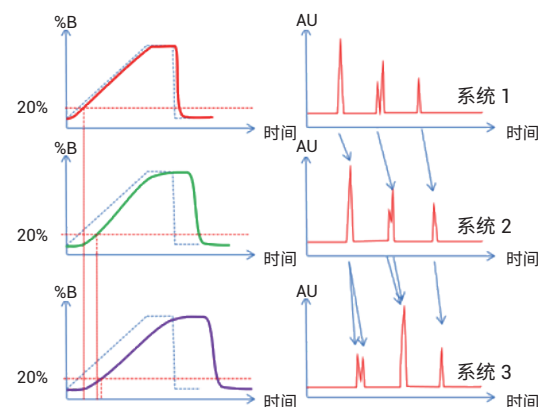
### 难点 2：大量缓冲盐配置工作，工作量大易出错

当样品化合物含有可电离基团，缓冲体系流动相可以改善分离和峰形。但是优化缓冲体系流动相 pH 和浓度的操作费时费力。



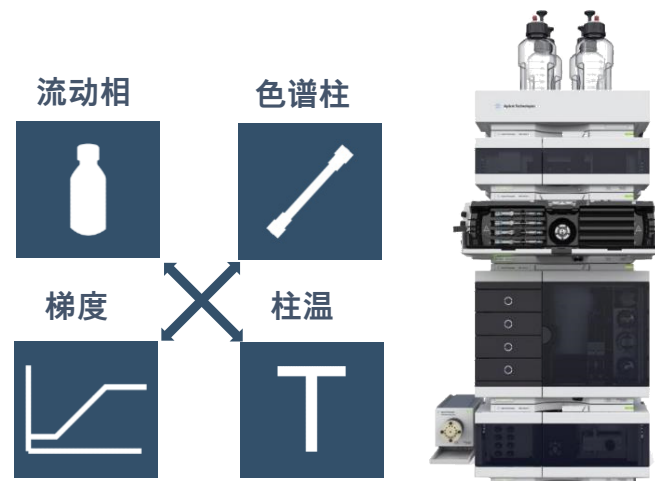
### 难点 3：方法转移后不重现

委托方使用的仪器可能来自不同的仪器厂家；不同技术 (HPLC 或 UHPLC)；泵类似 (四元泵或二元泵)。不同的系统运行相同的梯度条件，由于混合、延迟的差异，可能产生不同的分离效果。



### 对策：UHPLC+ 基于阀的方法开发系统

UHPLC 大大缩短单针运行时间。通过阀连接多根色谱柱/流动相，通阀位自动完成切换；方法开发软件自动进行流动相、色谱柱。梯度、柱温的条件组合。



### 对策：全梯度范围四元泵—缓冲体系在线混合

除水和有机相外，另外两路分别放置缓冲对浓溶液。通过调节缓冲对两路的总比例，调节缓冲溶液浓度；通过调节缓冲对两路的比例，调节缓冲溶液 pH 值。搭载安捷伦 Inlet Weaver 技术的四元泵，即使 0-5% 的极端梯度条件也可准确重现

pH = 2.1					pH = 2.6		pH = 3.1	
Min	A%	B%	C%	D%	C%	D%	C%	D%
0	78	2	10	10	5	15	2	18
7	65	15	10	10	5	15	2	18
7.1	78	2	10	10	5	15	2	18
10	78	2	10	10	5	15	2	18

A 水, B 乙腈, C 100 mmol/L  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ , D 100 mmol/L  $\text{H}_3\text{PO}_4$

### 对策：智能模拟技术 ISET — 无风险转移

智能模拟技术，可以模拟安捷伦/其他厂商特定型号仪器。使用 UHPLC+ 方法开发系统，开发完方法以后，使用 IEST 模拟待转移的仪器型号，检验转移效果。



## 提升质控实验室效率

大多数质控实验室，分析人员遇到的问题主要集中在两个方面。一方面是工作任务加重；检测项目太多来不及做，中控车间迫切需要分析结果，以调控反应进程。另一方面是人员间的协调；多数实验室都存在多分析人员使用同一仪器，进行不同检测项目的情况。

管理者则面临人员流动性增强的问题，因此仪器/软件易学、易用、易维护很重要。另外，仪器升级选型时，如何评价新技术的投资回报，以保证与时俱进，并获得更好的经济效益。

### Agilent InfinityLab UHPLC 技术平台 — 提高分析速度

超高效液相 (UHPLC) 色谱柱，使用亚二微米全多孔填料或者表面多孔填料，可以实现更短色谱柱、更高柱效的分离效果。因此 UHPLC 技术可以提高分离度，缩短分析时间，节省溶剂和样品。

达到极致的 UHPLC 分离效果，对色谱系统的耐压、延迟体积、死体积、检测器采集频率等性能都有更高的要求。Agilent 1260 Infinity II 和 Agilent 1290 Infinity II 是您的理想选择。新技术带来了溶剂的节省、检测通量的增加，投入使用后的收益很快即可追平技术升级的投入（投资回报率计算，详情可参考安捷伦资料 5994-1796ZHCN）。

如果，现在就将您实验室所使用的 5  $\mu\text{m}$  粒径常规 HPLC 色谱柱，用 Agilent InfinityLab Poroshell 120 表面多孔 2.7  $\mu\text{m}$  UHPLC 色谱柱替代，在 HPLC 压力范围内也可以享受超高效带来的效率提升，相同检测任务，节省约 40% 的溶剂消耗和运行时间（投资回报率计算，详情可参考安捷伦资料 5994-1796ZHCN）。

案例：超高效液相色谱方法快速分析农药原药

表 9. HPLC 方法与 UHPLC 方法比较

HPLC 方法		UHPLC 方法	
色谱柱	Agilent TC C18 (4.6 × 150 mm, 5 $\mu\text{m}$ )	Poroshell HPH C18 (2.1 × 100 mm, 2.7 $\mu\text{m}$ )	
流速	1 mL/min	0.8 mL/min	
运行时间	25 min	5 min	
最大压力	110 bar	535 bar	
溶剂消耗	25 mL	4 mL	

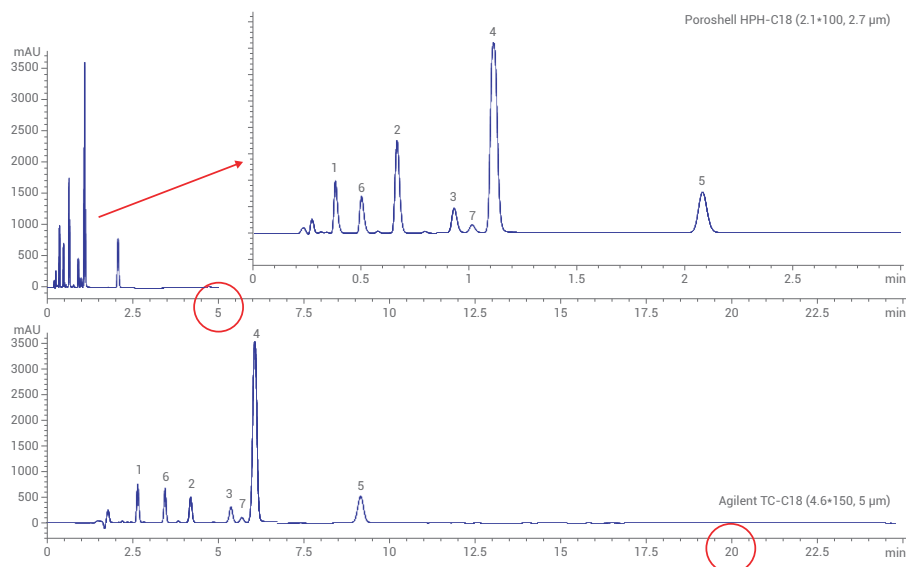


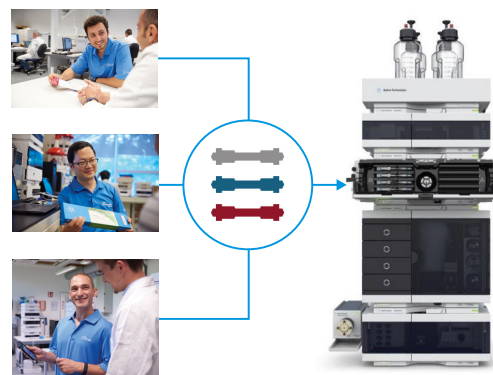
图 18. 1260 Infinity II UHPLC 方法将分析时间缩短至原来的 1/4

## 多方法应用系统 — 分析人员间的协作

多方法应用系统，硬件上与“加速分析方法开发流程”章节中提到的方法开发系统相同。将不同分析人员所用的色谱柱和流动相，通过溶剂切换阀、色谱柱切换阀，都预先连接到仪器上。再配合可容纳 8 个 54 位 2 mL 样品盘的高性能自动进样器；分析人员，可以随时提交自己的样品和序列。

## 实验室顾问软件 — 智能校准、诊断与维护

实验室管理人员越来越多地认识到，对液相色谱系统进行预防性维护，以避免计划外仪器停机的重要性。当仪器意外处于错误状态时，故障排除可能非常耗时。安捷伦实验室顾问 (Lab Advisor) 是一款设计用于对安捷伦液相色谱仪进行校准、诊断和维护的软件。实验室顾问提供了一系列测试和工具，为操作人员或现场服务工程师的故障排除提供帮助。该软件缩短了故障排除期间仪器维修和停机时间。



## 杂质解决方案

杂质的控制对于产品质量至关重要；通过对特定杂质的监控，以优化工艺条件，提高产品收率。有时候杂质还被作为标志物，为合成工艺专利的取证提供线索。

在液相色谱方法的开发中，常会用到一些添加剂以提高色谱行为表现，但是这些添加剂经常无法兼容质谱检测，而在杂质分析中，经常需要对某杂质进行质谱鉴定，同时又不希望改变方法选择性以便通过保留时间对未知物进行定性。二维液相 (2D-LC) 方法，保证了在各个色谱峰的保留行为不发生变化的情况下（即原始色谱条件不变），通过二维液相的方式将原始条件中的质谱不兼容流动相变为兼容流动相，从而实现用液质联用方法对未知杂质进行定量分析的目的。

另外，2D-LC 方法由于第一维和第二维色谱柱、流动相选择性差异，可提高分离能力，还可以实现潜在共流出杂质的分离，简化杂质鉴定的工作。

## 案例：合成产物的杂质鉴定（详情可参考安捷伦资料 5991-5643EN）

对合成化学产物使用 Plus C18 色谱柱，水/乙腈流动相的第一维分离后的主峰和杂质峰（共 11 组峰），分别切割进入 Bonus-RP 色谱柱，水/甲醇流动相的第二维进行分离。虽然第一维和第二维均为反相模式，但由于分离选择性的差异，分离能力大大提升。发现了与主峰共流出的 3 个杂质，其他杂质峰也在第二维得以进一步分离。

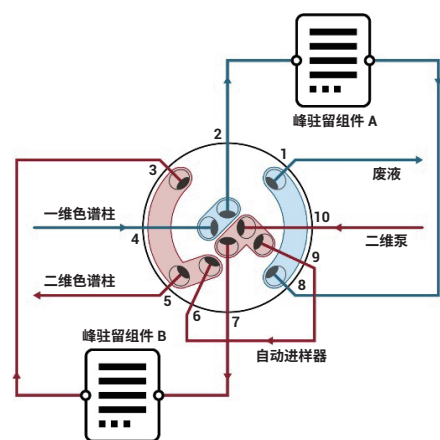


图 19. 多中心二维液相工作示意图

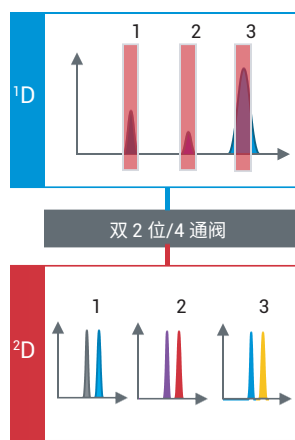


图 20. 多中心二维液相流程图

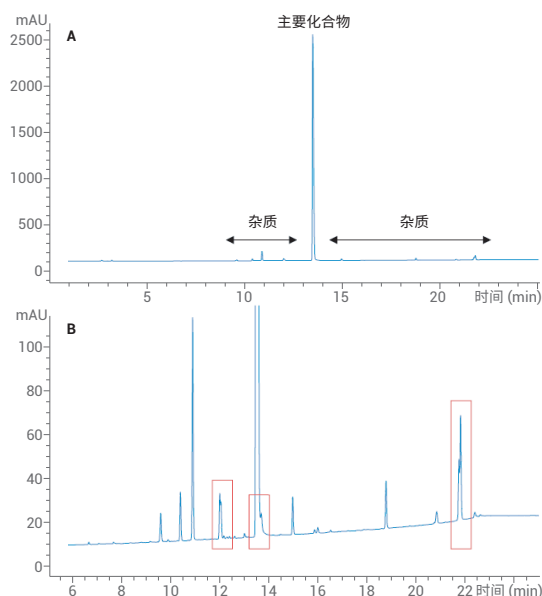


图 21. 根据所述的二维液相色谱方法中的第一维条件获得的一维杂质分析；已标记部分共流出；(A) 全图；(B) 放大图

一维色谱图

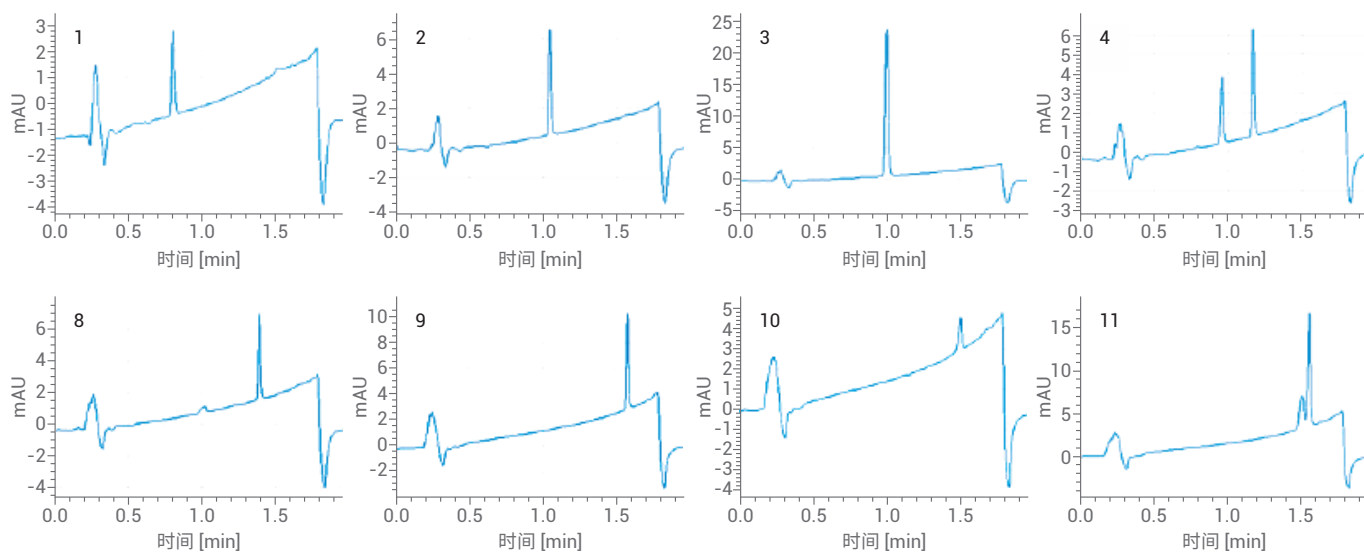
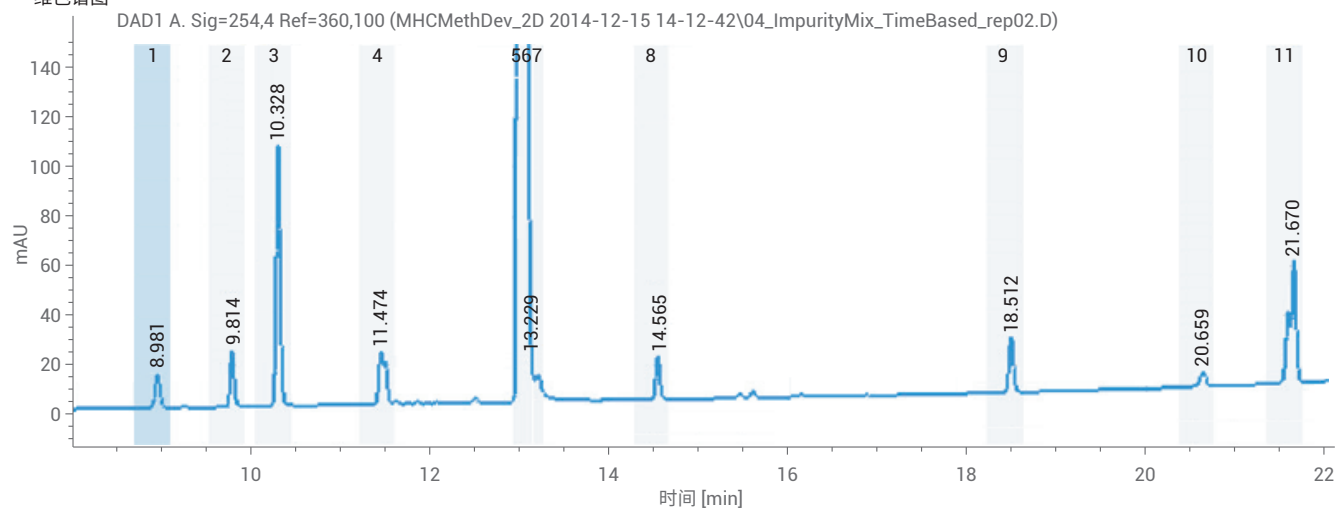
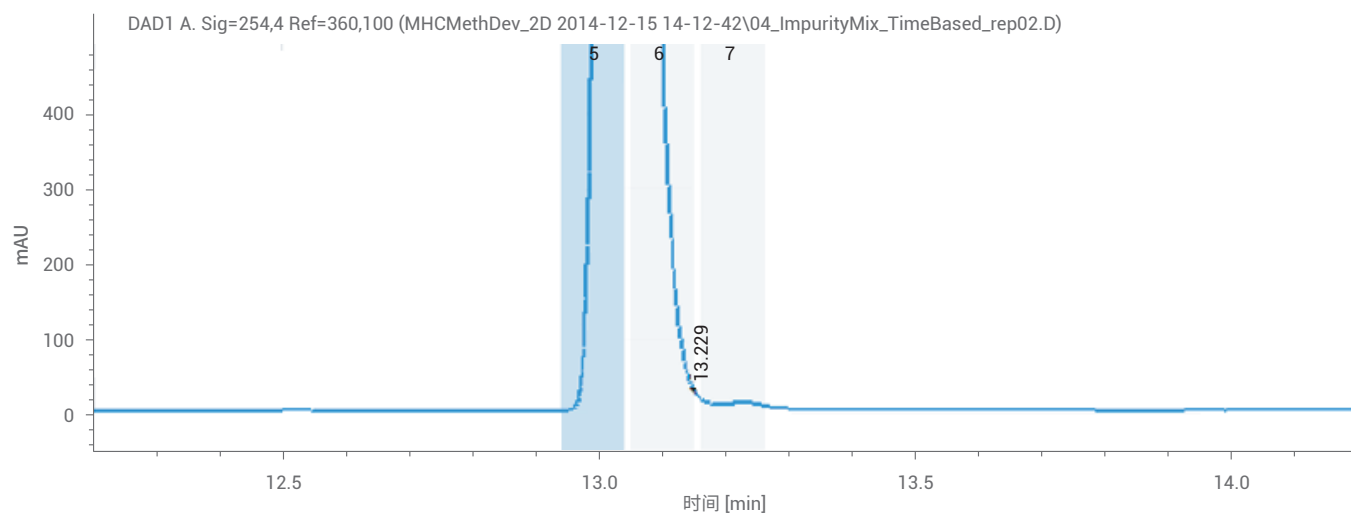
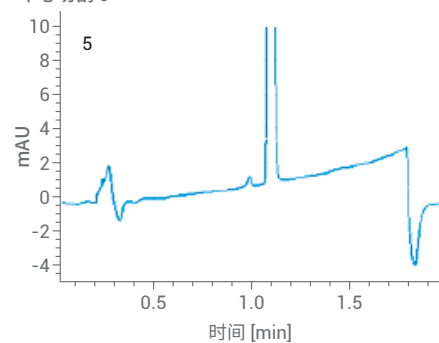


图 22. 杂质的二维分析结果。上图：标记有中心切割的第一维色谱图。下图：第二维色谱图

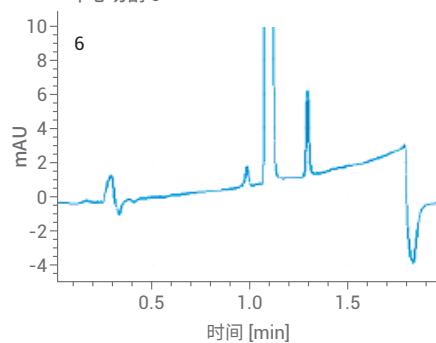
# 一维色谱图



中心切割 5



中心切割 6



中心切割 7

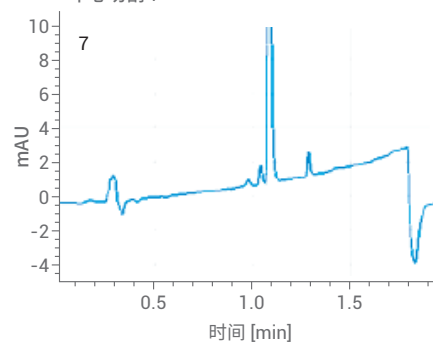


图 23. 主要化合物的二维分析结果。上图：标记有中心切割的第一维色谱图。下图：第二维色谱图

## 手性拆分/易分解化合物解决方案

超临界流体色谱 SFC 具有独特的选择性和分析速度使其成为了许多行业中多种应用的理想选择。同时 SFC 可减少有害溶剂的使用；降低溶剂成本；减少废液产生。在精细化工行业 SFC 可用于解决同分异构体、手性对映体、易分解化合物分析等传统难题。

### 案例：SFC 替代正相方法分离酰氯、羧酸、酸酐

酰氯、酸酐易水解，传统方法使用正相色谱进行分离，相对于 SFC 来说，正相色谱平衡时间长，保留时间稳定性较差，流动相毒性较大。所以，SFC 在这类特定应用中，是正相色谱的理想替代方法。



表 10. 正相方法条件

参数	值
色谱柱:	Zorbax Rx-SIL, 4.6 × 150 mm, 5 μm
色谱柱 T.:	25 °C
MPA:	己烷
MPB:	IPA
等度:	A/B = 95/5
流速:	1.0 mL/min
检测器:	254 nm
进样量:	2 μL

表 11. SFC 方法条件

参数	值
色谱柱:	Zorbax Rx-SIL, 4.6 × 150 mm, 5 μm
色谱柱 T.:	40 °C
MPA:	CO <sub>2</sub>
MPB:	IPA
等度:	A/B = 80/20
流速:	3.0 mL/min
检测器:	254 nm
进样量:	15 μL
BPR:	200 bar

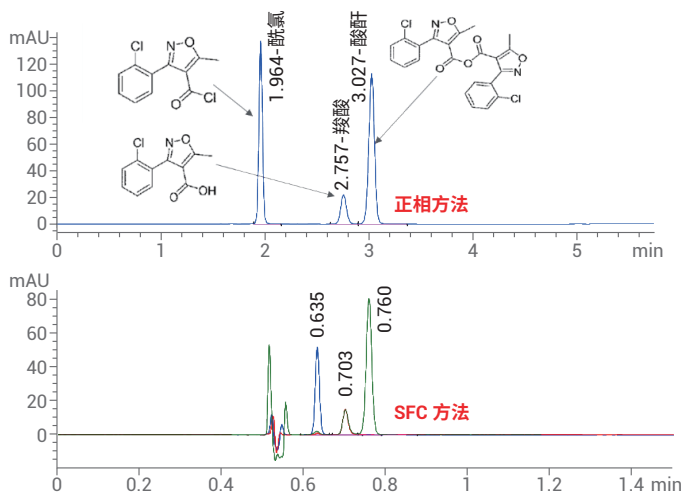


图 24. 正向方法和 SFC 方法所得谱图

## 案例：SFC 分析异丙甲草胺手性异构体（详情可参考安捷伦资料 5991-5934EN）

异丙甲草胺是广泛使用在玉米等作物中阔叶杂草控制除草剂。其结构中含有两个手性元素：一个手性轴（位阻异构现象，围绕 CAr-N 轴的位阻旋转而形成），一个手性中心，由此产生了四个立体异构体，其中 95% 的生物活性来自 1'S-对应异构体。因此提高 S-对应异构体含量，可以减少施药量，降低对环境的影响。

使用 SFC 方法开发系统，筛选手性分离柱，改性剂种类和比例，最后确定最优的分离条件。

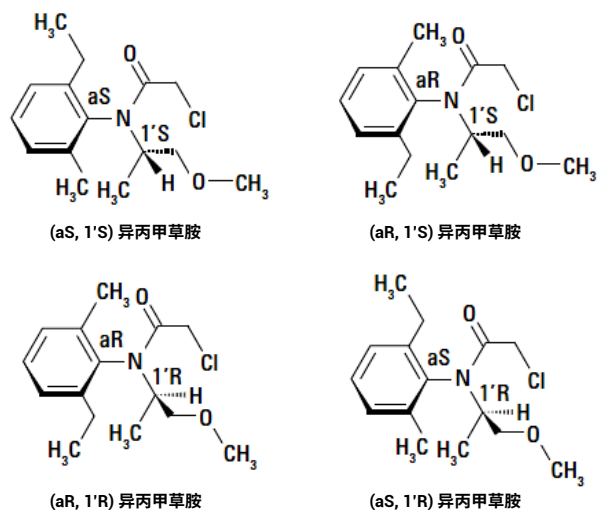


图 25. 农药异丙甲草胺的立体异构体。1'S-对映体具有生物活性，与手性轴上的空间排列无关

表 12. 优化后的分析条件

参数	值
溶剂 A	CO <sub>2</sub>
改性剂 B	甲醇、乙醇、异丙醇
SFC 流速	3 mL/min
等度洗脱	2.5%、5%、10% 和 20% 改性剂
改性剂	甲醇
BPR 温度	60 °C
BPR 压力	120 bar
柱温	35 °C
进样量	1 µL，固定定量环，定量环过量填充 10 倍，用异丙醇在样品瓶中清洗进样针
检测器	220 nm/带宽 4 nm；参比 360 nm/带宽 100 nm，数据采集速率 10 Hz

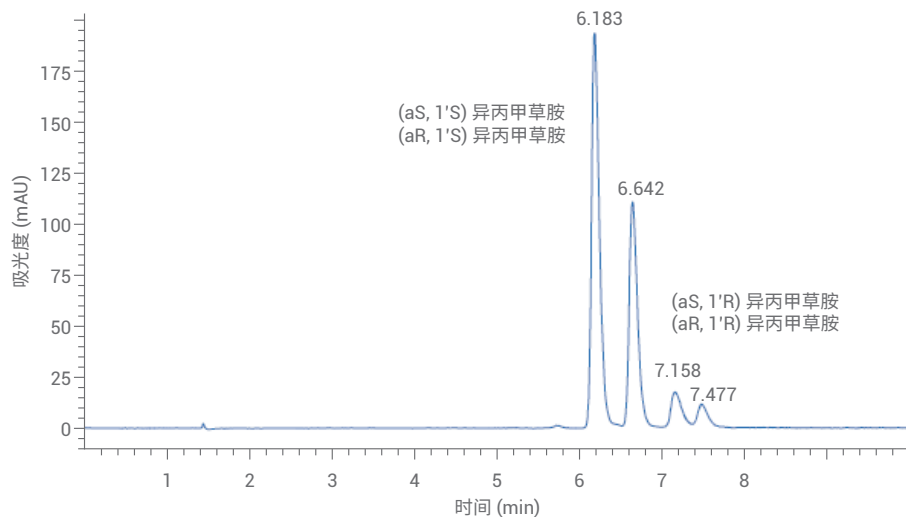


图 26. 通过立体选择性合成获得的异丙甲草胺的四种立体异构体的分离情况。主成分 S-对映体分别在 6.183 分钟和 6.642 分钟处洗脱。S-对映体的对映体过量值约为 78%

复杂样品解决方案

专用化学品常常是复配产品，组成复杂，组分间存在多维度的结构异质性；有些产品使用到共聚聚合物原料，存在聚合度和化学性质两个维度的结构差异。这些产品使用单一的分离模式时，往往很难实现组分的完全分离。

全二维液相是将第一维分离中的所有馏分在线收集，并注入第二维系统再次分离的技术。由于第一维和第二维色谱柱、流动相分离选择的正交性，从而大大提高了方法的峰容量。<sup>1</sup>D 色谱柱上完全或部分叠加的相邻色谱峰在 <sup>2</sup>D 色谱柱上得到分离的可能性将会大大增加。只要在进样过程中 <sup>1</sup>D 色谱柱分离的化合物不会发生或极少发生再混合，那么第二维的分离能力不是与第一维分离能力的加和，实际上是乘积关系。

案例：脂肪醇聚乙氧基醚表面活性剂分离（详情可参考安捷伦资料 5991-2775EN）

表面活性剂同时具有亲水基团和疏水基团，少量表面活性剂即可使溶液体系的界面状态发生明显变化，因此在化工行业有着极为广泛的应用。同时，表面活性剂也是多种结构异质性并存的代表，以非离子型表面活性剂脂肪醇聚乙氧基醚为例：疏水基团结构差异和亲水单体 (EO) 数量的差异，给组分的分离带来了很大的困难。采用安捷伦全二维分离模式——HILIC 模式与反相模式组合，便可将样品组分在两个维度上按疏水基团结构和亲水单体数量分别分离。

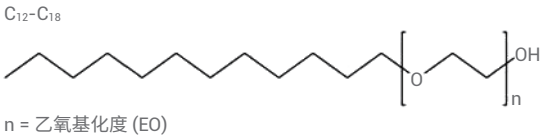


图 27. 脂肪醇聚乙氧基醚表面活性剂结构示意图

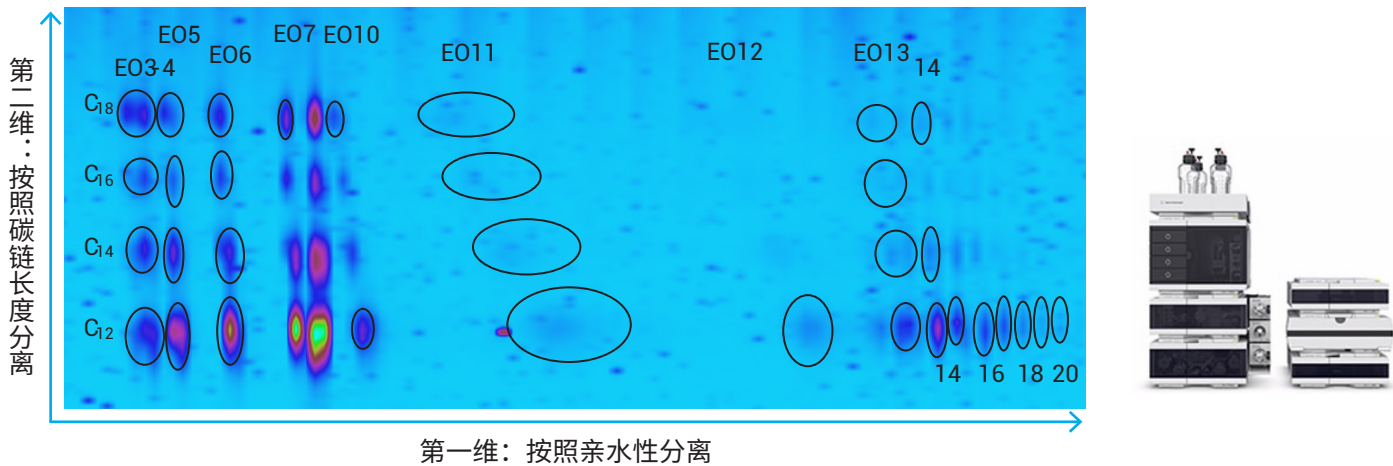


图 28. 脂肪醇聚乙氧基醚表面活性剂样品二维液相色谱图

第一维		第二维	
流动相 A	H <sub>2</sub> O, 50 mmol/L 乙酸铵	流动相 A	H <sub>2</sub> O, 50 mmol/L 乙酸铵
流动相 B	ACN	流动相 B	甲醇
流速	0.025 mL/min	流速	3 mL/min
梯度	0 min – 97% B, 10 min – 97% B, 60 min – 85% B, 100 min – 95% B, 120 min – 70% B, 140 min – 70% B, 160 min – 97% B	梯度	0 min – 50% B, 0.1 min – 70% B, 0.65 min – 95% B, 0.75 min – 95% B, 0.8 min – 50% B, 1 min – 50% B
停止时间	160 min	停止时间	1 min
后运行时间	20 min	后运行时间	1 min
色谱柱	HILIC, 2.1 × 250 mm, 5 μm	色谱柱	C8, 4.6 × 30 mm, 5 μm
柱温	25 °C (左温区)	柱温	50 °C (左温区)
		二维接口	40 μL 定量环

# 聚合物新材料液相色谱解决方案

新材料是“中国制造 2025”战略中要重点突破的十大重点领域之一。是指新研发的具有优异性能或特殊功能的材料，或是传统材料改进后性能明显提高或产生新功能的材料。按照用途，可分为先进基础材料、关键战略材料和前沿新材料。

新材料战略所涉及的高分子材料品种举例：

## – 先进基础材料：

先进石化材料，如高性能聚烯烃、聚氨酯树脂、氟硅树脂、特种合成橡胶

先进轻工材料，包括生物基轻工材料：如聚乳酸 PLA、聚丁二酸丁二酯 PBS、聚对苯二甲酸二元醇酯 PET、对苯二甲酸丙二醇酯 PTT，聚羟基烷酸 PHA，聚酰胺 PA；

特种工程塑料：聚酰亚胺 PI、聚醚砜酮 PPESK、氟塑料、特种纤维、过滤材料、耐高温功能膜、高性能树脂基复合材料、耐高温绝缘材料、耐高温功能涂料、耐高温特种胶黏剂

## – 关键战略材料：

高性能分离膜材料；高性能纤维及其复合材料，如碳纤维、芳纶、聚酰亚胺、高分子量聚乙烯、聚苯硫醚、聚乙烯醇缩甲醛、聚四氟乙烯；显示材料

高分子材料的化学组成、化学组成分布、分子量、分子量分布、拓扑结构均对材料的物理化学性质产生一定影响，GPC（聚合物梯度洗脱色谱）、LCCC（临界点色谱）、GPC-MDS（多检测器 GPC）、2D-LC（二维液相色谱）等方法可以提供以上信息，为新材料研发提供数据支撑。



## 分子量和分子量分布

安捷伦 GPC/SEC 产品包含了从常温到高温；从示差到激光光散射、粘度的各类配置。可以满足各种分子量、分子量分布、样品结构、构象的检测需求。

### 案例：工程塑料 — 聚对苯二甲酸丁二醇酯 PBT（详情可参考安捷伦资料 5991-2517CHCN）

PBT、PET 既可以使用高温 GPC 进行分子量分析。在溶剂邻氯苯酚中，样品加热至 110 °C 并恒温 30 分钟溶解。聚合物溶液在室温下呈溶液状态，但是邻氯苯酚流动相液的高粘度意味着必须使用高温 GPC。

同时也可以使用强极性溶剂，进行常温 GPC 分析。极性溶剂 1,1,1,3,3,3-六氟异丙醇 (HFIP) 是极性聚合物（如聚酰胺和聚酯）的优良溶剂，采用 HFIP 应用特别设计的 Agilent PL HFIPgel 色谱柱进行聚酯、聚酰胺的 GPC 检测。

表 13. 分析条件

参数	值
样品：	PBT 树脂
色谱柱：	2 × PL HFIPgel, 7.5 × 300 mm (部件号 PL1114-6900HFIP)
洗脱液：	HFIP + 20 mmol/L NaTFA
流速：	1.0 mL/min
进样量：	200 µL
柱温：	40 °C
检测器：	示差 + 粘度检测器

表 14. PBT 树脂样品的平均分子量和特性粘度

	Mn/g mol <sup>-1</sup>	Mw/g mol <sup>-1</sup>	特性粘度/g <sup>-1</sup>
原生树脂	24400	48600	0.535
模制件	11200	24000	0.306

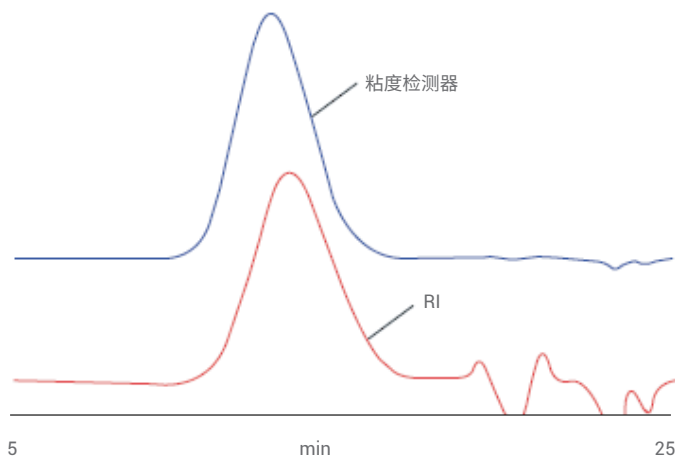


图 29. 模塑前原生 PBT 树脂的双检测器叠加色谱图

## 案例：工程塑料 — 聚酰胺 PA (5991-2517CHCN)

表 15. 分析条件

参数	值
色谱柱:	2 × PL HfIPgel, 4.6 × 250 mm, 9 μm
洗脱液:	HFIP + 0.02 mol/L NaTFAc
样品浓度:	0.1% w/v
进样量:	100 μL
流速:	0.3 mL/min
柱温:	40 °C
柱压:	30 bar
检测器:	示差检测器

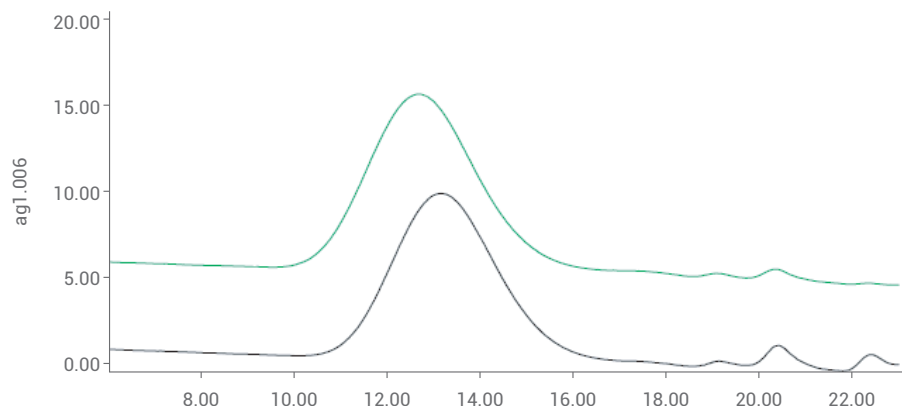


图 30. 在两根 Agilent PL HfIPgel 9 μm 色谱柱组合上采用 HFIP 溶剂洗脱分析两个尼龙样品的原始数据色谱图

## 低分子量树脂组分分离

预聚物末端还存在反应基团，可以通过进一步反应制造新产品。需要在聚合物的质量控制中定量分析残余单体，理想状态下，我们要分离出每个成分，实现特定目标成分的鉴定和定量分析。

PlusPore 系列色谱柱专为高分离度 GPC 分析而设计，采用高孔容以保障分离度。这些填料符合行业标准，是高度交联的聚苯乙烯/二乙烯基苯 (PS/DVB) 填料，具有最广泛的应用和溶剂兼容性。采用新型的聚合工艺制成，获得具有特定、可控的孔结构，以实现最佳的 GPC 性能。

## 案例 1：含低聚物和残留单体的聚氨酯样品

分析条件

色谱柱:	2 × MesoPore. 7.5 × 300 mm (部件号 PL1113-6325)
洗脱液:	THF
流速:	1.0 mL/min
进样量:	20 μL
检测器:	RI

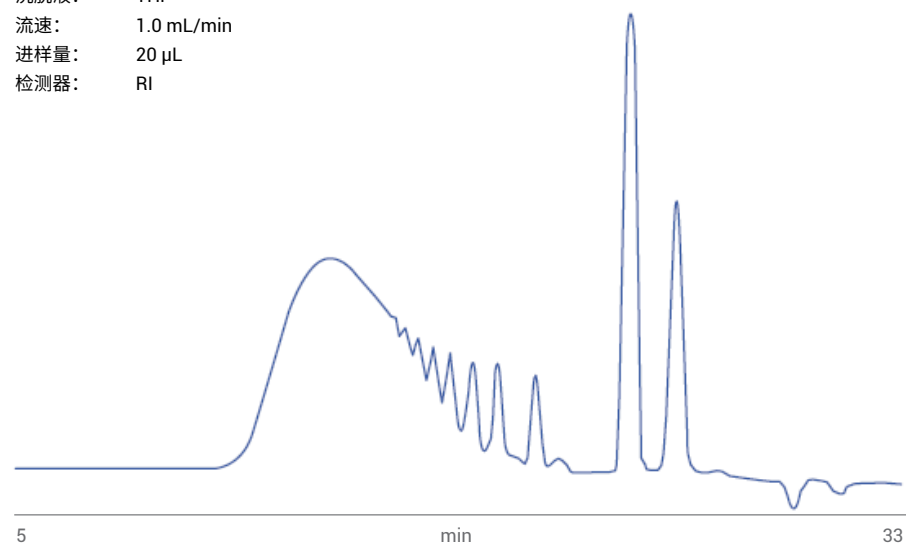


图 31. 含低聚物和残留单体的聚氨酯样品的色谱图

## 案例 2：聚己二酸酯样品批次差异

分析条件

样品：聚己二酸酯  
色谱柱：2 × MesoPore. 7.5 × 300 mm (部件号 PL1113-6325)  
洗脱液：THF (稳定后)  
流速：1.0 mL/min  
进样量：20 µL  
检测器：RI

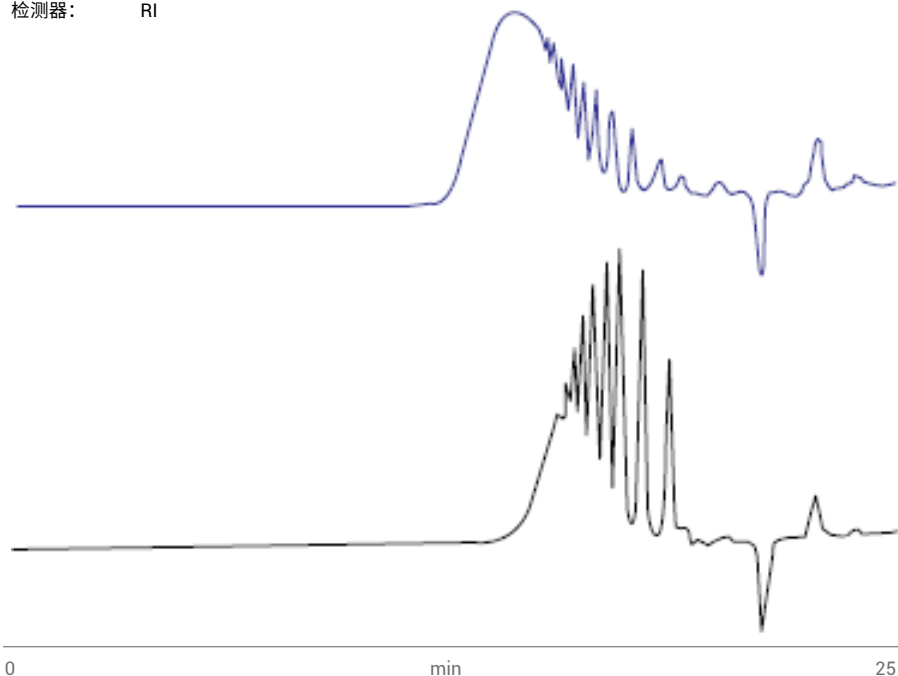


图 32. 聚己二酸酯样品的叠加色谱图，清晰展示了两批样品的差异

## 案例 3：环氧树脂 Epikote 1004 快速分析

使用窄内径柱/加倍流速，可以进行快速 GPC 分析。且由于填料材料为聚苯乙烯/二乙烯基苯 (PS/DVB) 填料，结果与常规 GPC 可比性好。

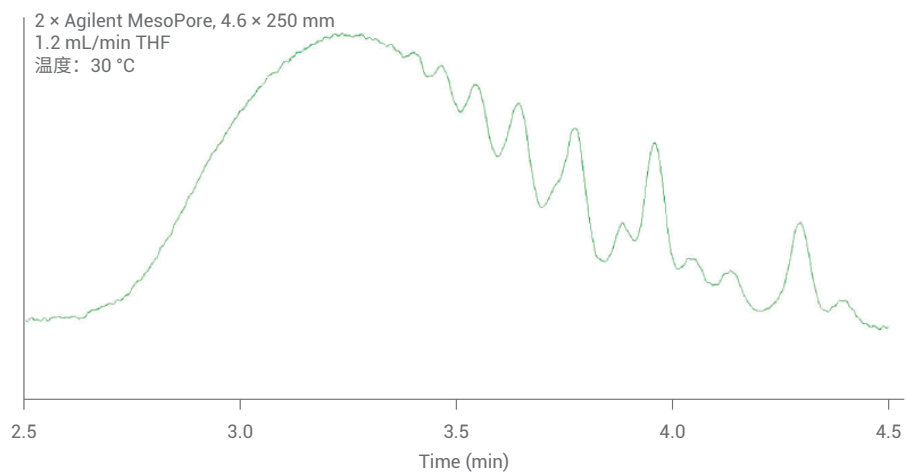
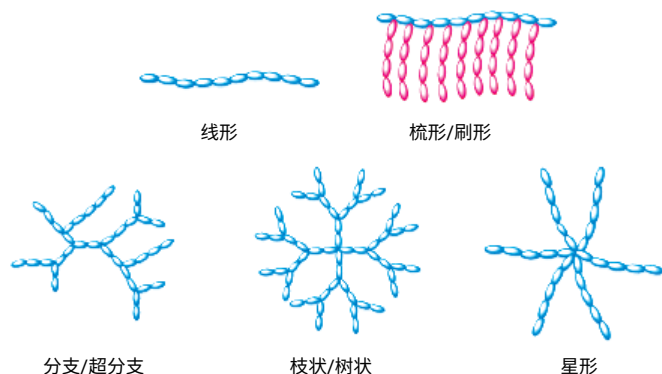


图 33. 低扩散 Agilent 1260 Infinity II GPC/SEC 系统上的快速环氧树脂分析 (Epikote 1004; 市售环氧树脂;  $M_n = 1480 +$  低聚物)

## 拓扑结构分析

非线性型结构可以提供线性结构所不具备的性质，如溶解性、熔融粘度、熔体流变性、高末端官能化度，在涂料、树脂、流动粘度改性剂、药物载体中广泛使用。

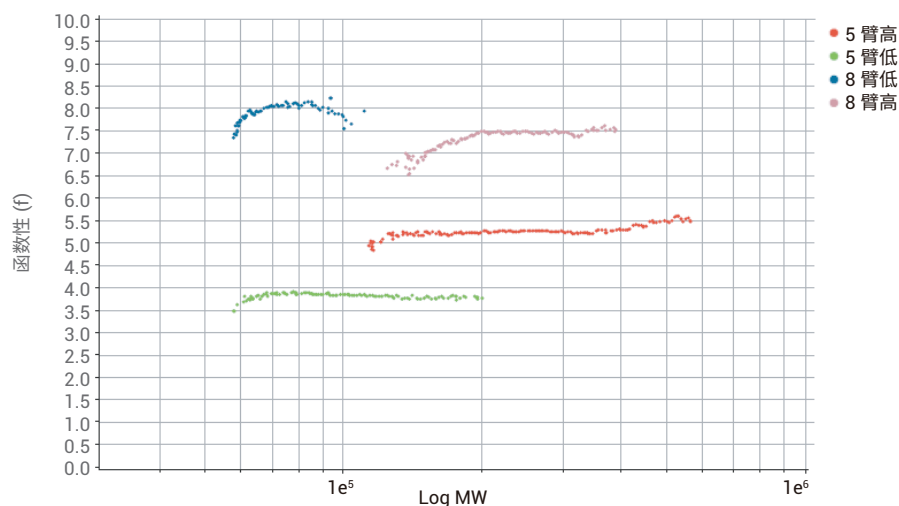
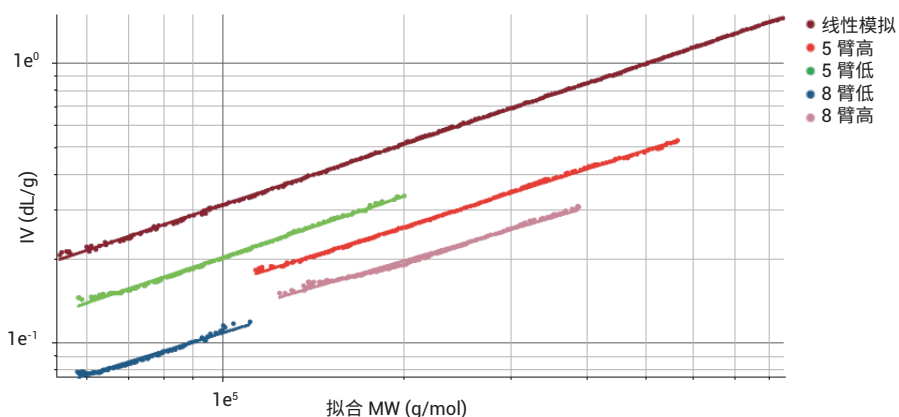


### 案例：星型聚合物支化度分析（详情可参考安捷伦资料 5991-2887EN）

使用 LS-RI-VS 三检测器联用 GPC/SEC 技术，对活性聚合法设计合成的不同分子量 5 臂、8 臂聚合物进行了绝对分子量、支化度、支化率分析。结果显示高分子量 5 臂结构、低分子量 8 臂结构与实验设计相吻合。

表 16. 分析条件

参数	条件
洗脱液	四氢呋喃（用 250 ppm BHT 稳定）
TCC 温度	35 °C
检测器温度	35 °C
进样量	100 $\mu$ L
流速	1.0 mL/min
运行时间	35 min
检测器	示差折光 660 nm 粘度计入口压力 粘度计压差 660 nm 光散射 15° 660 nm 光散射 90°



化学结构分析

共聚物、末端官能化聚合物具有特殊的表面性质、相行为等特性，而这种聚合物的化学异质性表征确并不简单。聚合物梯度洗脱色谱 (GPEC) 和临界点色谱 (LCCC) 通过合适的色谱填料、流动相、梯度条件的选择可以实现基于聚合物化学结构组成的分离。

GPEC：使用正相或反相色谱柱，弱溶剂向强溶剂的梯度；使共聚物按照聚合物的化学组成分离；常用 ELSD 检测器进行检测。

LCCC：使用多孔填充材料作为固定相时，分子排阻色谱和相互作用色谱分离机制在分离聚合物时同时发生作用。在某个特殊色谱条件（固定相、流动相的组成、温度）下，存在两种分离机制的临界点。在临界点条件下，聚合物分子按照分子末端功能基团的不同或嵌段结构的差异分离，与分子量无关。

案例 1：丙交酯-乙交酯无规共聚物乙交酯组成分布分析 — GPEC

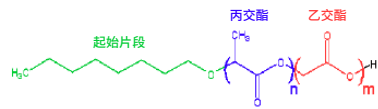


表 17. 分析条件

参数	值
色谱柱：	PLRP-S 5 μm 100 Å (150 × 4.6 mm)
流动相：	A MeOH, B THF
梯度：	0–2 min 1% THF, 2–12 min 1%–99% THF
检测器：	ELSD

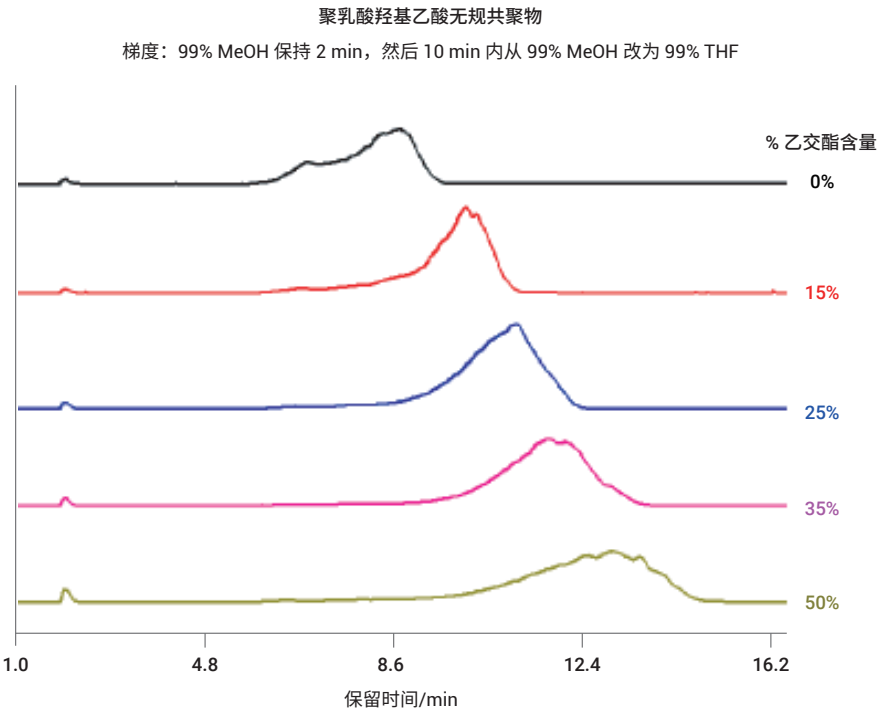


图 36. 一系列聚乳酸羟基乙酸共聚物的 GPEC 色谱图

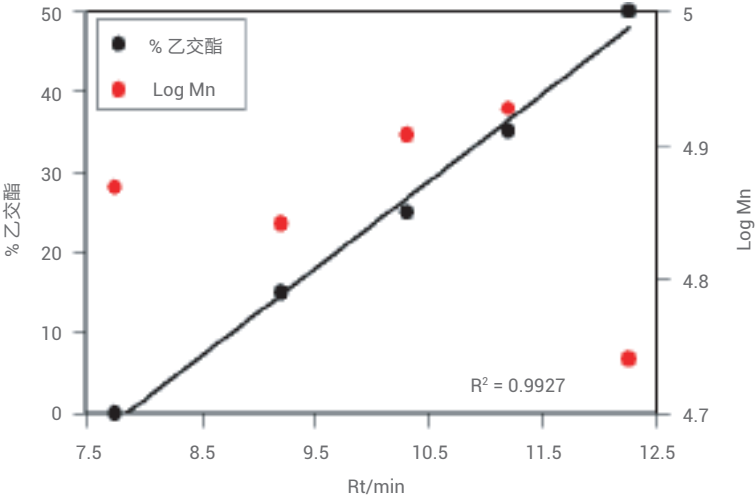


图 37. 由 GPEC 分析的一系列聚乳酸羟基乙酸共聚物的保留时间与分子量和乙交酯含量百分比之间的关系图

## 案例 2：末端官能化 PEG 的分离 — LCCC

在临界点条件下，不同分子量 PEG 同时出峰；而不同末端修饰的聚合物出峰时间不同，从而分离或定量末端官能化的产物。

表 18. 分析条件

参数	值
色谱柱：	PLRP-S 5 $\mu\text{m}$ 100 $\text{\AA}$ (150 $\times$ 4.6 mm)
流动相：	A 乙腈, B 水
检测器：	ELSD

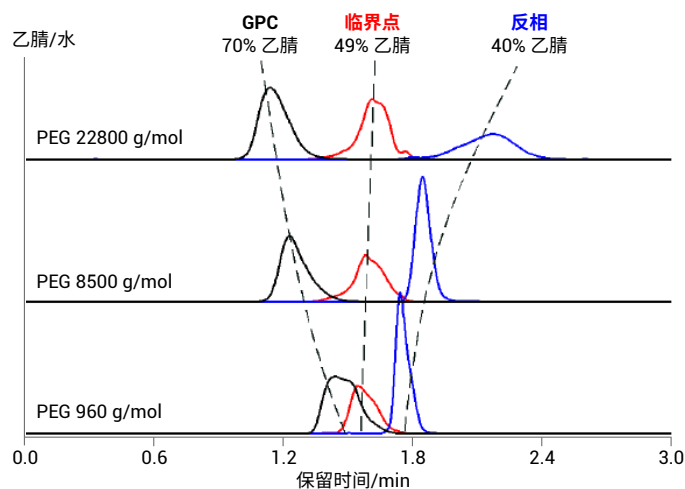


图 38. PEG 的临界点条件摸索

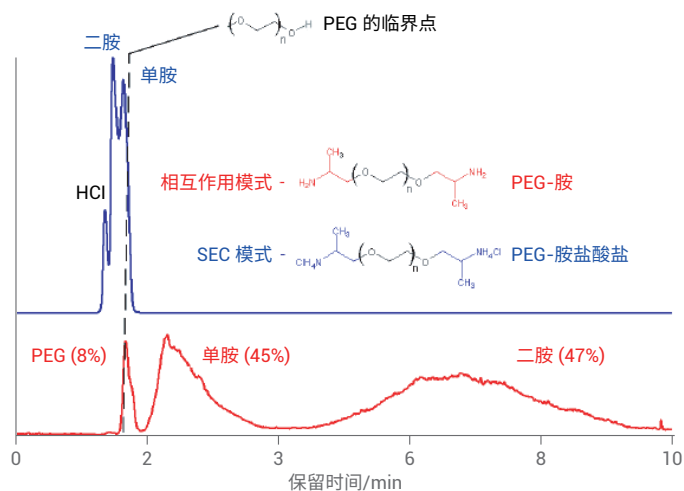


图 39. 用 HCl 中和之前和之后，带有胺端基的 PEG 在 PEG 临界点条件下的色谱图

### 案例 3：聚碳酸酯的二维分离

聚碳酸酯是五大工程塑料之一，具有高强度、高透明度、耐疲劳等特性，广泛应用于玻璃装配业、汽车行业和电子电器行业。聚合度、末端结构、支化结构的差异，这些都会引起产品性能的多样化，而这些差异化结构的分离表征是材料分析的难题，这些都给样品的分离增加了难度。

使用全二维液相色谱技术，可以解决这一难题。第一维使用近临界点梯度条件，第二维使用体积排阻色谱进行分离。使得样品按照不同聚合度、六种不同官能团和不同支化结构的组分（线性、环状、支化结构、不同末端），分布于二维平面谱图的六个不同区域，同时通过颜色指示不同组分的浓度差异，这样样品结构、浓度信息得到整体呈现。（详细信息请参考 Analytical Chemistry. 2018, 90, 5422-5429）

### 案例 4：苯乙烯-丙烯腈共聚物的二维分离（详情可参考安捷伦资料 5994-6699EN）

共聚物样品同时存在聚合度和苯乙烯/丙烯腈单体共聚组成两个维度的结构差异。使用全二维液相色谱技术，可以对样品按照共聚组成进行分离，并得到各共聚组成的分子量及分布信息。

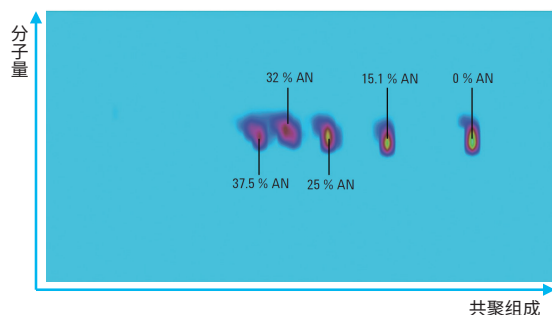


图 40. 苯乙烯-丙烯腈共聚物二维谱图（第一维使用相互作用色谱条件；第二维使用快速体积排阻）

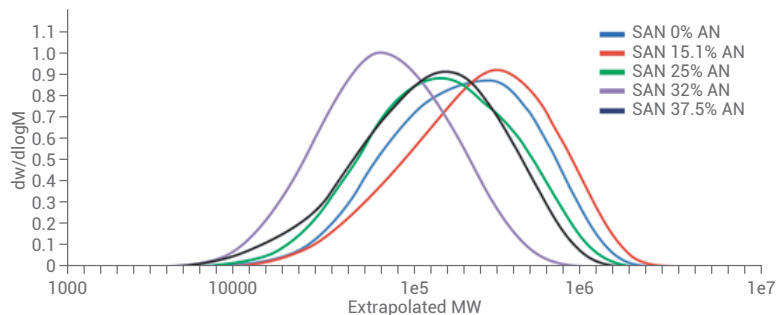


图 41. 苯乙烯-丙烯腈共聚物不同共聚组成组分的分子量分布图

小分子组分分析

聚合物材料的分析中，还经常涉及残留单体、添加剂、稳定剂、中间体等小分子组分的定性和定量检测。对于低沸点的小分子组分，常采用顶空-气相检测。对于难气化的组分，需要使用液相色谱进行检测。由于聚合物基质的存在，需要对样品进行前处理，例如萃取、溶解再沉淀聚合物基质、对 GPC 分离中小分子组分进行离线收集等方法。

小分子组分提取的前处理过程，可能导致组分的损失，或者寡聚物的残留，对分析产生干扰。安捷伦二维液相方案，可以在聚合物样品进行 GPC 分析时，便实现小分子组分的检测。第一维 GPC 模式，在获得样品分子量信息的同时，分离了聚合物基质和小分子待分析物，第二维使用反相色谱或其他模式，对小分子进行分析。

案例 1：聚乙烯中抗氧化剂、芥酸酰胺爽滑剂分析

对聚乙烯样品经过研磨粉碎后，使用异丙醇回流萃取（密度 < 0.94 g/mL 聚乙烯）或环己烷回流萃取（密度 > 0.94 g/mL 聚乙烯），萃取液过滤进样。

HPLC 方法通常分析时间需要 30 min，而 UHPLC 可以将分析时间缩短至原来的 1/10。大大缩短了分析时间，提高样品通量。

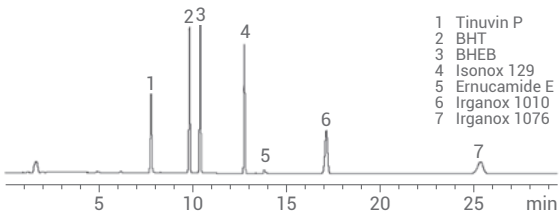


图 42. HPLC 方法分析聚乙烯中抗氧化剂、芥酸酰胺爽滑剂

HPLC 条件	
色谱柱	Zorbax Eclipse XDB-C18 4.6 x 150 mm, 5 μm
流速	1 mL/min
进样量	10 μL
柱温	60 °C

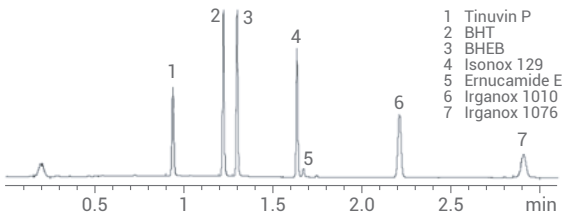


图 43. UHPLC 方法分析聚乙烯中抗氧化剂、芥酸酰胺爽滑剂

UHPLC 条件	
色谱柱	Zorbax Eclipse XDB-C18 2.1 x 50 mm, 1.8 μm
流速	0.9 mL/min (357 bar)
进样量	2 μL
柱温	60 °C

## 案例 2：环氧树脂里小分子组分在线检测

主动溶剂调制多中心切割二维色谱方法，大大简化了聚合物中小分子组分的分析流程。第一维 GPC 使用的流动相是四氢呋喃，第二维反相使用流动相的是水/乙腈。第一维溶剂峰位置为小分子组分被洗脱的位置。由于四氢呋喃在第二维中洗脱能力太强，待分析组分直接进入第二维会导致流穿效应（化合物不保留，在死时间被洗脱）。安捷伦主动溶剂调制 ASM 二维接口技术，解决了第一维、第二维溶剂兼容性问题，将酚醛环氧树脂中的寡聚物异构体、双酚 A、双酚 A 二缩水甘油醚小分子组分进行了分离定量（详细信息请参考 Journal of Chromatography A, 1562 (2018) 78–86）

相同的原理和分离条件也用于聚合物材料中添加剂的分析：

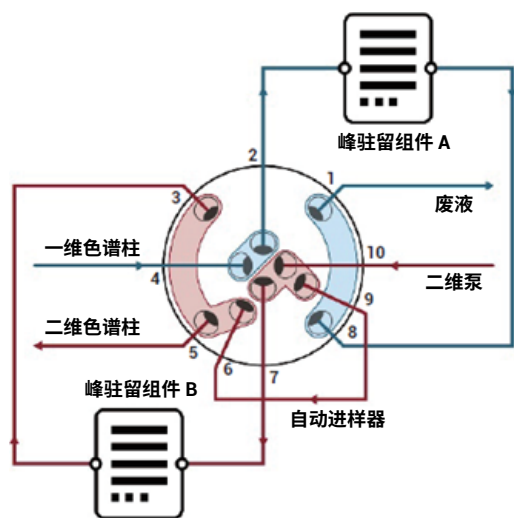


图 44. 多中心二维液相流程图

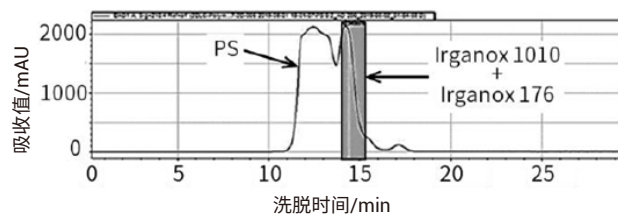


图 45. 使用 Agilent MHC 二维液相分析聚合物小分子组成的第一维谱图（深色标注部分为进行第二维分析的小分子组分）

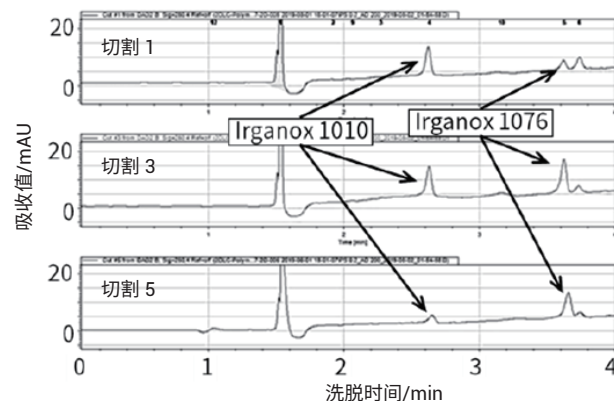


图 46. 使用 Agilent MHC 二维液相分析聚合物中小分子量组分的第二维分离谱图

## 推荐阅读：从原理到实践，快速掌握液相色谱相关技术

液相色谱手册 — 液相色谱柱与方法开发 5990-7595CHCN

二维液相色谱 — 基础导论 5991-2359CHCN

制备型液相色谱原理与实践 — 基础导论 5994-1016ZHCN

毛细管电泳 — 基础导论 5990-3777EN

CE/MS 原理与实践 — 新用户及分析人员指南 5994-0112ZHCN

超临界流体色谱 — 基础导论 5991-5509CHCN

凝胶渗透色谱和体积排阻色谱技术介绍 — 入门读本 5990-6969CHCN

多检测器凝胶渗透色谱指南 5990-7196CHCN

采用 GPC/SEC 分析聚合物 — 能源与化工领域中应用 5991-2517CHCN

基于 Agilent 1200 Infinity 系列快速更换阀系统的自动化解决方案 5991-5566CHCN

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)



微信搜一搜

安捷伦视界

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2020  
2020 年 4 月 3 日，中国出版  
5989-5847CHCN

