

聚(L-乳酸) 的表征

作者

Victoria Fuchs 和 Jasmin Preis
安捷伦科技有限公司

摘要

聚乳酸 (PLA) 是一种无定形到半结晶态的生物基聚合物，因具有生物降解性而被应用于包装和医疗等领域。结晶度相对较高的样品需要使用六氟异丙醇 (HFIP) 等氟化溶剂才能溶解。本应用简讯介绍了使用安捷伦 PFG 色谱柱以 HFIP 作为流动相对 PLA 进行 GPC/SEC 表征。

前言

PLA（又称聚乳酸或聚丙交酯）是一种可生物降解的生物基热塑性半结晶态脂肪族聚酯，来源于玉米淀粉或甘蔗等可再生资源。尽管 PLA 在一个多世纪前就为人所知，但近年来才因可生物降解性引起商业关注。

PLA 的重复单元乳酸存在两种对映体形式：L-乳酸和 R-乳酸。聚(L-乳酸) (PLLA) 和聚(R-乳酸) 仅由其中一种对映体组成。PLA 的立体化学组成会影响结晶度，进而影响其在不同溶剂中的溶解度。纯 PLLA 的结晶度约为 37%，玻璃化转变温度为 50–80 °C，解链温度为 173–178 °C。PLLA 可以像大多数热塑性塑料一样加工成纤维和薄膜^[1]。

PLA 易于水解，在加工过程中也会发生降解。由于摩尔质量会影响材料的特性，特别是在医疗应用中，因此有效的摩尔质量控制方法至关重要。

示差折光检测器 (RI) 和多角度光散射检测器 (MALLS) 的检测基于折射率增量 (dn/dc)，同时还受到所用溶剂的影响。三氯甲烷 (TCM) 通常是大多数聚乳酸样品的良好溶剂。然而，TCM 中的 dn/dc 相对较低，因此在使用 RI 或 MALLS 检测，特别是通过 GPC/SEC-MALLS 分析低分子量样品时，需要更高的浓度才能达到理想的信噪比 (S/N)。在四氢呋喃 (THF) 中，dn/dc 更高，更容易达到理想

实验部分

表 1. 仪器和样品条件

	条件
泵	等度泵 流速: 1 mL/min 流动相: 六氟异丙醇, 0.05 mol/L 三氟乙酸钾
进样系统	自动进样器 进样量: 50 μ L
色谱柱	PFG 7 μ m 预柱, 8 \times 50 mm (货号 PFA080507) PFG 7 μ m 线性 XL, 8 \times 300 mm (货号 PFA083007LXL) PFG 7 μ m 线性 XL, 8 \times 300 mm (货号 PFA083007LXL)
温度	23 °C
样品浓度	1 mg/mL
校准	安捷伦高分子量聚(L-乳酸) 校准试剂盒 (货号 PSS-PLAKITH)
检测器	示差折光 (RI) 检测器
软件	Agilent WinGPC

的 S/N。但并非所有 PLA 样品都能溶于 THF，这取决于具体的立体化学组成。因此，人们对于 GPC/SEC 方法极为关注，无论结晶度如何，该方法均可提供较高的 RI 和溶解度。

HFIP 或四氟乙醇 (TFE) 等氟化溶剂通常可以溶解各种（非交联）聚乳酸样品，并为 PLAs 提供理想的 dn/dc，从而实现 GPC/SEC-MALLS 分析。氟化溶剂成本较高，即便使用内径较小 (4.6 mm) 的微径柱可减少溶剂消耗量。

结果与讨论

在两根串联的 PFG 7 μ m 线性 XL 色谱柱上，通过 HFIP 对各种窄分布聚(L-乳酸) 样品进行了分析。PFG 色谱柱基于改性的硅胶颗粒填料，与聚合物型颗粒相比，其在氟化溶剂中更稳定，并表现出优异的压力稳定性。

图 1 显示了 RI 检测器曲线的叠加图。尽管浓度为 1 mg/mL，进样量为 20 μ L，但所有样品均获得了良好的 S/N。

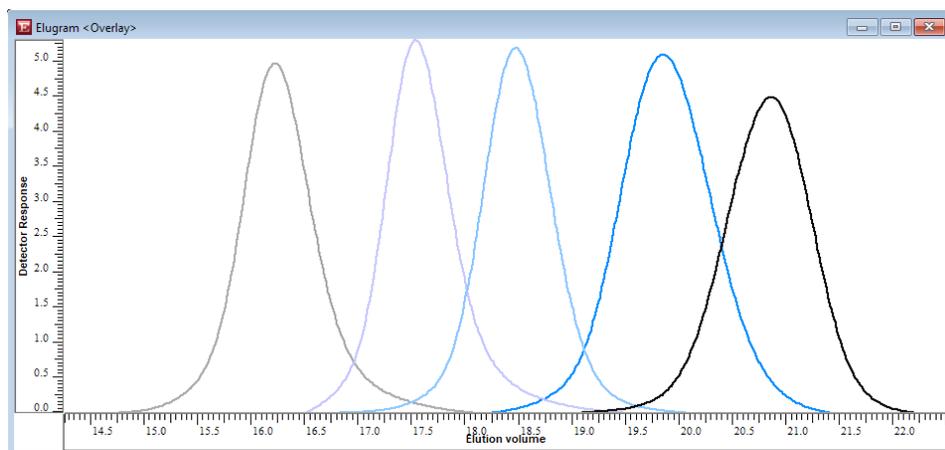


图 1. 5 个不同聚(L-乳酸) 样品的 RI 曲线叠加图

相应的分子量分布 (MWD) 叠加显示于图 2 中。使用窄分布聚(L-乳酸) 标准物质 (货号 PSS-PLAKITH) 进行常规校准。该分析设置可用于宽摩尔质量范围内聚乳酸样品的分析。

结论

使用 PFG 色谱柱可通过 HFIP 等氟化溶剂成功表征聚乳酸。在应用 RI 和 MALLS 检测时, 使用氟化溶剂进行 PLAs 分析的优势在于可提供高 dn/dc 值, 从而获得理想的信噪比。此外, 氟化溶剂通常可以溶解所有的聚乳酸样品。

参考文献

1. Polymer Data Handbook; Oxford University Press, Inc., **1999**

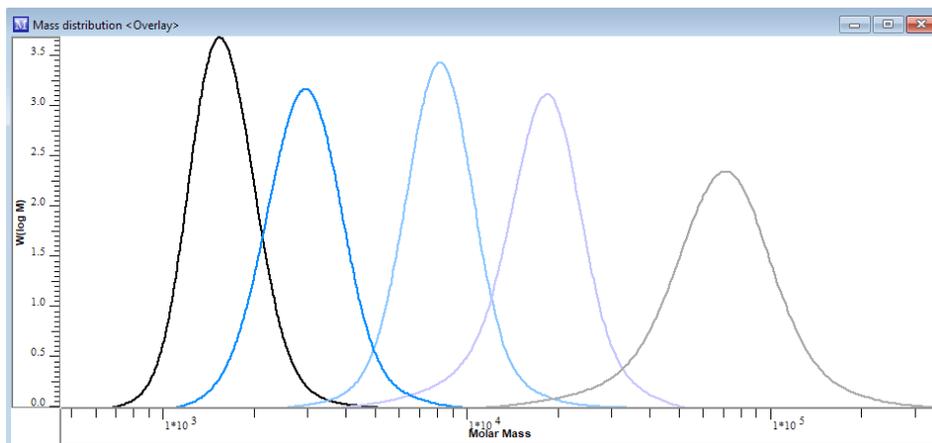


图 2. 分子量分布比较 (基于使用高分子量聚(L-乳酸) 校准试剂盒进行的校准, 货号 PSS-PLAKITH)

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

DE43920775

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 2 月 17 日, 中国出版
5994-5694ZHCN