

应用 GPC/SEC 分析聚烯烃

应用文集

作者

Greg Saunders 和 Ben MacCreath
安捷伦科技有限公司



目录

页码

应用 GPC/SEC 分析聚烯烃

引言.....	3
GPC 分离机理.....	4
GPC 系统进行聚烯烃分析的要求.....	5

样品前处理

安捷伦 PL-SP 260VS 样品前处理系统.....	6
------------------------------	---

系统、软件 and 标准品

用于聚烯烃分析的安捷伦 PL-GPC 220 一体化 GPC/SEC 系统.....	7
安捷伦 Cirrus GPC 软件 —— 通用 GPC 解决方案.....	9
用于聚烯烃分析中色谱柱校正的标准品.....	10
推荐用于设定分析聚烯烃的 GPC/SEC 系统.....	11

GPC 分析聚烯烃所用的色谱柱

安捷伦 PLgel Olexis 色谱柱.....	12
---------------------------	----

聚烯烃应用

用于高分子量聚烯烃的色谱柱.....	14
用于较低分子量聚烯烃分析的色谱柱.....	15
重复性研究 1.....	16
重复性研究 2.....	17

专业检测器

用于聚烯烃分析的各种检测器选项.....	19
GPC 黏度检测 —— 采用一个浓度型检测器和黏度计进行分析.....	19
GPC 光散射检测 —— 采用浓度型检测器和光散射检测器进行分析.....	19
GPC 的三检测器检测 —— 使用浓度、黏度和光散射数据进行分析.....	20
传统 GPC、GPC 黏度检测、GPC 光散射检测和 GPC 三检测器检测之间的比较.....	20

支化

比较聚乙烯中的长链支化.....	21
使用 Cirrus GPC 多检测器软件进行聚乙烯支化度分析.....	22
线性低密度聚乙烯 (LLDPE) 的支化分析.....	24
聚乙烯的 GPC/FTIR 分析.....	25

更多聚烯烃分析的安捷伦解决方案.....	27
----------------------	----

应用 GPC/SEC 分析聚烯烃

引言

聚烯烃是一类由简单的烯烃聚合而成的聚合物的通称。现存许多不同类型的烯烃，从最简单的乙烯到逐渐复杂的 α - 烯烃。聚乙烯和聚丙烯是聚烯烃中人们最感兴趣的两个产品，是世界上产量最高的聚合物。对聚烯烃的分析兴趣来自于其能够创造自定义属性的新材料、新型催化剂的开发以及实现聚合物生产质量控制的需要。

安捷伦在应用凝胶渗透色谱 (GPC, 也称体积排阻色谱, SEC) 分析聚烯烃方面具有悠久的历史。此应用文集描述了用于聚烯烃分析的安捷伦产品组合, 包括仪器、软件、色谱柱和标准品, 它们构成了一个用于这些重要产品分析的完整组合。此外, 文集的大量应用验证了安捷伦用于聚烯烃分析的完整解决方案的优异性能。

凝胶渗透色谱是一项众所周知的用于评估聚合物如聚烯烃分子量分布的技术。如表 1 所示, 聚合物的分子量会影响其许多物理性质。一般来说, 分子量的增加将提高聚合物的性能, 而增加分子量分布宽度 (多分散性) 会导致其性能下降, 但可以提高加工的方便性。

多数聚烯烃, 通常含有超过 10% 的乙烯和聚丙烯单体, 在一些溶剂中的溶解度很有限。这是因为这些材料的高结晶度使其具有特有的高强度和高韧性。高结晶度需要断裂所有的链间化学键才能溶解这些材料。我们可以使用一些溶剂, 但是通常三氯苯这种有特殊气味的黏稠溶剂是最有效的。有些实验室也使用邻二氯苯, 但是这些材料在该溶剂中的溶解度不是太好。

表 1. 分子量 (M_w) 和降低分子量分布宽度对聚烯烃的影响

	强度	韧度	脆度	熔体黏度	耐化学性	溶解度
分子量增加	+	+	+	+	+	-
分布减小	+	+	-	+	+	+

Polymer Laboratories (PL) 公司成立于 1976 年, 为用户提供高质量的 GPC/SEC 色谱柱、标准品、仪器和软件。30 多年来公司开发了許多市场领先的产品, 包括 PLgel、PL aquagel-OH、PlusPore、PLgel Olexis、PolarGel 色谱柱和 EasiVial 标准品。PL 公司依靠先进的内部生产技术, 以世界一流的技术和应用支持做后盾, 在质量和性能方面享有盛誉。

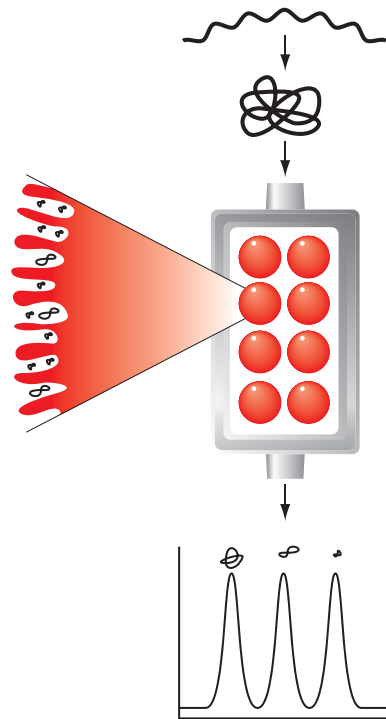
收购 PL 公司后, 安捷伦将为所有类型的合成和生物分子聚合物的表征, 提供更广范围的 GPC/SEC 解决方案, 包括从传统 GPC 到多柱、多检测方法的复杂测定。

GPC 分离机理

- 聚合物分子溶解在溶液中, 由于分子量不同形成大小不同的球形聚合物线团结构
- 聚合物线团随洗脱液流经色谱柱
- 色谱柱内填充具有特定孔结构的非溶性多孔小球
- 多孔小球的孔径与聚合物线团的孔径接近
- 聚合物线团在孔内外扩散
- 洗脱基于分子大小的差异——大分子先出, 小分子后出
- 通过聚合物标准品建立的校正曲线将体积分离转换为分子量分离

高结晶度聚合物如聚乙烯只能在高温下溶解。这是因为需要升高温度才能破坏规则的晶体结构, 冷却时这种材料将重结晶并从溶液中析出。对于这些应用, 高温需要贯穿分析始终以确保样品保留在溶液中。这就对仪器成功完成聚烯烃分析提出了要求。

- 溶剂选择受限, 主要是 1,2,4- 三氯苯 (TCB)
- 溶解需要升高温度, 通常根据分子量和结晶度需要 1 到 4 小时
- 根据分子量溶解范围和分离效率, 必须为该应用选择合适的色谱柱
- 高温 GPC 系统要求系统所有组件都能够经受分析温度, 根据分子量和结晶度通常在 135 到 170°C 之间



分离关键

- 较小的分子可以进入许多微孔
- 较大的分子只能进入少量微孔
- 非常大的分子只能进入极少微孔

GPC 系统进行聚烯烃分析的要求

在聚烯烃分析中,自动进样器、检测器、色谱柱、进样阀和传输管线必须能够保持高温。典型的系统结构如图 1 所示。

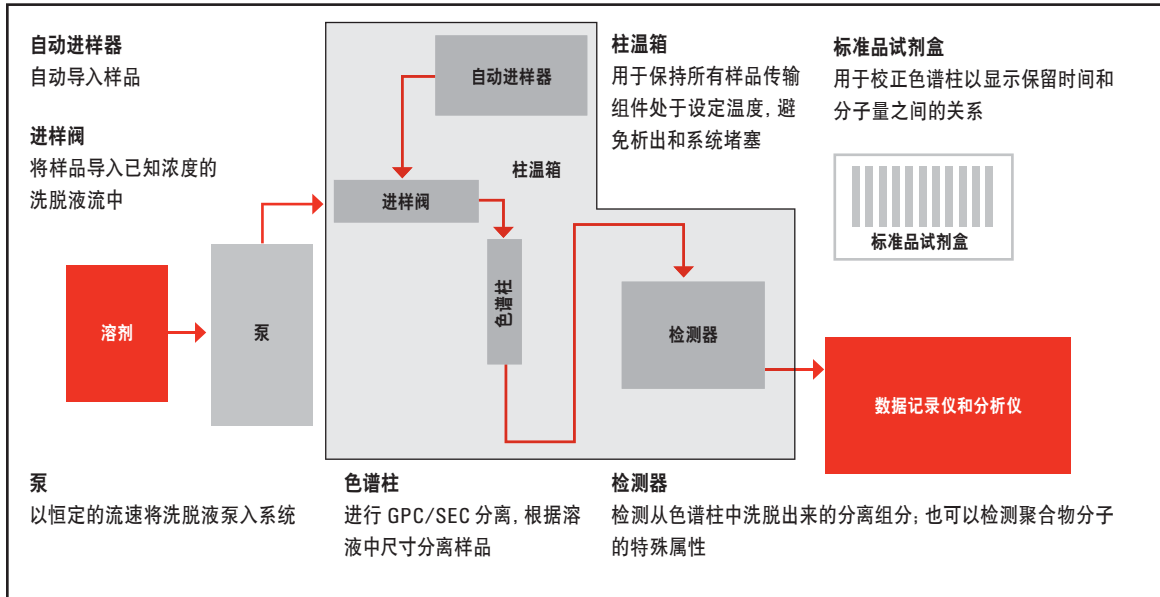


图 1. 用于聚烯烃分析的 GPC 系统结构图

样品前处理

由于溶解样品需要高温和长时间加热，因此聚烯烃样品的前处理十分耗时。许多聚烯烃比常用的分析溶剂如 TCB 密度低，因此搅拌样品是十分必要的，以确保其完全溶解。同时为去除不溶物如填料，过滤也是必需的。

表 2. 制备分析所用的聚烯烃样品

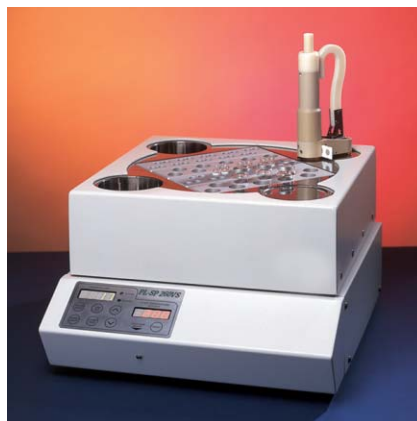
材料	常规浓度 (mg/mL)	常规制备温度 (°C)	常规加热时间 (h)
烯烃蜡	2 到 3	150	1
通用 PE 或 PP	2	150	4
超高分子量聚烯烃	0.25 到 0.5	150	4 到 8

安捷伦 PL-SP 260VS 样品前处理系统

PL-SP 260VS 设计用于 GPC 分析之前对样品如聚烯烃等进行手动溶解和过滤。该设备能在 30 到 260°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) 的温度范围内结合轻度搅拌进行可控加热，用户可在 85 到 230 ($\pm 10\%$) rpm 的速度范围内进行选择。凭借其可控的温度范围和速度，PL-SP 260VS 是多数聚合物分析的理想选择，甚至包括最难分析的样品如超高分子量聚乙烯。

样品瓶类型的选择

可更换加热铝座设计适合多种类型样品瓶。标准附件包可以与为您提供的 20 mL 标准前处理样品瓶结合使用，也可和 PL-GPC 220 自动进样器的 2 mL 样品瓶或其他制造商的 4 mL 自动进样器样品瓶配合使用。如果有需要，用户定制附件包可以为您提供不同的样品瓶选择。



安捷伦 PL-SP 260VS 样品前处理系统

有效分液

独特的移液头设计能够有效地将过滤的样品溶液从样品制备瓶中分液到目标（自动进样器）样品瓶中，所需移液操作最少。

多种过滤器材质选择

聚烯烃样品的过滤通常需要去除不溶填料或胶体（图 2）。两种过滤器材质可供选择：

- 玻璃纤维（标称孔隙率 $1\ \mu\text{m}$ ）—— 普通应用的理想系统（图 2）
- 多孔不锈钢（标称孔隙率 $0.5\ \mu\text{m}$ 、 $5\ \mu\text{m}$ 和 $10\ \mu\text{m}$ ）

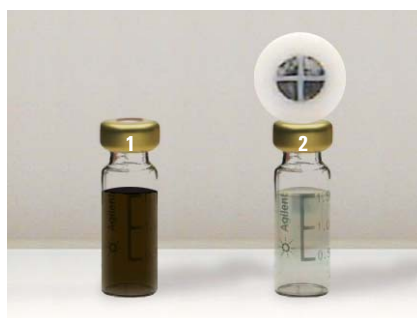


图 2. 炭黑聚乙烯溶液的过滤——1. 未过滤, 2. 使用 $1\ \mu\text{m}$ 玻璃纤维过滤器过滤之后

系统、软件 and 标准品

用于聚烯烃分析的安捷伦 PL-GPC 220 一体化 GPC/SEC 系统

PL-GPC 220 是高温聚烯烃分析的领先系统。它拥有专为聚烯烃分析而设计的众多特性，是凝聚渗透色谱中功能最多样的仪器。

最宽的温度范围

PL-GPC 220 拥有已知最宽的温度操作范围：30 到 220°C，能够分析任何溶剂中的任何聚合物。多加热器强制排气箱非常稳定，能够精确控温在 0.05°C 的范围内，因而使检测器基线漂移最小化，保证了在 GPC 分析中至关重要的保留时间重现性。

高精度单元泵 —— 为精确结果提供无以伦比的重现性

PL-GPC 220 采用了获得最佳泵性能的高精度泵。无论是在室温下的 THF，还是对 140°C 以上的 TCB，都实现了无可匹敌的 0.07% 的流量重现性。

开放式柱温箱 —— 更换色谱柱和日常维护更简便

柱温箱能轻松放入六支 300 x 7.5mm GPC 色谱柱。柱温箱为您提供舒适安全的操作，能在合适的角度方便更换色谱柱和进样定量环。



安捷伦 PL-GPC 220 一体化 GPC/SEC 系统

增强的 RI 灵敏度和稳定性

经过改进的示差折光 (RI) 检测器包括新的光电二极管，采用的光纤技术在减少基线漂移和噪声的同时提高了灵敏度，这对良好的 GPC/SEC 分析很关键。这种 RI 检测器即使在 220°C (图 3) 也能提供出众的信噪比。

分析条件

色谱柱： 2 x Agilent PLgel 10 μm MIXED-B,
300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6100)

流速： 1 mL/min

进样量： 200 μL

检测器： PL-GPC 220

峰识别

1. Mp = 1460000, 浓度 = 0.62 mg/mL

2. Mp = 9860, 浓度 = 1.08 mg/mL

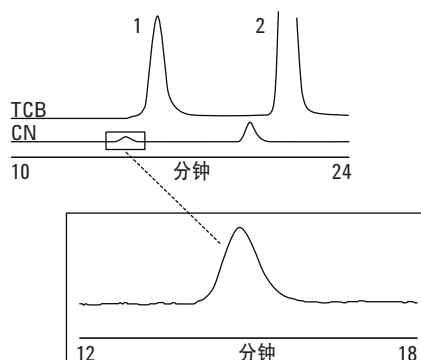


图 3. 在聚苯乙烯标样分离中显示出出色的信噪比

安全第一 —— 溶剂峰检测和自动终止

安捷伦 GPC/SEC 系统采用了内置传感器，用于稳定监控系统。在溶剂模块和柱温箱中装有蒸汽传感器。根据使用的溶剂，传感器能够进行灵敏度设置。

如果出现无人值守的错误，系统会根据错误的情况选择和激活适当的终止序列。为了避免损坏昂贵的 GPC 色谱柱，在可能情况下会保持低溶剂流量。

审查跟踪功能为系统的可追溯性提供完整的状态和错误日志。

定制升级方案

柱温箱能轻松应对多检测器如光散射检测器和黏度计的升级，并能够与其他技术如 TREF (升温淋洗分级)、FTIR (傅里叶变换红外光谱) 和 ELSD (蒸发光散射检测) 联用。该柱温箱最多结合四个检测器。例如，集成 RI、黏度计和光散射检测将提供完整的聚合物表征。

计算机控制 —— 轻松编辑，易于使用

用于聚合物表征的 PL-GPC 220 系统工作温度能高达 220°C，其直观全面的 PC 软件控制实现完整而灵活的系统管理。拥有安全这一先决条件，PC 控制独具匠心的设计允许您远程使用而无需身处实验室。

交互式颜色编码的图形使使用更方便。通过简单点击主屏幕上的颜色编码模块可以改变任何运行参数。流量、温度和自动进样器序列能快速、轻松地升级，如果需要您也可以查看屏幕上的帮助选项 (图 4)。

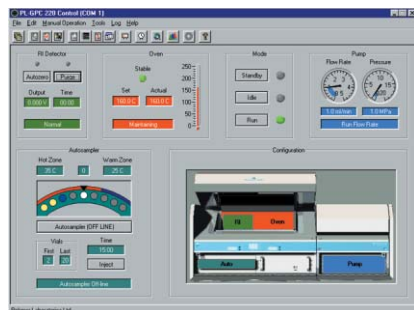


图 4. PL-GPC 220 的软件控制

时间预估器计算分析您样品所需的溶剂量。输入您希望系统开始运行的日期和时间，然后将样品载入自动进样器，PL-GPC 220 系统就可以处理您的分析了。

PL-GPC 220 为真正的无人值守操作而设计。系统逐渐加热到分析温度，同时泵保持低流量使溶剂通过色谱柱。当温度到达设定温度并稳定后，泵将梯度升至分析样品所需的流量。然后 PL-GPC 220 系统自动吹扫 RI 检测器并自动归零基线。检测器输出将被监控，稳定后自动进样器载入并进样第一个样品。序列运行完成后，流量将自动降低以节省溶剂。

集成的溶剂传输 —— 安全设计

PL-GPC 220 的溶剂模块提供了安全可控的环境，在此环境下溶剂和废液得到管理。溶剂处理完全集成在系统中，同时出于操作者的安全考虑，增加了通风功能，因此系统无需放置在通风罩内。

PL-GPC 220 包括一个集成的溶剂脱气机，可选择容纳 2 L 溶剂瓶到 13 L 不锈钢容器的溶剂架。溶剂传输模块稳定控温到 30°C，即使溶剂很黏稠或者在室温下可能凝固，也能够确保了高效、连续、可重现的溶剂传输 (图 5)。



图 5. 安捷伦 PL-GPC 220 一体化溶剂传输系统

双区加热自动进样器 —— 进样前无样品降解

安捷伦创新的自动进样器能容纳 39 个 2 mL 行业标准样品瓶。进样精度优于 1% RSD, 没有样品间的交叉污染同时也无需冲洗样品瓶。自动进样器的双区加热设计将热降解降至最低。预热区和加热区能实现从室温到 220°C 独立程序升温, 所以样品盘中等待进样的样品会保持在较低温度, 然后在进样前被加热到分析温度。

样品瓶在进样前被转移到样品平衡的柱温箱。该功能将基线干扰降到最低并且完全消除了样品析出的危险。

安捷伦 Cirrus GPC 软件 —— 通用 GPC 解决方案

Cirrus 是一套安捷伦强大的 GPC/ 多检测器软件套装。Polymer Laboratories 公司, 现在已是安捷伦公司的一部分, 从 20 世纪 80 年代起就为用户提供行业标准的 GPC 软件。无论是在使用浓度检测器的传统 GPC 应用中, 还是在使用多检测器的光散射和黏度分析应用中, Cirrus 均可轻松完成 GPC 计算过程。

与现有 LC 软件集成

Cirrus 软件功能强大、易学易用, 既可用于独立的 GPC 仪器也可用于与 LC 集成的 GPC 仪器。Cirrus 利用软件设计上的最新进展提供综合的计算选项、定制报告和使用安捷伦 PL DataStream 的高分辨率数据收集。

模块化、灵活性、可扩展

Cirrus 随着满足您的需求而不断发展。模块化套装为不同的 GPC 技术提供支持, 如多检测器 GPC、在线 FTIR 检测和短链支化 (SCB)。Cirrus 可以在独立的 PC 上运行或者提供网络版 GPC 解决方案。

易用的用户界面

Cirrus 使用直观的图形化用户界面, 如此简明的设计使新用户可以在安装软件一小时内获得报告结果。Cirrus 采用安捷伦的 Workbook 理念为您提供:

- 一个简单的存储数据、参数和分析结果的“容器”
- 色谱图、校正和分析结果的自动存档
- 数据跟踪和数据整合
- 允许预定义参数和报告内容的模板

综合校正和计算选项

Cirrus 为您提供多种计算选项的选择。

- 使用窄分布标准品的传统校正
- 使用黏度或马克 - 霍温克系数进行通用校准
- 校正点的重复输入
- 三种宽分布标准品校正方法
- 计算色谱图中任何色谱峰的平均值和分布
- 对于特殊的 MW 限定, 可以报告材料的百分数

校正叠加功能使您能看到一段时间内柱性能的影响。

查看、整理和压缩结果

Cirrus 软件能够满足日常 QC/ 常规工作和 R&D 环境的需求, 提供全自动或交互式的分析。该软件提供许多功能强大的选项来从存档数据和分析结果中查看、对比和提取信息, 列入到最终报告中。

色谱图和结果可以同时用文本格式和图形格式来查看。该信息也可以用不同的行业标准格式输出。强大的报告设计功能为报告内容和形式提供全面的灵活性。在 Cirrus 软件中, 所有与色谱图或结果文件相关的参数都可以方便地通过全方位的导出选项获得。Cirrus 还可确保在整个操作过程中保持数据的完整性和可追溯性。

用于聚烯烃分析中色谱柱校正的标准品

安捷伦科技的聚合物标准品是进行准确可靠的 GPC/SEC 色谱柱校正的理想参比选择, 保证符合 ISO 9001:2000 的质量标准。

我们的具有独特性质的高特征均聚物的附加应用可以作为研究和分析方法开发的模型聚合物。这些高质量的聚合物标准品利用多种独立的技术 (如光散射和黏度计) 进行深入表征, 采用高性能 GPC 来验证多分散性和所有重要色谱峰的峰间分子量 (Mp)。

对于聚烯烃分析, 通常使用聚乙烯和聚苯乙烯标准品。安捷伦为最大化您的特定表征需求提供了最广泛的材料选择。此外, 我们也提供其他聚合物, 如单一分子量和宽分子量分布聚合物, 用作系统验证或宽范围标准品的校准程序。安捷伦提供的各种聚合物标准品列于表 3 中。

表 3. 标准品选择指南

聚合物类型	单一分子量	校准试剂盒	安捷伦 EasiCal	安捷伦 EasiVial	GPC/SEC 类型
聚苯乙烯	是	是	是	是	有机相
聚甲基丙烯酸甲酯	是	是		是	有机相
聚乙烯	是	是			有机相

推荐用于设定分析聚烯烃的 GPC/SEC 系统

下列问题将帮助您针对特定应用找到推荐的色谱柱和标准品，以及系统参数（如进样量）。

为 GPC/SEC 分析聚烯烃选择一款色谱柱

以黑体字显示的色谱柱为首选

问题	答案	建议	备注
1. 预估分子量是多少?	高 (最高几百万)	PLgel Olexis	PLgel Olexis 专门设计用于聚烯烃分析, 提供了最佳的分析性能, 也适用于光散射应用
<i>问这个问题看上去很奇怪, 但是在 GPC/SEC 分析中, 色谱柱的分离度与分离范围相关。了解样品的预估分子量, 有助于选择能获得优化结果的最佳色谱柱。</i>		PLgel 10 µm MIXED-B 或 PLgel 20 µm MIXED-A	PLgelMIXED-A 柱分离的分子量高于 PLgelMIXED-B, 但由于粒径较大, 柱效较低
		PLgel MIXED-B LS 或 PLgel MIXED-A LS	适用于光散射应用
	中 (最高几十万)	PLgel 5 µm MIXED-C 或 PLgel 5 µm MIXED-D	PLgel 色谱柱在大多数应用中都可以使用
	低 (最高几万)	PLgel 5 µm 500Å	PLgel 色谱柱提供了高分离度, 为低分子量应用而设计
	很低 (几千)	PLgel 5 µm 100Å	PLgel 色谱柱在低分子量时提供高分离度
	未知	PLgel Olexis	PLgel 色谱柱设计用于聚烯烃分析
2. 使用多少支色谱柱?	取决于色谱柱的填料粒径	粒径 20 µm, 使用 4 支色谱柱 粒径 13 µm, 使用 4 支色谱柱 粒径 10 µm, 使用 4 支色谱柱 粒径 5 µm, 使用 4 支色谱柱	大粒径的色谱柱需要增加色谱柱的数量以弥补低柱效——PLgel Olexis 的粒径为 13 µm
<i>色谱柱 (取决于样品的预估分子量) 填料分子的粒径越大, 分离度就越低, 为了保持高质量的结果就需要更多的色谱柱。越高分子量的样品, 需要的粒径就越大, 以降低分析过程中发生剪切降解的风险。</i>			
3. 什么样的标准品最好?		聚苯乙烯 (PS) 或 聚乙烯 (PE)	聚苯乙烯是最常用的标准品, 采用易于使用的 EasiVial 形式, 聚乙烯对基于聚乙烯计算分子量的校正非常有用
<i>根据不同的分析这里有两种选择。</i>			

GPC 分析聚烯烃所用的色谱柱

安捷伦生产用于合成聚合物分析的一系列色谱柱，其中很多色谱柱是适合聚烯烃分析的。其中，PLgel Olexis 特别设计用于宽分子量范围的聚烯烃。

安捷伦 PLgel Olexis 色谱柱

PLgel Olexis 是用于高分子量聚合物如聚烯烃分析的优选色谱柱。该色谱柱为这类聚合物进行特别设计生产，色谱柱分离高达 100000000 g/mol (聚苯乙烯溶于 THF 中)。为实现最大分离度及最小聚合物剪切，色谱柱装填 13 μm 微粒，可在高达 220°C 时进行高结晶度材料的分析。PLgel 产品的柱填料具有优良的机械稳定性和您期望的耐用性。

无剪切降解

该色谱柱的颗粒粒度为 13 μm ，能提供超过 30000 塔板 / 米的高柱效。此外，优异的颗粒尺寸均一性 (图 6) 能产生很窄的粒径分布，确保无剪切降解。

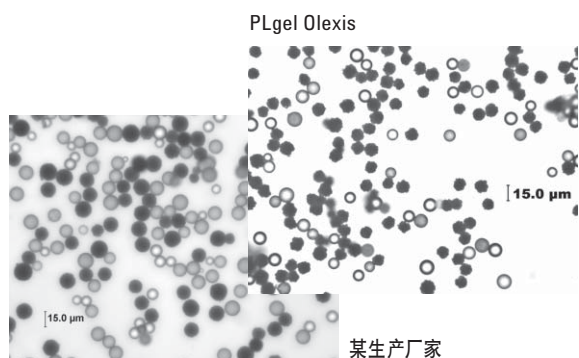


图 6. PLgel Olexis 出色的颗粒尺寸均一性清晰可见

高分辨范围

最近开发出许多具有高分散性的新型聚烯烃。测定准确的多分散性和形貌在这些新型聚合物研发中至关重要。PLgel Olexis 完全能够满足这一需要，适用于所有高达 100000000 g/mol 的聚烯烃应用。

轻松外推

大孔径颗粒使它们对很多类型的聚烯烃分析都十分有效。线性作为控制标准被引入安捷伦的制造过程中，以确保在整个操作过程中的线性分离 (图 7)。分析结果经过简单的外推法来进行校正。

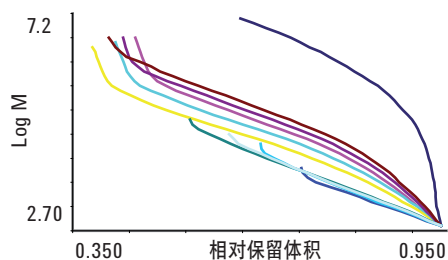


图 7. PLgel Olexis 色谱柱中的一些组分的线性分离表明其不存在干扰的无效填料

一支色谱柱适用于所有聚烯烃应用

PLgel Olexis 中的填料是很多组分的精确混合，产生的平稳分布真实地反映了样品组成 (图 8)。填料的错位并不存在，所以您可以确信任何不正常的峰形显示也是该样本的真实性质，并没有干扰的无效填料存在。

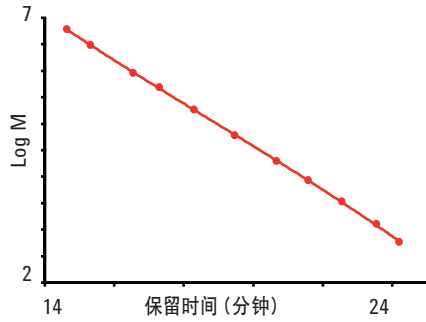


图 8. 使用 PLgel Olexis, 精细混合为您提供在 TCB 中高度线性聚的苯乙烯校准

PLgel Olexis 色谱柱中高质量的混床意味着多分散性差异较大的聚烯烃能在同样的色谱柱组合上可靠地分析。而且, PLgel Olexis 色谱柱还可为您提供可信、干净和单分布的色谱峰。



聚烯烃应用

本应用文集中的应用阐释了聚烯烃样品的多样性，并揭示了在处理这类化合物分析中 PLgel 色谱柱的灵活性和使用 PL-GPC 220 的必要性。

用于高分子量聚烯烃的色谱柱

聚烯烃的分布范围从低分子量的烃蜡到超高分子量的刚性塑料。聚烯烃的分子量分布与其物理性质如韧度、熔体黏度和结晶度直接相关。高分子量聚烯烃会表现出非常宽的分子量分布 (MWD)。对这类样品，因为可能会出现剪切降解，所以不能使用小孔径的小颗粒，我们推荐您使用填充大孔径颗粒的 PLgel Olexis 色谱柱。

分析条件

样品： 聚乙烯
色谱柱： 3 x PLgel Olexis, 300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6400)
洗脱液： TCB + 0.015% BHT
流速： 1 mL/min
进样量： 200 μ L
温度： 160°C
检测器： PL-GPC 220 (RI)+ 黏度计

错位这种假象会出现在混合型色谱柱中，这源于混合物中组分孔体积的不匹配。错位会导致假形态和多分散性。避免错位是 PLgel Olexis 色谱柱设计纲要中不可分割的一部分。这些组分的精确混合为色谱柱提供了稳定的分子量分布，提供 MWD 形状的真实反映 (图 9)。PLgel Olexis 是需要精确的多分散指数和形态信息研究的完美选择。

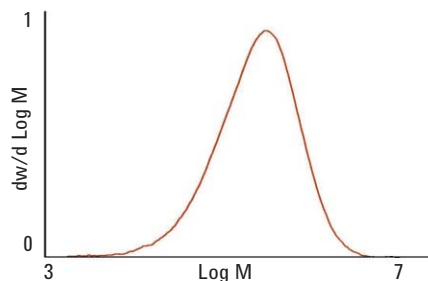


图 9. PLgel Olexis 色谱柱分析聚烯烃的分子量分布的真实表现

图 10 显示了使用 PLgel Olexis 色谱柱分析一系列聚烯烃样品，覆盖了不同的分子量范围。峰形没有错位，这些众多样品的峰形显示出真正的样品形态。

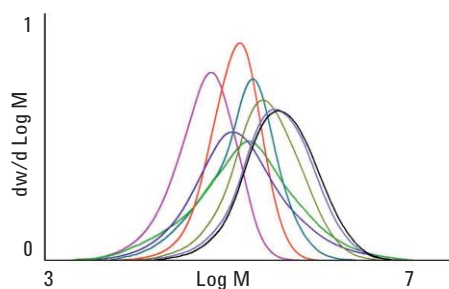


图 10. PLgel Olexis 分析揭示了一系列聚烯烃样品的真正形态

拥有 PLgel Olexis 的准确分离能力，您可以确信不正常峰形是真实的而不是假象；一些样品的不正常峰形是其形态的真实反映。这对反应机理和催化行为的研究非常重要 (图 11)。

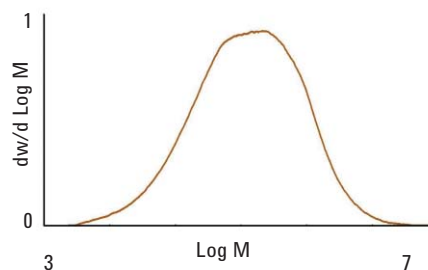


图 11. 使用 PLgel Olexis 能展示多点催化制造的多形态材料峰形的真实变化

用于较低分子量聚烯烃分析的色谱柱

原油或者石油是有机化工行业的主要来源。主要化学品都来源于油的两种成分，二甲苯和石脑油。然后这些原料分解成更基础的产品，例如聚乙烯、聚丙烯、合成橡胶、沥青和液态烃。这些产品的表征通常采用 GPC 来实现。这就牵涉到一个液相色谱分离，分子量分布计算由用适当的聚合物标准品进行的系统校准从上述分离中得到。为了优化分析，石油产品的多样性需要多种 GPC 色谱柱类型。低分子量液态烃需要单一组分的高分离度。图 12 所示，在相当短的分析时间内，三个直链烃可以很容易地得到基线分离。

分析条件

样品：直链烃
色谱柱：2 x Agilent PLgel 5 μm 100Å,
300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6520)
洗脱液：TCB
流速：1 mL/min
温度：145°C
检测器：PL-GPC 220

峰识别

1. C₃₆ H₆₄
2. C₂₂ H₄₆
3. C₁₄ H₃₀

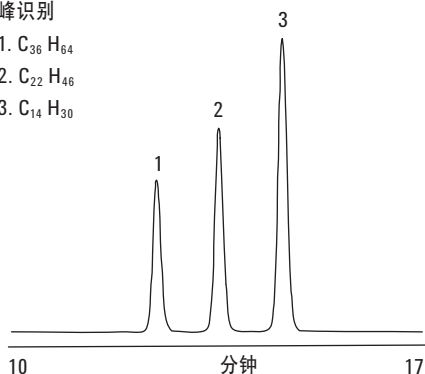


图 12. 在 PLgel 色谱柱组上直链烃的基线分离

图 13 显示所选的低分子量线性烃类化合物的分离。

分析条件

样品：直链烃
色谱柱：2 x Agilent PLgel 3 μm 100Å,
300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6320)
洗脱液：TCB
流速：0.8 mL/min
进样量：20 μL
温度：145°C
检测器：PL-GPC 220

峰识别

1. C₃₆
2. C₂₄
3. C₂₀
4. C₁₆
5. C₁₂

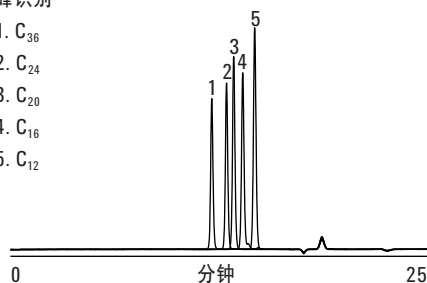


图 13. 低分子量烃类化合物的分离

PLgel 100 色谱柱有 4000 分子量的 GPC 排阻极限 (等量聚苯乙烯)。中间产品可以使用 PLgel MIXED-D 色谱柱分析, 该色谱柱的线性分子量分离范围可达约 40 万分子量的排阻极限。5 μm 粒径保持了高柱效, 因此只需要较少的色谱柱, 分析时间相对短。

图 14 为在 PLgel 5 μm MIXED-D 色谱柱上得到的低分子量烃蜡的色谱图。

分析条件

样品: 直链烃
色谱柱: 2 x Agilent PLgel 5 μm MIXED-D,
300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6504)
洗脱液: TCB
流速: 1 mL/min
进样量: 200 μL
温度: 160°C
检测器: PL-GPC 220

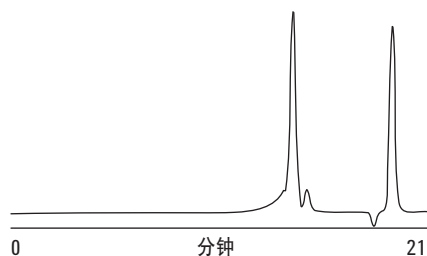


图 14. 低分子量蜡

图 15 显示了路面所用沥青的分析。从这种材料的分子量分布得出的结果信息，对确定其加工性能和最终性能是非常宝贵的。

分析条件

色谱柱: 2 x PLgel 5 μm MIXED-D,
300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6504)
洗脱液: THF
流速: 1 mL/min
温度: 40°C
检测器: RI

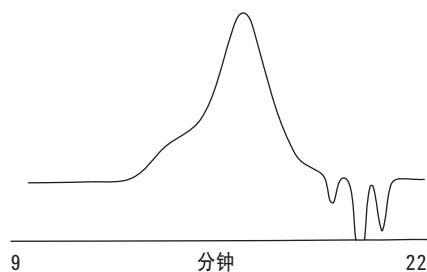


图 15. PLgel 5 μm MIXED-D 色谱柱上沥青的快速分析

重复性研究 1

使用 PL- SP 260VS 样品前处理系统将商品化高密度聚乙烯 (HDPE) 制备到 2 mg/mL，溶解温度 160°C，溶解时间两个小时。母料溶液八等分被分配到的 PL-GPC 220 自动进样器样品瓶中，并放置在 PL-GPC 220 自动进样器转盘上，加热区温度为 160°C，预热区温度为 80°C (图 16)。

分析条件

色谱柱: 3 x PLgel 10 μm MIXED-B,
300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6100)
洗脱液: TCB + 0.0125% BHT
流速: 1 mL/min
进样量: 200 μL
温度: 160°C
检测器: PL-GPC 220

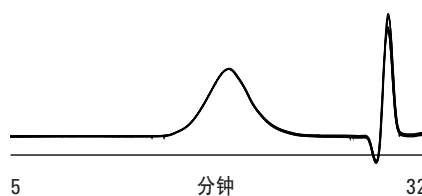


图 16. 八次 HDPE 连续进样得到的原始数据的叠加色谱图

使用马克-霍温克参数对聚苯乙烯标准品进行校准从而分析数据, 获得聚丙烯等同分子量的平均值, 如表 4 所示。

聚苯乙烯溶于 TCB¹ $K = 12.1 \times 10^{-5}$ $\alpha = 0.707$

聚乙烯溶于 TCB² $K = 40.6 \times 10^{-5}$ $\alpha = 0.725$

表 4. HDPE 八次进样结果的总结

进样次数	Mn	Mp	Mw
1	17,289	76,818	333,851
2	16,988	77,434	335,496
3	17,428	77,514	332,616
4	17,521	77,052	335,635
5	17,348	76,520	334,212
6	17,487	77,728	333,511
7	16,898	77,578	335,642
8	17,457	77,288	334,923
平均值	17,302	77,241	334,485
标准偏差	220	387	1,048
% 变化率	1.3	0.5	0.3

图 17 为连续八次进样 HDPE 样品计算得到的分子量分布叠加, 显示出 PL-GPC 220 使用 PLgel 10 μ m MIXED-B 色谱柱具有出色的重复性。

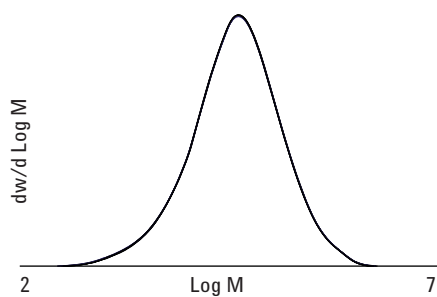


图 17. HDPE 样品连续八次进样的分子量叠加

重复性研究 2

使用 PL-SP 260VS 样品前处理系统将商品化高密度聚丙烯 (HDPP) 样品制备到 1.5 mg/mL, 溶解温度为 160°C, 溶解时间两个小时母料溶液六等分被分配到的 PL-GPC 220 自动进样器样品瓶, 并放置在自动进样器转盘上, 加热区温度为 160°C, 预热区温度为 80°C。

图 18 显示了六次连续进样得到的原始数据的叠加色谱图。

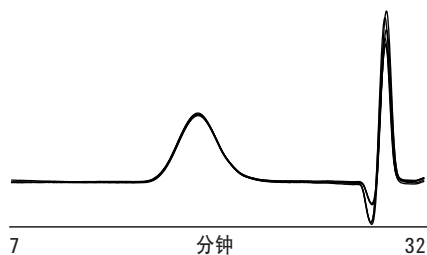


图 18. 六次 HDPP 连续进样得到的原始数据的叠加色谱图

使用马克-霍温克参数对聚苯乙烯标准品进行校准从而分析数据, 获得聚丙烯等同分子量的平均值, 如表 5 所示。

聚苯乙烯溶于 TCB¹ $K = 12.1 \times 10^{-5}$ $\alpha = 0.707$

聚丙烯溶于 TCB² $K = 19.0 \times 10^{-5}$ $\alpha = 0.725$

表 5. 六次 HDPP 连续进样得到的原始数据色谱图的叠加

进样次数	Mp	Mn	Mw
1	127,132	65,086	185,795
2	131,893	65,089	185,236
3	128,673	66,802	186,202
4	132,062	67,417	188,048
5	131,625	69,320	188,679
6	130,227	69,677	186,188
平均值	130,202	67,232	186,691
标准偏差	1,693	1,815	1,239
% 变化率	0.13	2.70	0.66

分析条件

色谱柱: 3 x PLgel 10 μ m MIXED-B,
300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6100)

洗脱液: TCB + 0.0125 BHT

流速: 1 mL/min

进样量: 200 μ L

温度: 160°C

检测器: PL-GPC 220

图 19 显示六次连续进样 HDPP 样品计算得到的分子量分布叠加, 显示出 PL-GPC 220 使用 PLgel 10 μ m MIXED-B 色谱柱具有的出色重复性。

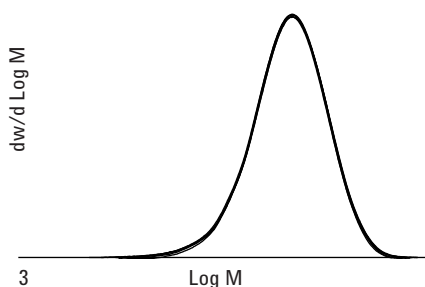


图 19. HDPP 样品六次连续进样的分子量叠加

参考文献

¹ H. Coll and D. K. Gilding (1970) Universal calibration in GPC: a study of polystyrene, poly- α -methylstyrene, and polypropylene. *Journal of Polymer Science Part A-2: Polymer Physics*, 8, 89-103.

² T. G. Scholte, N. L. J. Meijerink, H. M. Schoffeleers and A.M.G. Brands (1984) Mark-Houwink equation and GPC calibration for linear short chain branched polyolefins, including polypropylene and ethylene-propylene copolymers. *Journal of Applied Polymer Science*, 29, 3763.

专业检测器

用于聚烯烃分析的多种检测器选项

传统 GPC 使用示差折光或其他浓度型检测器。然而，聚烯烃可以采用浓度检测器加黏度计，或静态光散射检测器，或同时结合两种检测方式的多检测器 GPC 完成分析。

GPC 黏度检测 —— 采用一个浓度型检测器和黏度计进行分析

黏度计可安装在 PL-GPC 220 的柱温箱内，通过 GPC 黏度检测实现聚烯烃分析。使用 GPC 黏度检测，利用通用的校正方法测定分子量。根据公式 1 和 2 的关系，以一系列窄分布标准品的 \log (分子量 \times 特性黏度) 相对保留时间作图获得其分子大小。

公式 1:

流体力学体积 \propto 分子量 \times 特性黏度

公式 2:

\log (Mw \times 特性黏度) vs 保留时间 \approx \log (流体力学体积) vs 保留时间

PLgel Olexis 色谱柱依据分子大小进行分离和校正，因此可得到一个通用的校正图 (图 20)。

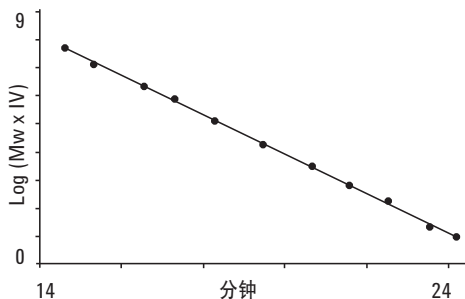


图 20. 多检测器 GPC 采用 PLgel Olexis 色谱柱的通用校正图

无论在分析中使用何种校准物，通用校正技术都可以给出聚烯烃的分子量。这样可以使用聚苯乙烯这类相对便宜的校准物，同时还可提供准确的聚烯烃分析结果。

- 特性黏度可以用黏度计和浓度检测器测量
- 假设样本服从通用校准 (已获得纯体积排阻)，就能计算出精确的分子量
- 回转半径是利用聚合物溶液中的行为模型计算的

GPC 光散射检测 —— 采用浓度型检测器和光散射检测器进行分析

一个双角度光散射检测器可置于 PL-GPC 220 的柱温箱内，允许 GPC 光散射检测采用不对称的方法完成聚烯烃分析。在 GPC 光散射检测中，使用光散射检测器的响应和散射光的强度直接测定精确的分子量，如公式 3 所示。

公式 3:

$$R_{\theta} = CM (dn/dc)^2 P_{\theta} K_{\theta}$$

R_{θ} 为检测器的响应，CM 为浓度 \times 质量， dn/dc 为特定示差折光增量， P_{θ} 为颗粒散射函数， K_{θ} 为光散射常数。

- 通过 15° 和 90° 角的强度比计算出颗粒的散射函数，分子量就可直接从光散射的响应计算得到
- 通过两个角度比较从颗粒散射函数确定回转半径，但只有当分子大小超过约 10 nm，并且散射强度与角度相关时才适用
- 特性黏度是利用聚合物溶液中的行为模型计算得到的

GPC 的三检测器检测 —— 使用浓度、黏度和光散射数据进行分析

在该技术中，黏度计和双角度光散射检测器都被安置的 PL-GPC 220 内。采用 GPC 的三检测器检测，使用上文所述的光散射检测器的响应就可直接测定分子量。

- 通过 15° 和 90° 角的强度比计算出颗粒的散射函数，分子量就可直接从光散射的响应计算得到
- 通过两个角度比较从颗粒散射函数确定回转半径，但只有当分子大小超过约 10 nm，并且散射强度与角度相关时才适用
- 从黏度曲线计算得到特性黏度

传统 GPC、GPC 黏度检测、GPC 光散射检测和 GPC 三检测器检测之间的比较

仅使用浓度检测器的传统 GPC 通过比较一系列校准标准品计算出分子量。然而，除非标准品和样品是同样的化学组成，在任何给定分子量的溶液中分子大小才能相同，当 GPC 色谱柱分离依赖分子大小而不是分子量时，分析结果才只与分子大小相关。如果相同化学组成的标准品作为样品用于检查，传统的 GPC 只给出精确的结果。

GPC 黏度检测、GPC 光散射检测或 GPC 三检测器检测能用来确定样品的绝对分子量，与用于柱校正（GPC 黏度检测）的标准品或整个柱校正（GPC 光散射检测和 GPC 三检测器检测）无关。

分子量的值在这些技术之间可能有所变化，因为黏度计和光散射检测器对聚合物的不同属性有响应，黏度计对分子密度有响应，光散射检测器对溶液中的分子尺寸有响应。因此，通过这些方法计算的分子量，并不一定具有相同的值。

支化

比较聚乙烯中的长链支化

多检测器 GPC 结合支化度计算是一个很好的方法, 用于比较并确定不同聚乙烯的种类。这些不同的材料虽然有相同的基本化学结构, 但其制造模式不同, 因此物理性质非常不同。

LDPE —— 低密度聚乙烯

低密度聚乙烯是在 20 世纪 30 年代制造的第一代聚乙烯。由于聚合物骨架上长支链 (约含 2% 的碳原子) 的存在, 相对其他形式的聚乙烯, 它具有较低的结晶度。因此, 材料的抗拉强度较低, 而韧性较高。这些长链分支, 是一种用于材料制造合成过程中的“尾咬”反应的结果。多检测器 GPC 能测量 LDPE 中的支化度。

HDPE —— 高密度聚乙烯

高密度聚乙烯和低密度聚乙烯的生产使用不同的催化剂, 前者的骨架上具有非常低的支化度。高密度聚乙烯比低密度聚乙烯具有更高的密度和结晶度, 因此, 它是一类具有更高硬度、更具温度稳定性的产品。HDPE 并没有显示出长链支化。

LLDPE —— 线性低密度聚乙烯

线性低密度聚乙烯是一种更新的材料, 通过加入少量的 α -烯烃, 如丁烷、己烷或辛烯在聚合物中制造而成。线性低密度聚乙烯材料比低密度聚乙烯结晶度高, 但仍具有弹性、更高的抗拉强度和耐穿刺性。使用黏度计和/或光散射检测器的多检测器 GPC 不能用于检测 LLDPE 的支化度状况, 因为相对于线性材料, 其分子密度和分子大小的变化非常小, 无法检测到。GPC-FTIR 用于短链支化度的分析, 这将在 24 页讨论。

检测聚烯烃中的支化度

在多检测器 GPC 中, 通过检测作为分子量增加函数的分子大小或特性黏度的变化来评估支化度。对于化学性质相同的聚合物, 由于支化点的存在, 支链分子总是比直链类似物具有更低的 R_g 和 IV 值。

在所有方法中, 支化度计算可以采用特性黏度 (测量值或计算值) 或回转半径 (测量值或计算值) 数据来计算。支化度结果的质量将取决于源数据的质量 (特性黏度或回转半径)。压缩因子使用公式 4 中的关系由马克-霍温克 (\log 特性黏度 vs $\log M_w$) 或构型 (\log 回转半径 vs. $\log M_w$) 曲线确定。

公式 4:

回转半径的收缩因子

$$g = \left(\frac{R_g \text{ 支化}}{R_g \text{ 直链}} \right) M_w$$

特性黏度收缩因子

$$g' = \left(\frac{IV \text{ 支化}}{IV \text{ 直链}} \right) M_w$$

其中 $g = g'^{(1/\epsilon)}$

ϵ (结构因子) = 0.5 到 1.5, 通常为 0.75

通过采用支化模型并结合 g 值 (直接获得或取自 g' 值和估算的结构因子, 通常为 0.75) 与支化度重复单位 (1000 乘以单体的分子量), 获得了支化数。由于没有样品的结构数据, 我们使用了一个数均三元支化模型, 如公式 5 所示。

公式 5:

$$g = [(1 + B_n/7)^{1/2} + 4B_n/9 \pi]^{-1/2}$$

其中 B_n = 每 1000 个碳原子的支化数

支化数以每 1000 个碳原子的支化数来表示（源自对聚乙烯的检测）。如果有疑问的聚合物不是聚乙烯，那么实际的支化数可能没有直接意义。但是，样品间的对比是仍然可行的。

聚乙烯中支化度的分析

LDPE、HDPE 和 LLDPE 样品使用 PL-GPC 220 通过三检测器检测进行分析。

分析条件

色谱柱: 3 x PLgel Olexis,
300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6400)
洗脱液: TCB + 0.015% BHT
流速: 1.0 mL/min
进样量: 200 μ L
温度: 160 $^{\circ}$ C
检测器: PL-GPC 220 (RI) + 黏度计 + 双角度光散射检测器

通过采用示差折光检测器、双角度光散射检测器和黏度检测器，用 Cirrus GPC 多检测器软件进行数据分析。使用聚苯乙烯标准品来生成三检测器分析所需的检测器常数。

图 21 所示为三个样品的分子量分布。尽管有一些交叠，但样品分子量有明显不同。

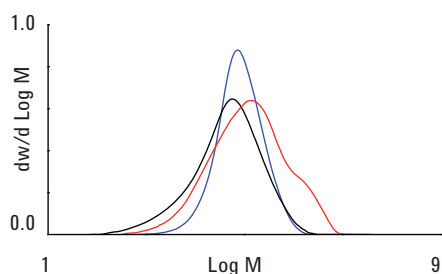


图 21. 三个聚乙烯样品分子量分布的叠加图，HDPE – 黑色，LLDPE – 蓝色，LDPE – 红色

图 22 所示为使用来自黏度计的特性黏度和来自光散射检测器的分子量绘制的三个样品的马克 - 霍温克图。

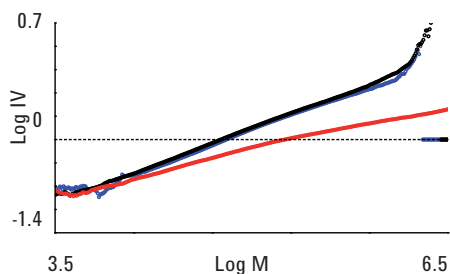


图 22. 三个聚乙烯样品的马克 - 霍温克叠加图，HDPE – 黑色，LLDPE – 蓝色，LDPE – 红色

马克 - 霍温克图显示了聚合物黏度作为分子量函数的变化。HDPE 和 LLDPE 样品的马克 - 霍温克曲线图相互交叠，表明聚合物具有非常相似的结构。马克 - 霍温克的参数 K (截距) 和 α (斜率) 表明材料中不含有可以由多检测器 GPC 检测到的分支。然而，LDPE 与 HDPE、LLDPE 的曲线有明显偏差，随分子量上升斜率下降。这是因为相比其他材料，LDPE 随着分子量的增加其支链增加，从而导致黏度降低。

使用 Cirrus GPC 多检测器软件进行聚乙烯支化度分析

聚烯烃中长支链（长度超过 6 个碳原子）的存在极大影响其物理性质如熔体黏度和机械强度。聚烯烃中支链的分布由聚合机理决定，这对于生产经完整定义并表征其分子量和支化分布的材料有重要意义。

采用配备 GPC/黏度计的 PL-GPC 220 对一个高密度聚乙烯和两个低密度聚乙烯样品进行了分析。其中两个样品使用同一个机理合成以促进支化的产生，第三个样品是标准直链参比材料，NBS1475。

该分析采用示差折光黏度检测器，利用 Cirrus GPC 多检测器软件的通用校正方法进行分析。聚苯乙烯标准品用来生成通用校正，无支链样品在支化度测定中用作线性模型。

图 23 所示为三个样品的分子量分布。黑色曲线为无支化样品。尽管有一些交叠，但样品分子量有明显不同。

图 24 所示为三个样品的马克-霍温克图。最上面的样品是无支化材料。通过用无支化聚合物来对比支化的存在，另外两个样品在任意给定的分子量处都显示出较低的特性黏度。这可以用公式 6 中定义的 g 、支化度比来表示，其中 ϵ 是常数。

公式 6:

$$g = \left(\frac{IV_{\text{支化}}}{IV_{\text{直链}}} \right)^{1/\epsilon}$$

分析条件

样品: 聚乙烯
 色谱柱: 3 x PLgel Olexis,
 300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6400)
 洗脱液: TCB + 0.015% BHT
 流速: 1.0 mL/min
 进样量: 200 μ L
 温度: 160°C
 检测器: PL-GPC 220 (RI)+ 黏度计

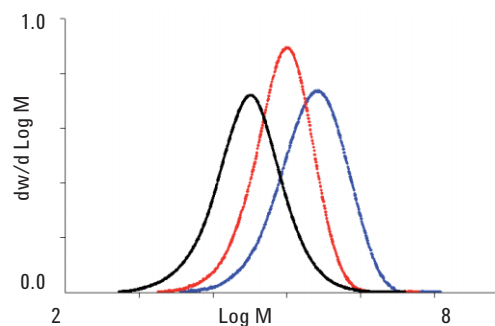


图 23. 三种聚乙烯样品的分子量分布图——黑线曲线是无支化样品

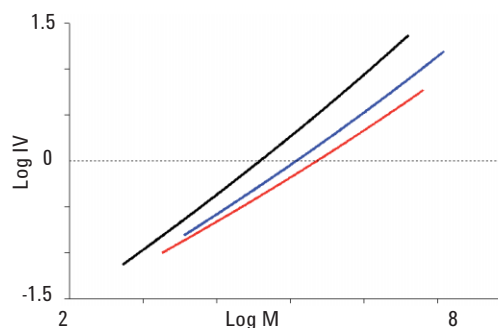


图 24. 三种聚乙烯样品的马克-霍温克图

未支化的样品用作线性模型，因此给 g 一个单位值（由于高分子量数据分散，此处不包括）。另两个样品都显示出作为分子量函数的 g 值在下降，这说明分子量上升支化数也上升。基于这些计算所得的 g 值，可以得到每 1000 个碳原子的支化数。这通过将数据拟合到模型来实现。Cirrus GPC 多检测器软件提供了可以应用到此方法的一系列支化度模型。此示例中使用了计算平均支化数的模型，并假定聚合物支化是随机分布的。图 25 和 26 分别为样品支化率 g 和支化数作为分子量的函数的曲线图。

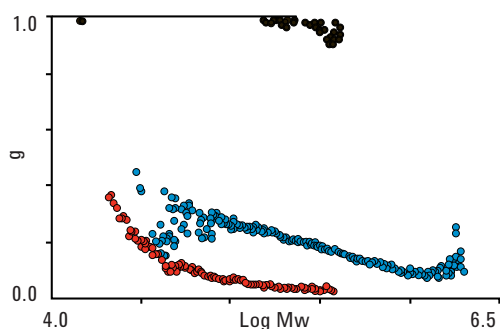


图 25. 三种聚乙烯样品的支化率 g 作为分子量的函数的曲线图 —— 黑色曲线为未支化样品

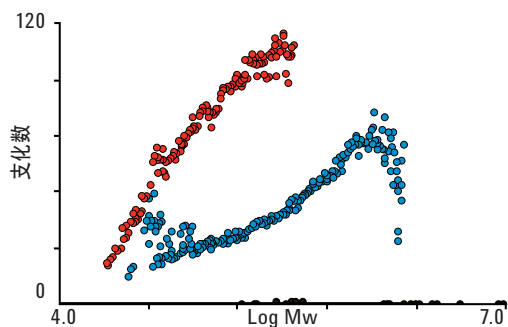


图 26. 三种聚乙烯样品计算所得的支化数作为分子量的函数的曲线图 —— 黑色曲线为未支化样品

结果显示，两种支化样品的分子量分布趋势与支化分布趋势不一致。在任何给定的分子量处，支化数最多的样品比第二个样品分子量要低。显然，同时获得样品分子量和支化率分布信息将使我们深入地了解两种材料的可加工性。

线性低密度聚乙烯 (LLDPE) 的支化分析

傅里叶变换红外光谱 (FTIR) 是一种通过测量振动吸收带进行材料成分分析的行之有效的技术。聚合物通常显示相对简单的吸收光谱，通过对比数据库数据使它们可以轻松被识别，因此适合于 FTIR 分析。凝胶渗透色谱结合 FTIR 检测有特别的优势，因为 FTIR 检测可以同时利用两个检测器，浓度检测器用于分子量计算，光谱工具进行成分分析，显著增强了从单一的 GPC 实验得到的信息量。

使用 PL-HTGPC-FTIR 接口能够实现将 PL-GPC 220 结合到安捷伦 FTIR 光谱仪系列中的一种，该接口由加热流通池、加热传输线和温度控制盒组成。对于聚烯烃应用，流通池和传输线可加热到 175°C，准确度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。如果想要得到高质量的光谱图，FTIR 要需装配快速的 MCT (汞 - 镉 - 碲) 检测器。数据采集通过光谱仪的时间分辨数据采集软件实现。

聚乙烯的 GPC/FTIR 分析

高结晶度聚乙烯因为在大多数有机溶剂中有限的溶解度以及溶解需要高温（通常超过 135°C），因而使用 GPC 分析很困难。三氯苯（TCB）是最常用于这些材料的溶剂。TCB 也是一个适合带 FTIR 检测的 GPC 分析的溶剂，该溶剂在约 3500 和 2700 cm^{-1} 之间有一个良好的吸收范围，它对应着 >C-H 伸缩振动区域。CH 伸缩振动在聚乙烯的固体光谱中占主导地位，所以这个吸收区是具有关键意义。

通过观察 >C-H 伸缩区域，可以看出同一样品中 $>\text{CH}_2$ 和 $-\text{CH}_3$ 基团在吸收谱带的相对强度的比例差异。红外光谱对 $-\text{CH}_3$ 和 $>\text{CH}_2$ 基团存在的依赖性，可以用来衡量聚乙烯¹中的短链支化（SCB）水平。这些少于 6 个碳原子长的支链在乙烯与其他 α -烯烃共聚时被引入，因为它们不影响聚合物的黏度，不能被传统的多检测器 GPC 实验检测到。然而 SCB 水平会严重影响聚乙烯的结晶性、密度和抗应力开裂性能。通过测定含 SCB 聚乙烯的光谱，可以测量由 $-\text{CH}_3$ 和 $>\text{CH}_2$ 基团产生的伸缩振动的相对强度，假设用于引进 SCB 的单体已知，就可以使用化学计量学估计 SCB 的水平。将检测器与一个 GPC 系统结合用于评估 SCB（分子量的函数）。

用 GPC/FTIR 进行乙烯 - 正己烷共聚物的分析

使用 PL-GPC 220 结合一个安捷伦 FTIR 分析乙烯 - 己烷共聚物样品来评价短链支化的水平。

分析条件

色谱柱:	2 x PLgel Olexis, 300 x 7.5 mm (部件号 PL1110-6400)
洗脱液:	三氯苯 (含 BHT)
进样量:	200 μL
流速:	1.0 mL/min
温度:	160°C
数据采集:	时间分辨的安捷伦 Resolutions Pro 软件以 8.0 cm^{-1} 的数据点分辨率, 11 分钟的 16 个扫描累积采集数据, 扫描范围 3500-2700 cm^{-1} , 带自动溶剂背景扣除
检测:	安捷伦 PL-HTGPC-FTIR 连接安装了 MCT 检测器的安捷伦 FTIR 光谱仪

实验采用 Cirrus GPC-FTIR SCB 软件，基于严格的化学计量学方式计算 SCB。要测定分子量，FTIR 的数据用作生成图 27 的浓度来源，图 27 显示了由 FTIR 分析得到的乙烯和另一 α -烯烃共聚物的聚合物重量和短链支化分布的叠加图。很明显，在这种情况下共聚单体掺入水平在整个支化分布范围内都很均匀。

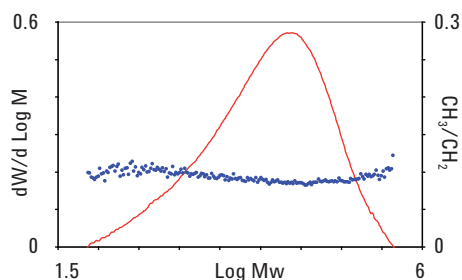


图 27. 乙烯 - 己烷共聚物样品的聚合物重量和短链支化分布的叠加色谱图

参考文献

- ¹ P.J. DesLauriers, D.C. Rohlifing and E.T. Shieh (2002) Quantifying short chain branching microstructures in ethylene-1-olefin copolymers using size exclusion chromatography and Fourier transform infrared spectroscopy (SEC-FTIR). *Polymer*, 43, 159-170.

订购信息

色谱柱	
说明	部件号
Agilent PLgel 3 μm 100Å, 300 x 7.5 mm	PL1110-6320
Agilent PLgel 5 μm 100Å, 300 x 7.5 mm	PL1110-6520
Agilent PLgel 5 μm MIXED-D, 300 x 7.5 mm	PL1110-6504
Agilent PLgel 10 μm MIXED-B, 300 x 7.5 mm	PL1110-6100
PLgel 10 μm MIXED-B LS, 300 x 7.5 mm	PL1110-6100LS*
PLgel 20 μm MIXED-A, 300 x 7.5 mm	PL1110-6200
PLgel 20 μm MIXED-A LS, 300 x 7.5 mm	PL1110-6200LS*
Agilent PLgel Olexis, 300 x 7.5 mm	PL1110-6400

标准品	
说明	部件号
安捷伦 PS-H EasiVial 2 mL 预称量聚苯乙烯校准试剂盒	PL2010-0201
安捷伦 PS-M EasiVial 2 mL 预称量聚苯乙烯校准试剂盒	PL2010-0301
安捷伦 E-M-10 聚乙烯校准试剂盒, 10 x 0.2 g	PL2650-0101
安捷伦 E-MW-10 聚乙烯校准试剂盒, 10 x 0.1 g	PL2650-0102
安捷伦 E-SCB 聚乙烯短链支化校准试剂盒, 10 x 0.1 g	PL2650-0103

仪器	
说明	部件号
安捷伦 PL-SP 260VS 样品前处理系统 **	
安捷伦 PL-GPC 220 一体化 GPC/SEC 系统	PL0820-0000
安捷伦 PL-HTGPC-FTIR**	
安捷伦 PL-BV 400HT 在线一体化黏度计	PL0810-3050
安捷伦 PL-HTLS 15/90 光散射检测器	PL0640-1200
安捷伦的定制附件工具包 **	

软件	
说明	部件号
安捷伦 Cirrus GPC 多检测器软件	PL0570-2020
安捷伦 Cirrus GPC 软件	PL0570-2000
安捷伦 GPC-FTIR SCB 软件	PL0570-2300

* 光散射应用时干扰小

** 请联系您当地的安捷伦客户中心以了解不同的选件信息

更多聚烯烃分析的安捷伦解决方案

除了高温 GPC,安捷伦还为您提供其他的聚烯烃分析解决方案。

FTIR

傅立叶变换红外光谱技术在聚合物薄膜和其他材料分析中是必不可少的工具。其应用范围从原材料的质量检测到大型物体的故障分析。我们的解决方案还采用了安捷伦的高性能 600-IR 系列光谱仪和显微镜、软件和附件。

600-IR 系列产品适用于多种聚合物和材料样品类型,包括喷雾液体、糊剂、树脂、塑料、涂层材料。衰减全反射 (ATR) 是最简单的分析方法,因为它通常只需要很少的样品并且无需样品前处理。通过使用安捷伦 ATR 或掠角反射附件,您可以检测在聚合物表面的变化,如官能化或风化。



安捷伦 600-IR 系列为信息丰富的检测提供了最高灵敏度和详细的结构与组成信息

NMR

安捷伦核磁共振一直以来是聚合物表征的有效工具。1D 和 2D NMR 方法已经用于日常应用多年。安捷伦开发出了一个更先进的方法,该方法使用 2D NMR 的脉冲场梯度异核多键相关谱来检测在更大的共振存在下的微弱信号。这种技术允许来自细微结构如链两端和缺陷的信号分配,是充分认识这些复杂人工合成化合物的重要信息。

400-MR 将性能出众的直接驱动和直接数字化波谱仪结构与易于使用的软件相结合,极大地提高了各种化学应用中的生产效率。按键式操作实验结合简单的处理和数据导出功能,使 400-MR 成为化合物检测、定量和结构确认的最佳选择。

安捷伦 GPC/SEC 产品

www.agilent.com/chem/gpcsec:cn

在线购买

www.agilent.com/chem/store

查找当地的安捷伦客户中心

www.agilent.com/chem/contactus:cn

安捷伦客户服务中心:

免费专线: **800-820-3278**

400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

customer-cn@agilent.com

安捷伦科技化学分析消耗品服务热线:

800-820-3278 转 4

本文中信息如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2011

中国印刷, 2011年1月28日

5990-6971CHCN



Agilent Technologies