

使用 GPC/SEC 表征木质素磺酸盐

作者

Mathias Glaßner,
Wolfgang Radke 和
Jasmin Preis
安捷伦科技有限公司

摘要

本文介绍了以 Agilent MCX 色谱柱为固定相，在 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液中对木质素磺酸盐进行 GPC/SEC 表征。对木质素基样品在两根不同 MCX 5 μm 色谱柱上的分离情况进行了比较。

前言

木质素是最丰富的天然聚合物之一。它是由高度支链化的酚基组成的一类复杂聚合物，无法用确切的化学结构表示。木质素存在于大多数植物的细胞壁中，是造纸工业的副产品，生产规模达 100 万吨。它是一种水溶性碱性盐。近年来，木质素及其衍生材料作为可再生原料受到越来越多的关注^[1]。木质素磺酸作为表面活性剂用于多种混凝土应用，而木质素磺酸盐则是许多胶水和纺织品添加剂的基础原料。

实验部分

见表 1。

结果与讨论

木质素基样品通常含有磺酸基团，在使用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液作为流动相时转化为钠盐。对于高度带负电荷的大分子，MCX 色谱柱通常能够实现高效的 GPC/SEC 分离。

图 1 展示了两根不同 MCX 5 μm 色谱柱组合对木质素基样品的 GPC/SEC 测量结果。

MCX 低分子量组合由 3 根 MCX 5 μm 1000 \AA 色谱柱和 1 根 MCX 5 μm 保护柱组成，专为低摩尔质量聚阴离子的高分离度 GPC/SEC 分离而设计。使用该色谱柱组合对木质素基样品进行分离，在低聚物

表 1. 仪器和样品条件

	条件
泵	等度泵 流速: 1.0 mL/min 流动相: 0.1 mol/L 氢氧化钠
进样系统	自动进样器 进样量: 50 μL
色谱柱	MCX 低分子量组合: MCX 5 μm 预柱, 8 \times 50 mm (货号 MCA080505) MCX 5 μm 1000 \AA , 8 \times 300 mm (货号 MCA0830051e3) MCX 5 μm 1000 \AA , 8 \times 300 mm (货号 MCA0830051e3) MCX 5 μm 1000 \AA , 8 \times 300 mm (货号 MCA0830051e3) MCX 中等分子量高分离度组合: MCX 5 μm 预柱, 8 \times 50 mm (货号 MCA080505) MCX 5 μm 1000 \AA , 8 \times 300 mm (货号 MCA0830051e3) MCX 5 μm 100000 \AA , 8 \times 300 mm (货号 MCA0830051e5)
温度	23 $^{\circ}\text{C}$
样品浓度	2 mg/mL
检测器	可变波长 UV-Vis 检测器 (VWD), $\lambda = 254 \text{ nm}$
软件	Agilent WinGPC

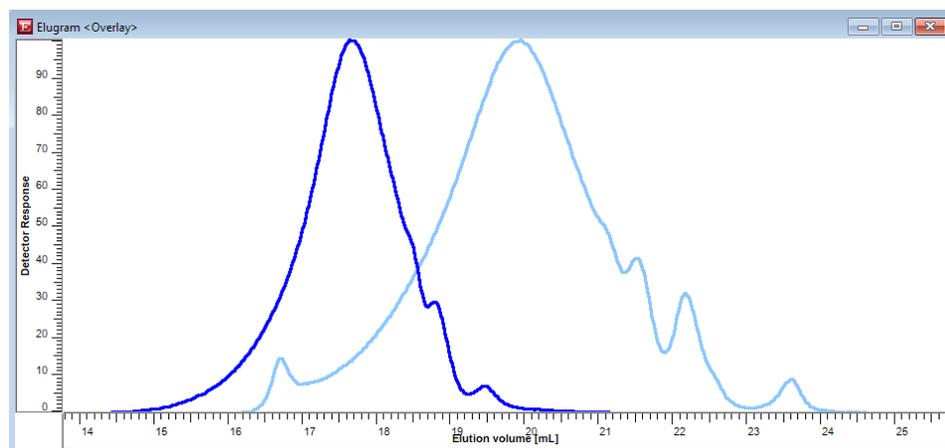


图 1. 木质素基样品的叠加图 (254 nm 处的 UV 曲线, 归一化检测器响应): MCX 低分子量组合 (浅蓝色线), MCX 中等分子量高分离度组合 (深蓝色线)

区获得了良好的分离度。然而, 在浅蓝色色谱图中, 约 16.5 mL 洗脱体积处的小驼峰表明少量样品在排阻极限处洗脱。在各种木质素样品中都观察到类似的峰, 表明 MCX 5 μm 1000 \AA 色谱柱的排阻极限较低, 无法分离各种木质素样品的完整摩尔质量范围。

使用 MCX 5 μm 保护柱与 MCX 5 μm 1000 \AA 和 MCX 5 μm 100000 \AA 色谱柱的组合 (MCX 中等分子量高分离度组合), 实现更宽的分离范围, 木质素基样品实现了完全分离, 在较低的洗脱体积区域未出现肩峰, 同时仍然可以观察到部分低聚物的分离。

结论

将 Agilent MCX 色谱柱作为固定相并使用稀释的氢氧化钠溶液对木质素基样品进行了 GPC/SEC 测量。

参考文献

1. Calvo-Flores, F. G.; Dobado, J. A. Lignin as Renewable Raw Material. *Chem. Sus. Chem.* **2010**, *3*, 1227–1235

查找当地的安捷伦客户中心：

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

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

DE45254274

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2020, 2023
2023 年 3 月 2 日, 中国出版
5994-5720ZHCN