

聚合物与溶剂

行业	应用	典型	溶剂	分析温度	色谱柱	标样
石化	瓶子、袋子、管子、汽车挡泥板、模制壳	聚乙烯、聚丙烯、聚丙烯	三氯苯	140 到 180 °C	PLgel Olexis PLgel MIXED-A PLgel MIXED-B	聚苯乙烯
农业化学 (环境)	种子处理剂、生物农药、杀虫剂、缓释剂、分散剂	离子型聚合物、亮氨酸、聚乙二醇、聚丙烯酰胺、聚乙烯吡咯烷酮	水 (pH 已调节)、缓冲液	从室温到 40 °C	PLaqueal-OH	聚乙二醇/环氧乙烷
	水处理、农业化学添加剂	木质素	DMSO + 0.1% LiBr	50 到 80 °C	PLgel MIXED-A PLgel MIXED-B	聚乙二醇/环氧乙烷
食品	增稠剂和稳定剂	淀粉	DMSO + 0.1% LiBr	50 到 80 °C	PLgel MIXED-A PLgel MIXED-B	聚乙二醇/环氧乙烷
	增稠剂、能量缓释剂、凝胶剂、烘焙添加剂	低分子量纤维素、多糖、葡萄糖、果胶、瓜胶	水 (pH 已调节)、缓冲液	从室温到 40 °C	PLaqueal-OH	聚乙二醇/环氧乙烷
	包装、保鲜膜、塑料瓶和塑料杯	乙烯类聚合物及其共聚体、对苯二甲酸二乙酯、聚乙烯二氧乙烷	四氢呋喃	从室温到 40 °C	PLgel MIXED-C PLgel MIXED-D PLgel MIXED-E	聚苯乙烯、聚甲基丙烯酸甲酯
油漆	油漆、胶黏剂、黏合剂、艺术原料	醇酸、环氧树脂、丙烯酸类聚合物、聚氨酯	四氢呋喃	从室温到 40 °C	PLgel MIXED-C PLgel MIXED-D PLgel MIXED-E	聚苯乙烯、聚甲基丙烯酸甲酯
树脂	胶黏剂、模制品、电及热绝缘体	醇酸和醇酸、三聚氰胺、纤维素衍生物	DMSO + 0.1% LiBr, DMF 或 NMP	50 到 80 °C	PLgel MIXED-B PLgel MIXED-C	聚甲基丙烯酸甲酯或聚乙二醇/环氧乙烷
合成纤维	纤维、牙刷毛、电线、钓鱼线、低强度机器零件	聚酯、聚酰胺、尼龙	六氟异丙醇	40 °C	PL HFPgel	聚甲基丙烯酸甲酯
制药 (给药)	亲水性控制、靶向、定位药物释放	聚乙烯吡咯烷酮、聚丙烯、聚乙醇酸、聚苯乙烯磺酸	水 (pH 已调节)、缓冲液	从室温到 40 °C	PLaqueal-OH	聚乙二醇/环氧乙烷
	疏水性控制、靶向、定位药物释放	聚二甲基硅氧烷、聚氨酯、乙烯醇-醋酸乙烯酯	四氢呋喃	从室温到 40 °C	PLgel MIXED-C PLgel MIXED-D PLgel MIXED-E	聚苯乙烯、聚甲基丙烯酸甲酯
医学聚合物	人造关节、隐形眼镜、管线、植入物	聚乙烯**、聚氨酯、硅、聚乳酸/乙基共聚物	四氢呋喃	从室温到 40 °C	PLgel MIXED-C PLgel MIXED-D	聚苯乙烯、聚甲基丙烯酸甲酯
塑料制造	水管、水槽、塑料餐具、压缩光盘、玻璃、汽车应用	聚乙烯、聚丙烯、ABS、聚甲基丙烯酸甲酯、聚苯乙烯	四氢呋喃	从室温到 40 °C	PLgel MIXED-B PLgel MIXED-C PLgel MIXED-D	聚苯乙烯、聚甲基丙烯酸甲酯
	轮胎、燃油软管、绝缘材料、润滑剂、耐热瓷磚	天然及合成橡胶、聚二甲基硅氧烷、聚乙烯蜡	甲苯	从室温到 80 °C	PLgel MIXED-B PLgel MIXED-C	聚苯乙烯
特种聚合物	非粘性涂料、工程聚合物、表面活性剂、高强度及耐化学腐蚀应用	聚四氟乙烯、PTFE、PEEK、液晶态聚合物、聚乙烯亚胺	每种样品所需的特定条件—请联系安捷伦技术支持 www.agilent.com/chem/techsupport			

*分析时请参考“合成纤维”、**分析时请参考“石化”

故障排除

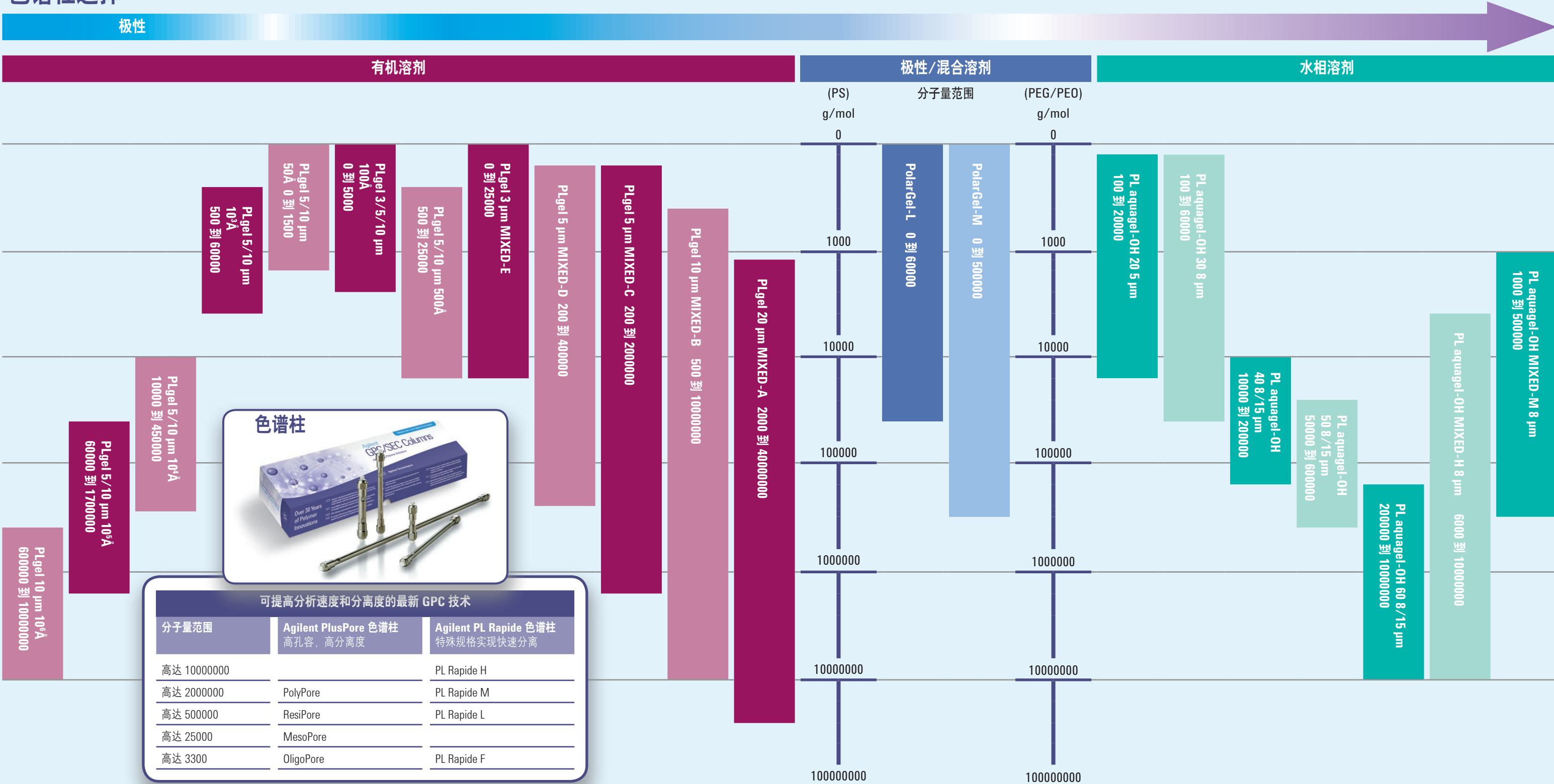
现象	原因	解决方案
色谱峰拖尾	死体积过大 色谱柱降解 样品与色谱柱发生相互作用 剪切降解	最大限度缩短管线长度 紧固进样口密封垫 检查连接器接头 更换或修复色谱柱 使用流动相添加剂 检查标样寿命 修改溶解过程 (不要过度振荡)
色谱峰展宽	死体积过大 洗脱液太粘稠 检测器流通池体积过大 色谱柱故障	最大限度缩短管线/检查接头 加热柱温箱 如果可能, 使用体积更小的流通池 更换或修复色谱柱
排阻	色谱柱分离度范围太大	增加孔径更大的色谱柱
基线漂移/噪音	色谱柱/检测器污染 检测器中有气泡 温度波动 前次进样交叉污染	冲洗色谱柱/检测器, 使污染物进入废液中 净化洗脱液 使用质量更好的溶剂 溶剂脱气 使用色谱柱加热器/绝缘管线 等待前次分析结束 确保将进样阀冲洗干净
鬼峰/负峰	聚合物的 dn/dc 值小于溶剂的 dn/dc 值	反转 RI 的信号极性 更换洗脱液以获得真正的峰
分裂峰	由于进样和洗脱液之间的 RI 差异导致在全渗透出现负/基线“噪音”峰 样品上样量过大 堵塞/部分堵塞滤芯 色谱柱有空隙 进样阀部分堵塞	无法避免, 但是可以通过使用流动相制备样品来降低 减少上样量/定量环尺寸 更换滤芯—使用 2 μm 在线过滤器以避免堵塞 更换色谱柱 更换转子密封垫
保留时间延长	流速过低 与填料相互作用 样品吸收	检查泵头中是否有气泡 溶剂脱气 使用改性剂/添加剂 改变洗脱液极性
高压	色谱柱/滤芯堵塞	更换滤芯—使用 2 μm 在线过滤器以避免堵塞 过滤样品 使用保护柱 反向冲洗色谱柱以清理堵塞
压力波动	检测器堵塞 溶剂粘性/冻结 颗粒物积累 单向阀脏了 空气进入到泵/系统中 流向泵的流动相不够	使用溶剂冲洗 加热色谱柱, 确保溶剂温度不低 过滤样品 更换/清洗单向阀 吹扫泵/溶剂脱气 清洁流动相入口 抬升泵头上的帽

全面扩展分析能力

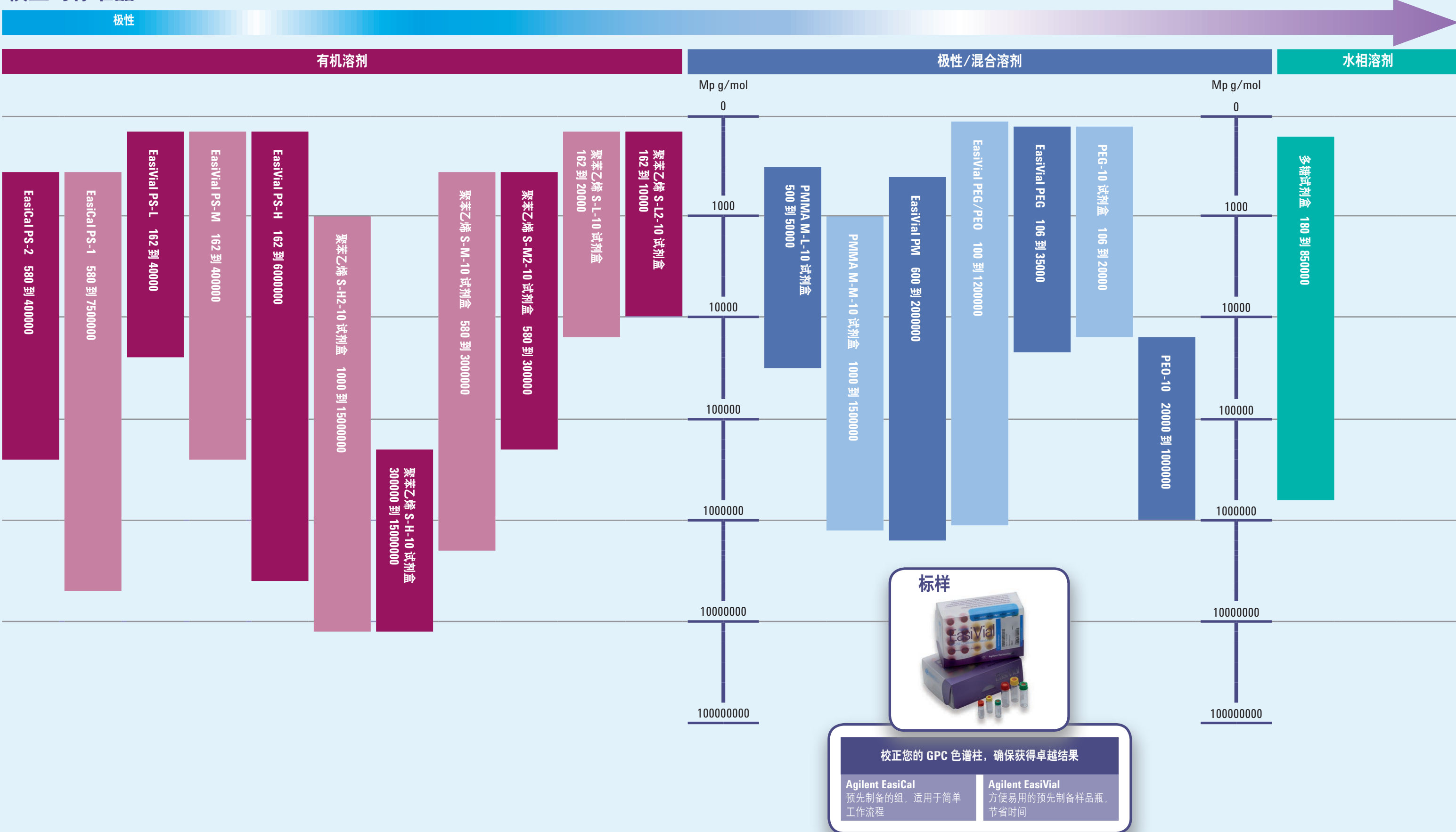
携手聚合物分析人员

The Measure of Confidence

色谱柱选择



校正与标准品



替换指南

有机溶剂	色谱柱储存在乙苯中	水相溶剂
<p>替换为低粘度的溶剂, 例如:</p> <ul style="list-style-type: none"> 四氢呋喃 氯仿 二氧甲烷 	<p>替换为中等粘度的溶剂, 例如:</p> <ul style="list-style-type: none"> 甲苯 二甲基酰胺 (DMF) DMSO 	<p>替换为高粘度的溶剂, 例如:</p> <ul style="list-style-type: none"> 三氯苯 (TCB) 间-甲苯 NMP
使用 2 倍柱体积的丙酮以 0.5 mL/min 流速冲洗色谱柱	使用 2 倍柱体积的丙酮以 0.5 mL/min 流速冲洗色谱柱	柱温设为 50 °C, 流速为 0.1 mL/min
使用 2 倍柱体积的新洗脱液以 0.5 mL/min 流速冲洗色谱柱	使用 2 倍柱体积的新洗脱液以 0.2 mL/min 流速冲洗色谱柱	直接使用 2 倍柱体积的新洗脱液** 在 50 °C 下以 0.1 mL/min 流速冲洗色谱柱
根据分析需求以 1 °C/min 速率将柱温升至 30 ~ 40 °C	根据分析需求以 1 °C/min 速率将柱温升至 50 ~ 80 °C	根据分析需求以 1 °C/min 速率将柱温升至 100 ~ 220 °C
使用新洗脱液以所需的流速流过色谱柱	使用新洗脱液以所需的流速流过色谱柱	使用新洗脱液以所需的流速流过色谱柱
*始终确保工作温度至少比溶剂的沸点低 10 °C		
**始终确保兼容性, 如不确定, 在釜温下使用两期。		

极性色谱柱

极性色谱柱	色谱柱储存在含 0.02% NaNO ₃ 的水中	水相溶剂
<p>替换为水性溶剂, 例如:</p> <ul style="list-style-type: none"> 水 缓冲液 	<p>替换为混合溶剂系统, 例如:</p> <ul style="list-style-type: none"> 水/四氢呋喃* 水/甲醇* 	<p>替换为极性有机溶剂, 例如:</p> <ul style="list-style-type: none"> 二甲基酰胺 (DMF) DMSO
使用 2 倍柱体积的纯水以 1.0 mL/min 流速冲洗色谱柱	使用 2 倍柱体积的纯水以 1.0 mL/min 流速冲洗色谱柱	使用 2 倍柱体积的纯水以 1.0 mL/min 流速冲洗色谱柱
使用 2 倍柱体积的新缓冲液以 1.0 mL/min 流速冲洗色谱柱	使用 2 倍柱体积的新混合的洗脱液以 0.2 mL/min 流速冲洗色谱柱	使用 2 倍柱体积的丙酮以 0.5 mL/min 流速冲洗色谱柱
使用新洗脱液在最高 50 °C 下以所需的流速流过色谱柱	根据分析需求以 1 °C/min 速率升高柱温*	使用 2 倍柱体积的新洗脱液以 0.2 mL/min 流速冲洗色谱柱
使用新洗脱液以所需的流速流过色谱柱	使用新洗脱液以所需的流速流过色谱柱	根据分析需求以 1 °C/min 速率将柱温升至 50 ~ 80 °C
*始终确保工作温度至少比溶剂的沸点低 10 °C		

水相溶剂

先进的 GPC

配备 RI 检测器的传统 GPC 系统

GPC 分离基于分子大小而不是分子量—提供相对分子量

如何改善 GPC 分析?
真正/绝对的分子量
- 变化
- 线性
- 精度, 光散射

Agilent 1260 Infinity GPC/SEC 多检测器套件

配备 RI、粘度和双角度光散射检测功能的先进 GPC 系统

信息丰富—准确加梯 (从室温到 60 °C) 的先进检测器模块
低扩散—行业领先的检测器流通池技术
Agilent GPC/SEC 软件—软件解决方案