

# TSKgel SuperHZ

## 系列超高通量 凝胶渗透色谱柱

### 目录

1. 简介	1
2. 特点	1
3. 基本特性	2
3-1. 分离度	2
3-2. 流速对理论塔板高度的影响	3
3-3. 样品进样量的影响	5
3-4. 样品浓度的影响	7
3-5. 填料粒径的优化	11
4. 应用	12
5. 总结	14

## 1. 简介

从凝胶渗透色谱 (GPC) 问世以来,就在聚合物分析和纯化领域得到广泛的应用。GPC 方法学、仪器系统、色谱柱设计和填料等各方面不断的进步,带来分析结果更高的精确度和更好的重现性。近些年来, GPC 市场对应用提出了更高的要求,即更短的分析时间,更少的溶液消耗量。Tosoh (东曹) 公司是第一家推出超高通量有机相 GPC 色谱柱——TSKgel SuperH 系列色谱柱的生产商,以满足上述市场需求。通过不断地创新, Tosoh 公司最近又推出了一系列的有机相半微量 GPC 色谱柱——TSKgel SuperHZ 系列。本文介绍了 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱的基本特性及其应用数据。

## 2. TSKgel SuperHZ 系列色谱柱的特点

TSKgel SuperHZ 系列色谱柱包括 HZ1000 ~ 4000。每一个等级的色谱柱装填不同孔径的填料。因此,每一款色谱柱都具有特定的分离范围,用户可以根据样品的特性选择不同等级的色谱柱。我们还有三款混合床色谱柱: SuperHZN、M-M 和 M-H, 这些色谱柱内装填不同孔径的填料,其设计的目的是在保证线性校准曲线的同时,扩大分子量的测量范围 (表 1)。

通过选择适当孔径或色谱柱等级, TSKgel SuperHZ1000 - 4000 色谱柱可以测量聚合物单体、添加剂、低聚物和分子量达数十万的高聚物。已经研发出的超细粒径填料 (3 $\mu$ m), 可以在整个分子量范围内得到高分辨率的分离结果。这对于低分子量化合物的分离尤其重要。

此外, 通过选择合适的色谱柱等级的混合床色谱柱 (SuperHZN、SuperHZN-M 和 SuperHZN-H) 可以测定低聚物和分子量达千万的高聚物。对混合床填料的粒径进行优化, 以保证分离小分子量时的分离度, 同时还可避免发生大分子量高聚物剪切降解。SuperHZ 系列色谱柱的特点见表 2。SuperHZ 系列色谱柱的校准曲线见图 1 和图 2。

表 1 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱列表

等级	排阻极限 (聚乙烯)	粒径 ( $\mu$ m)	理论塔板数 (TP/15cm)	色谱柱尺寸 (mm I.Dxcm)
TSKgel SuperHZ1000	$1 \times 10^3$	3	16,000	4.6 x 15 6.0 x 15
TSKgel SuperHZ2000	$1 \times 10^4$	3	16,000	4.6 x 15 6.0 x 15
TSKgel SuperHZ2500	$2 \times 10^4$	3	16,000	4.6 x 15 6.0 x 15
TSKgel SuperHZ3000	$6 \times 10^4$	3	16,000	4.6 x 15 6.0 x 15
TSKgel SuperHZ4000	$4 \times 10^5$	3	16,000	4.6 x 15 6.0 x 15
TSKgel SuperHZN	$7 \times 10^5$	3	16,000	4.6 x 15 6.0 x 15
TSKgel SuperHZN-M	$4 \times 10^6$	3&5	16,000	4.6 x 15 6.0 x 15
TSKgel SuperHZN-H	$4 \times 10^8$ (估算值)	10	9,000	4.6 x 15 6.0 x 15

表-2

特点	优点
1) 使用超细粒径的填料	<ul style="list-style-type: none"> <li>分析时间短 在 1/2 的测量时间内可以达到与常规色谱柱 (30 cm) 相当的分离度。</li> <li>高流速条件下分离度不会降低。</li> </ul>
2) 半微量色谱柱 (4.6 mmID 和 6.0 mmID)	<ul style="list-style-type: none"> <li>溶剂消耗量减少 (运行成本、废液处理成本) 与常规色谱柱相比, 溶剂消耗量为常规色谱柱的 1/6 至 1/3。</li> </ul>
3) 填料粒径的优化	<ul style="list-style-type: none"> <li>可防止高分子量聚合物的剪切降解。</li> </ul>
4) 采用低吸附率的填料	<ul style="list-style-type: none"> <li>适用的样品范围广泛。</li> </ul>

### 3. 基本特性

#### 3-1. 分离度

如表 1 所示, TSKgel SuperHZ1000 ~ SuperHZ4000 和 TSKgel SuperHBM-N 的填料粒径均为 3  $\mu\text{m}$ 。超细粒径可以实现测定小分子量物质(如低聚物)时的高效分离。这些色谱柱的理论塔板数(单位长度)为常规色谱柱的 2 倍。因此,用常规色谱柱一半的分析时间即可获得相同的分离度。实例见图 3。为有效发挥色谱柱的理论塔板数,必须要特别注意将引起色谱峰展宽的死体积降至最小。建议对系统检测器、样品进样器、管路等进行优化,同时对测量条件也进行优化。使用内径为 4.6 mm 的半微量色谱柱时,色谱峰展宽效应变得更加明显。出于此原因,建议使用微量流通池(用于 UV 检测)和高效 GPC 系统,以抵消温度变化带来的影响,并在低流速条件下输送可再生的流动相。

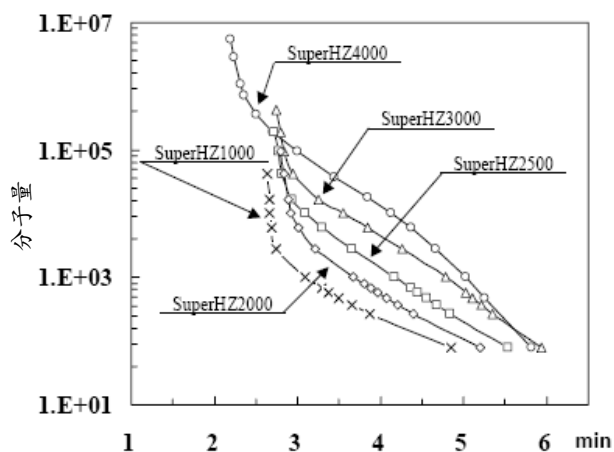


图-1 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱的校准曲线  
色谱柱: TSKgel SuperHZ 系列色谱柱  
(4.6 mm I.D. x 15cm)  
洗脱液: THF  
流速: 0.35 mL/min  
柱温: 25 $^{\circ}\text{C}$   
样品: 聚苯乙烯标准品  
进样量: 2  $\mu\text{L}$

如图 2 所示, TSKgel SuperHBM 系列色谱柱(HZ 混合床系列)的优点是在较大的分子量分离范围内获得线性的校准曲线。使用分离分子量范围宽的混合床色谱柱,就不需要将不同等级的色谱柱串联使用。此外,与测量低聚物的 SuperHZ 系列色谱柱相似, TSKgel SuperHBM-N (分子量分离范围  $7 \times 10^5 \sim 266$ )、SuperHBM-M (分子量分离范围  $4 \times 10^6 \sim 266$ ) 和 SuperHBM-H (分子量分离范围  $1 \times 10^8 \sim 1000$ , 估算值) 可以测量样品的分子量和分子量分布, 分析时间比常规色谱柱缩短 50%。

图 4 表示使用填料粒径为 9  $\mu\text{m}$  的 GMG<sub>XL</sub> 色谱柱和填料粒径为 10  $\mu\text{m}$  的 SuperHBM-H 色谱柱得到的聚异丁烯色谱图。

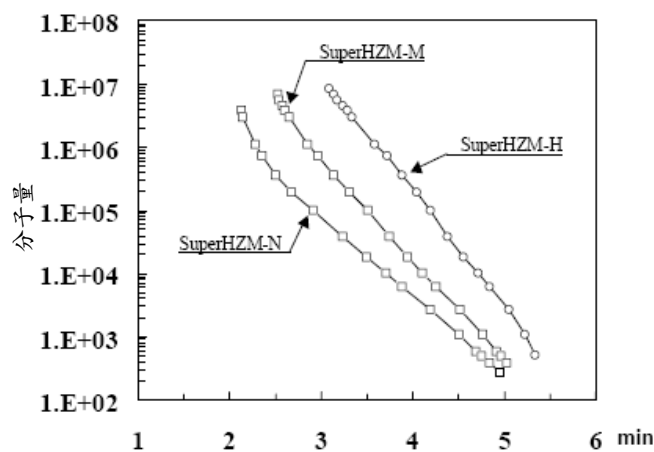


图-2 TSKgel SuperHBM 系列色谱柱的校准曲线  
色谱柱: TSKgel SuperHBM 系列色谱柱  
(4.6 mm I.D. x 15cm)  
洗脱液: THF  
流速: 0.35 mL/min  
柱温: 25 $^{\circ}\text{C}$   
样品: 聚苯乙烯标准品  
进样量: 2  $\mu\text{L}$

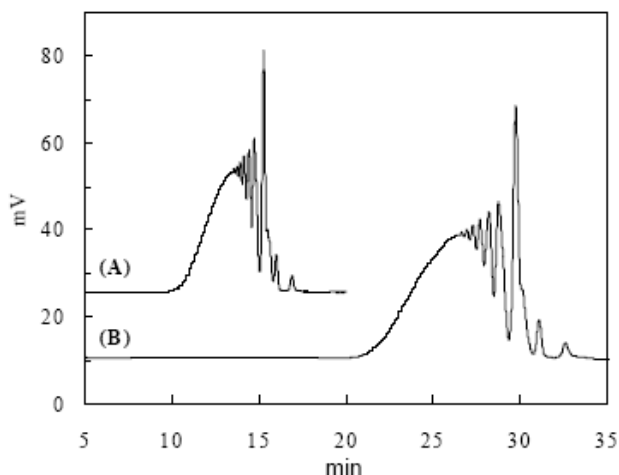


图-3 SuperHZ 和 H<sub>XL</sub> 的对比

色谱柱: (A) TSKgel SuperHZ  
(4000 + 3000 + 2500)  
(4.6 mm I.D. × 15 cm × 3)  
(B) TSKgel H<sub>XL</sub>  
(4000 + 3000 + 2500)  
(7.8 mm I.D. × 30 cm × 3)

洗脱液: THF  
流速: (A) 0.35 mL/min  
(B) 1.0 mL/min  
柱温: 40°C  
检测器: RI  
样品: 酚醛树脂  
进样量: (A) 5 μL, (B) 30 μL

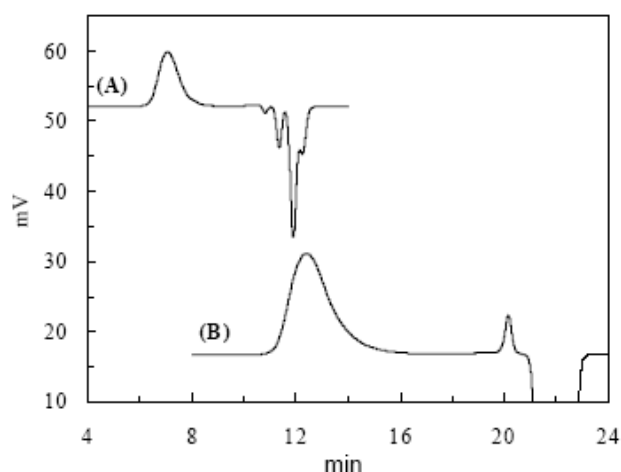


图-4 SuperH2M-H 和 GMH<sub>XL</sub> 的对比

色谱柱: (A) TSKgel SuperH2M-H  
(4.6 mm I.D. × 15 cm × 2)  
(B) TSKgel GMH<sub>XL</sub>  
(7.8 mm I.D. × 30 cm × 2)

洗脱液: THF  
流速: (A) 0.35 mL/min  
(B) 1.0 mL/min  
柱温: 40°C  
检测器: RI  
样品: 酚醛树脂  
进样量: (A) 10 μL, (B) 100 μL

### 3-2. 流速对理论塔板高度 (HETP) 的影响

图 5 表示在 TSKgel G2500H<sub>XL</sub> (填料粒径 5 μm) 和 TSKgel SuperHZ2500 (填料粒径 3 μm) 中分析小分子量化合物样品时, 流速对理论塔板高度 (HETP) 影响的对比。HETP 随着 TSKgel G2500H<sub>XL</sub> 的填料粒径增大而增大, 而对于 TSKgel Super HZ2500, 在高流速下, HETP 变化小。SuperHZ2500、SuperH2M-N、SuperH2M-M 和 SuperH2M-H (内径为 4.6 mm 和 6.0 mm) 的 HETP 流速依赖性分别示于图 6、图 7、图 8 和图 9 中。

在实际测量中, HETP 流速依赖性也会根据样品分子大小 (分子量)、洗脱液类型 (粘度) 和测量温度而定。随着流速的增大, 柱效的损失随着样品分子量的增大变得更加明显。因此测量大分子聚合物时, 建议采用低流速。

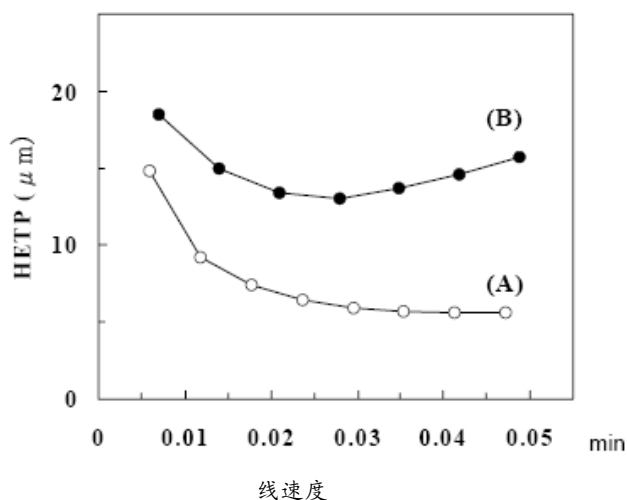
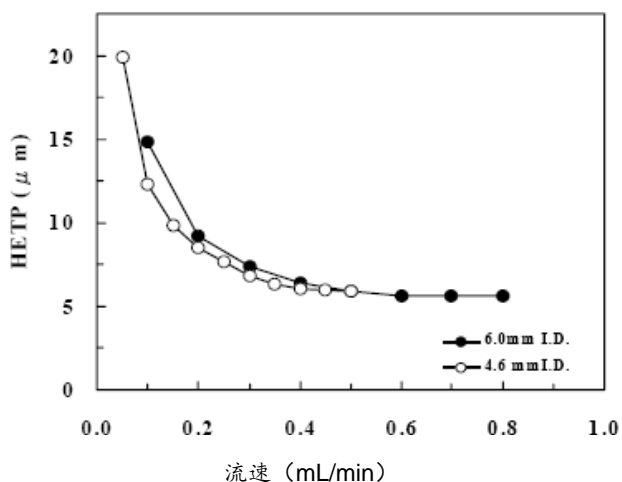


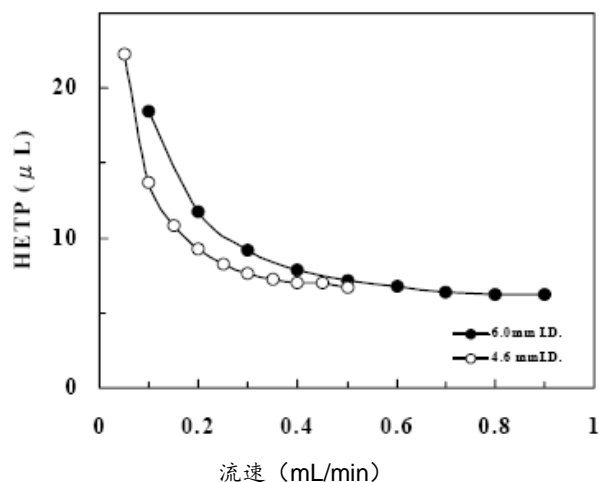
图-5 SuperHZ2500 和 G2500H<sub>XL</sub> 中线速度对 HETP 的影响的对比

色谱柱: (A) TSKgel SuperHZ2500  
(6.0 mm I.D. × 15 cm)  
(B) TSKgel G2500H<sub>XL</sub>  
(7.8 mm I.D. × 30 cm)

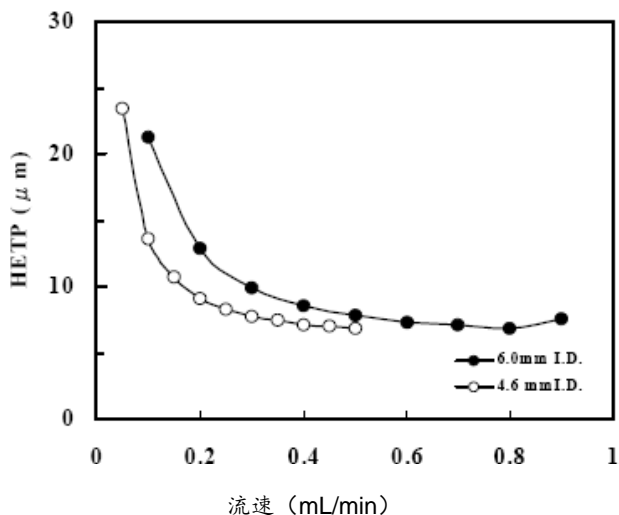
洗脱液: THF  
柱温: 25°C  
样品: (A) 邻苯二甲酸二环己酯 (DCHP)  
(B) 苯  
进样量: (A) 2 μL  
(B) 20 μL



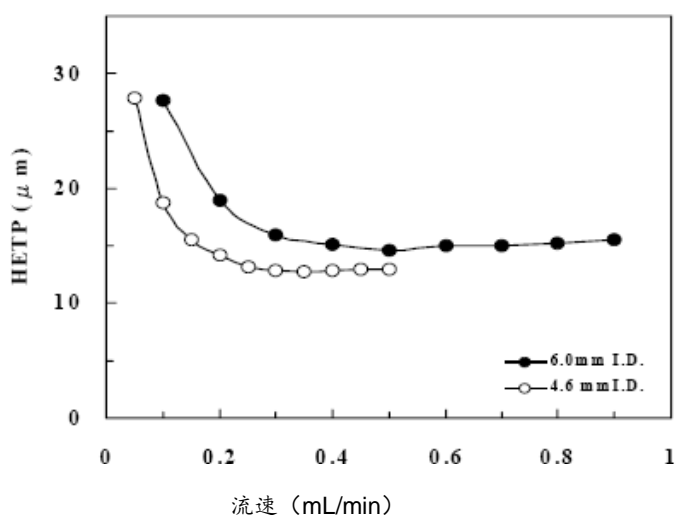
**图-6 SuperHZ2500 色谱柱中 HETP 和流速的关系**  
 色谱柱: TSKgel SuperHZ2500  
 (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 (4.6 mm I.D. × 15 cm)  
 洗脱液: THF  
 柱温: 25°C  
 样品: DCHP  
 进样量: 2 μL (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 1 μL (4.6 mm I.D. × 15 cm)



**图-7 SuperHZM-N 色谱柱中 HETP 和流速的关系**  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-N  
 (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 (4.6 mm I.D. × 15 cm)  
 洗脱液: THF  
 柱温: 25°C  
 样品: DCHP  
 进样量: 2 μL (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 1 μL (4.6 mm I.D. × 15 cm)



**图-8 SuperHZM-M 色谱柱中 HETP 和流速的关系**  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-M  
 (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 (4.6 mm I.D. × 15 cm)  
 洗脱液: THF  
 柱温: 25°C  
 样品: DCHP  
 进样量: 2 μL (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 1 μL (4.6 mm I.D. × 15 cm)



**图-9 SuperHZM-H 色谱柱中 HETP 和流速的关系**  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-H  
 (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 (4.6 mm I.D. × 15 cm)  
 洗脱液: THF  
 柱温: 25°C  
 样品: DCHP  
 进样量: 2 μL (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 1 μL (4.6 mm I.D. × 15 cm)

### 3-3. 进样量的影响

如前所述, TSKgel SuperHZ 系列色谱柱使用超细粒径的填料。TSKgel SuperHZ 的孔径分布较窄, 使得样品进样量对色谱柱性能的影响变得至关重要。如图 10 所示, 随着进样量的增大 TSKgel Super HZ2500 的 HETP 值明显升高。这意味着过大的样品进样量, 将降低色谱柱性能。对于装填超细粒径的高效色谱柱, 因进样量的增大引起的 HETP 降低效应更加明显。如图 10、图 11、图 12 和图 13 所示, 用 Super HZ2500 和 SuperHZM-N 测定低聚物时, 色谱柱的最大进样量为 2  $\mu\text{L}$  (对内径为 4.6mm 的色谱柱) 和 4  $\mu\text{L}$  (对内径为 6.0mm 的色谱柱)。对合成聚合物的测定, Super HZM-M 的建议进样量为 2  $\mu\text{L}$  (内径为 4.6 mm 的色谱柱) 和 5  $\mu\text{L}$  (内径为 6.0 mm 的色谱柱)。最后, 用 TSKgel Super

HZM-H 测定大分子高聚物采用的进样量应为 5  $\mu\text{L}$  (内径为 4.6 mm 的色谱柱) 和 10  $\mu\text{L}$  (内径为 6.0 mm 的色谱柱)。这样才能避免色谱柱性能的下降。

对于含有低聚物的聚合物进行测量时, 保证较高的分离度是至关重要的。因此为了使样品进样量小于色谱柱可允许的最大进样量, 需要提高样品的浓度。另一方面, 对于不含低聚物组分的分子量较大的合成聚合物, 应该选择较低的样品浓度和较大的进样量, 因为样品进样量对测得的分子量结果影响较小。这个时候, 可以通过考虑样品过载、检测灵敏度等因素对进样量进行优化。

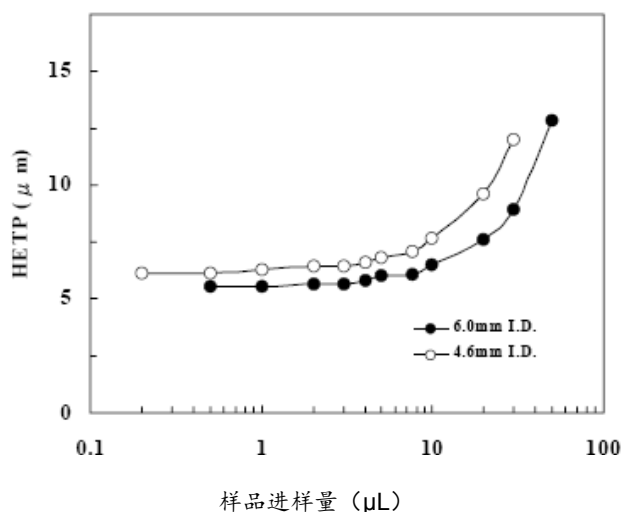


图-10 SuperHZ2500 色谱柱中 HETP 和样品进样量的关系

色谱柱: TSKgel SuperHZ2500  
(6.0 mm I.D.  $\times$  15 cm)  
(4.6 mm I.D.  $\times$  15 cm)  
洗脱液: THF  
流速: 0.6 mL/min (6.0 mm I.D.  $\times$  15 cm)  
0.35 mL/min (4.6 mm I.D.  $\times$  15 cm)  
柱温: 25 $^{\circ}\text{C}$   
样品: DCHP

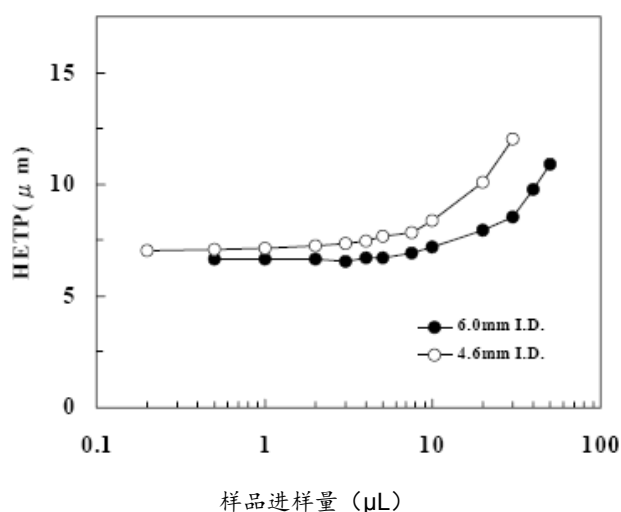


图-11 SuperHZM-N 色谱柱中 HETP 和样品进样量的关系

色谱柱: TSKgel SuperHZM-N  
(6.0 mm I.D.  $\times$  15 cm)  
(4.6 mm I.D.  $\times$  15 cm)  
洗脱液: THF  
流速: 0.6 mL/min (6.0 mm I.D.  $\times$  15 cm)  
0.35 mL/min (4.6 mm I.D.  $\times$  15 cm)  
柱温: 25 $^{\circ}\text{C}$   
样品: DCHP

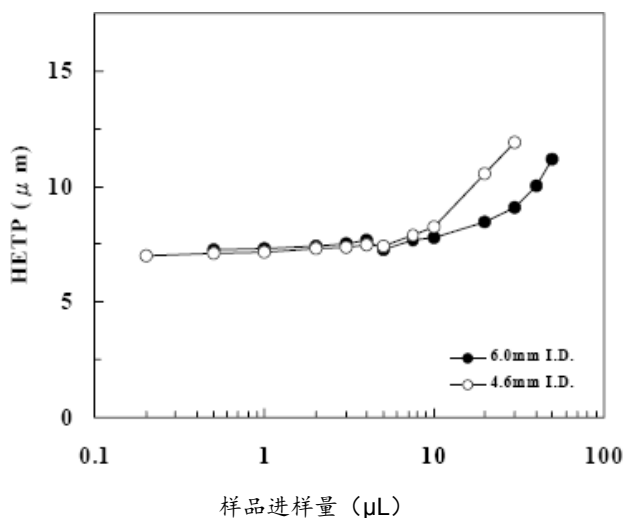


图-12 SuperHZM-M 色谱柱中 HETP 和样品进样量的关系

色谱柱: TSKgel SuperHZM-M  
 (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 (4.6 mm I.D. × 15 cm)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.6 mL/min (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 0.35 mL/min (4.6 mm I.D. × 15 cm)  
 柱温: 25°C  
 样品: DCHP

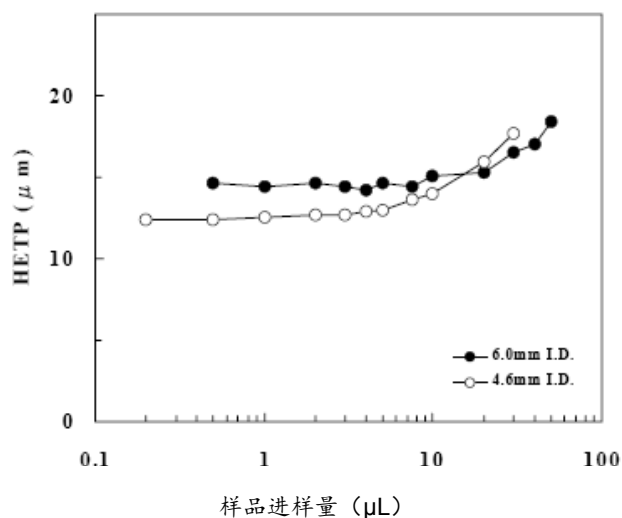


图-13 SuperHZM-H 色谱柱中 HETP 和样品进样量的关系

色谱柱: TSKgel SuperHZM-H  
 (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 (4.6 mm I.D. × 15 cm)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.6 mL/min (6.0 mm I.D. × 15 cm)  
 0.35 mL/min (4.6 mm I.D. × 15 cm)  
 柱温: 25°C  
 样品: DCHP

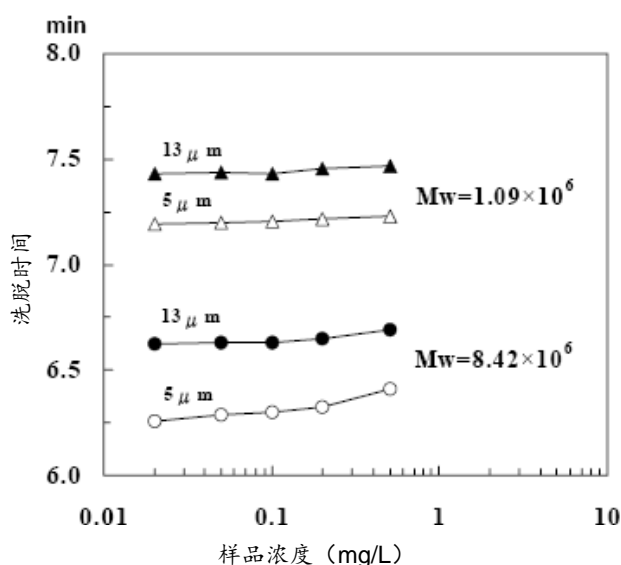
### 3-4. 样品浓度的影响

当样品浓度增大时, 表现样品分子量变小, 洗脱时间增加。该现象(如图 14 所示)与样品进样量增大时的效应相似。当填料粒径减小时, 这种现象更明显。因此应更加注意预防样品过载。如图 15 所示, 如果样品过载, 校准曲线将发生偏移, 导致结果错误或测得的分子量变大。为保证分子量测定的准确性, 样品和校正用标准品的测定均在低浓度条件下进行, 以防止过载现象的发生。

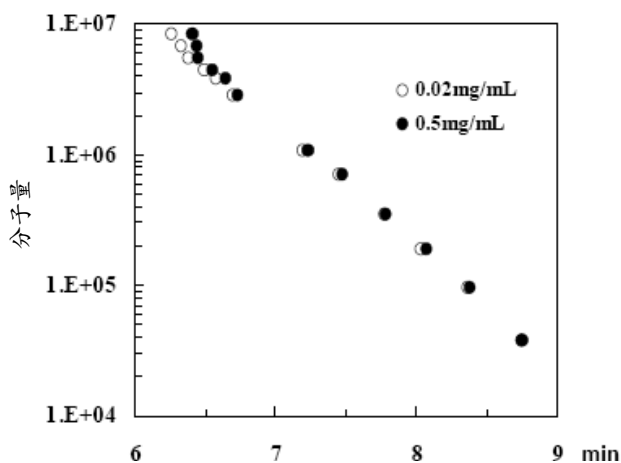
使用 TSKgel SuperHZ 混合床色谱柱(4.6 mm I.D.)测定时, 标准聚苯乙烯样品浓度和洗脱时间的关系见图 16、图 17 和图 18。实际测定聚合物样品时, 最佳的样品浓度随着分子量分布和分子量测量中使用的色谱柱而改变。但是, 如图 19 所示, 当使用 TSKgel Super HZM-N(4.6 mm I.D.)测定环氧树脂时, 只要样品浓度保持在 20 g/L(上样量 100  $\mu\text{g}$ )以下, 平均分子量和分离度的变化很小。这里采用较

高的样品浓度是由于环氧树脂的分子量较小。图 20 是不同样品浓度下的环氧树脂色谱图。浓度为 100 g/L(上样量 500  $\mu\text{g}$ )时, 可观测到由于样品过载造成的出峰位置延后。

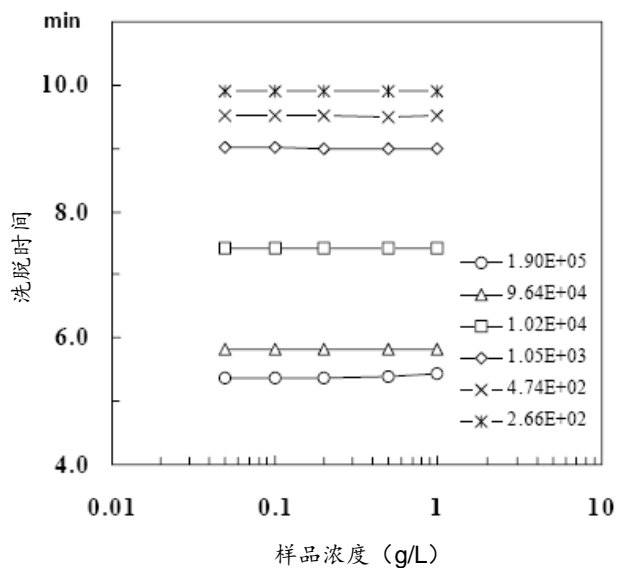
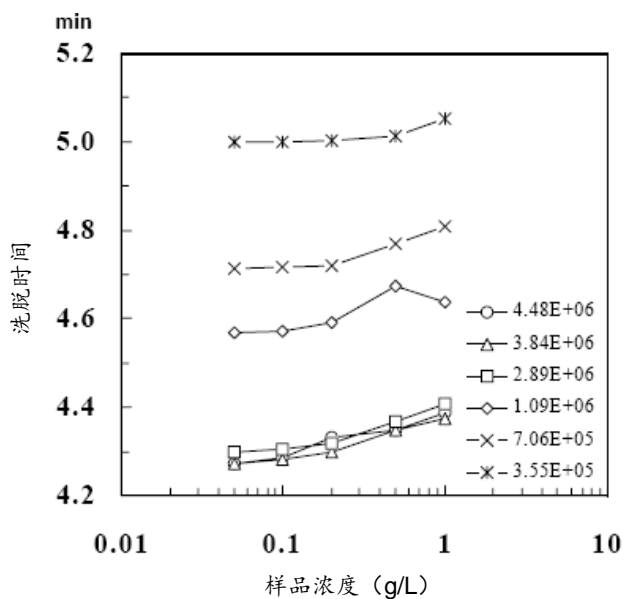
图 21 和图 22 表示样品浓度和分子量之间的关系。当聚苯乙烯 SRM706(分子量 257000)作为 TSKgel Super HZM-M(4.6 mm I.D.)色谱柱的待测样品时, 应当以 20  $\mu\text{g}$  的最大上样量进行测定。显然, 当样品浓度为 2 g/L(上样量为 20  $\mu\text{g}$ )或更高时, 由于过载而造成的分子量测定值的减小。另一方面, 当使用 TSKgel Super HZM-H(4.6 mm I.D.)测定聚异丁烯时, 由于样品分子量大, 在样品浓度为 1 g/L(上样量为 10  $\mu\text{g}$ )的条件下, 分子量测定值变小。因此, 在测定大分子量样品时, 要在低浓度的条件下进行测定。



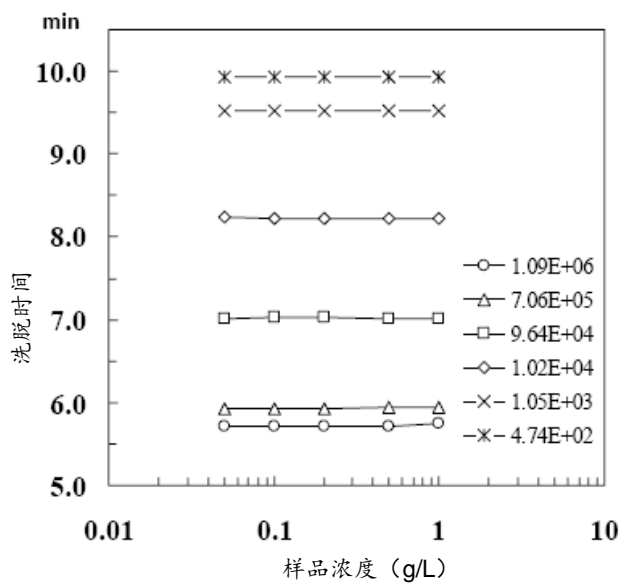
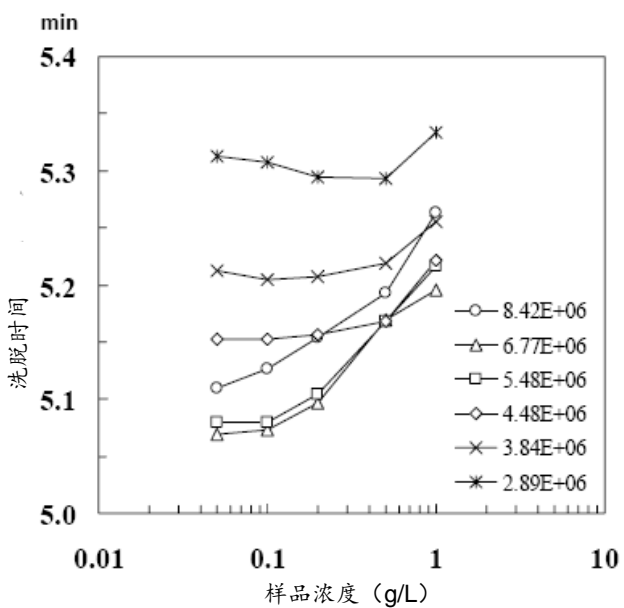
**图-14** 样品浓度对洗脱时间的影响  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-H  $\times$  2  
 (4.6 mm I.D.  $\times$  15 cm  $\times$  2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$   
 检测: RI  
 样品: 聚苯乙烯标准品  
 进样量: 10  $\mu\text{L}$



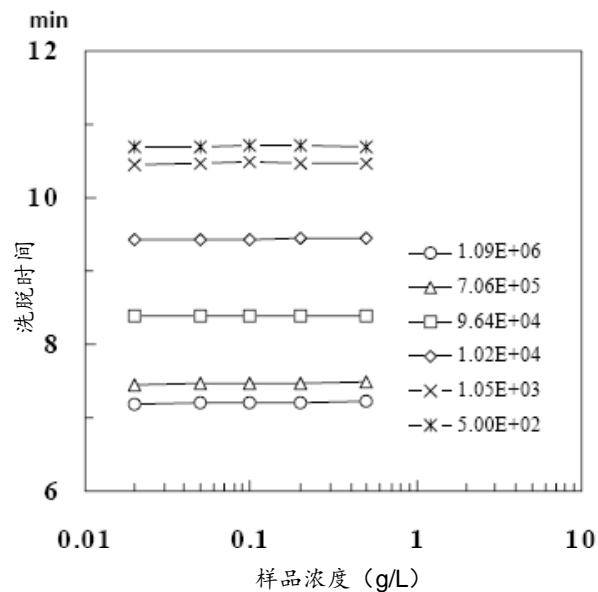
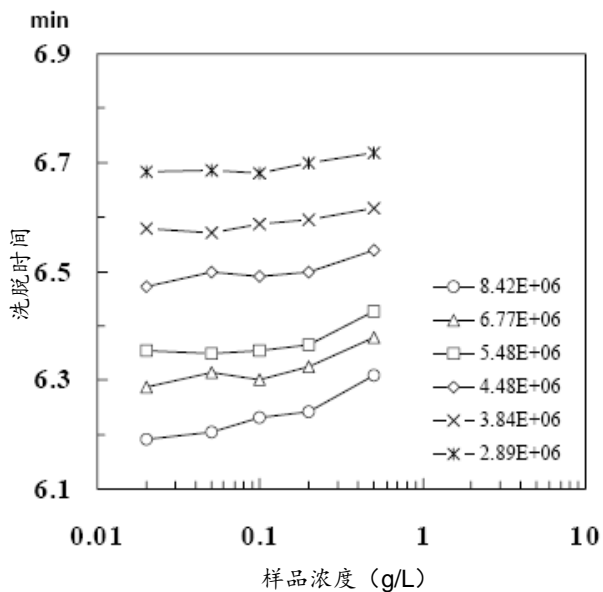
**图-15** 样品浓度对洗脱时间的影响(校准曲线)  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-H  $\times$  2  
 (4.6 mm I.D.  $\times$  15 cm  $\times$  2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$   
 检测: RI  
 样品: 聚苯乙烯标准品  
 进样量: 10  $\mu\text{L}$



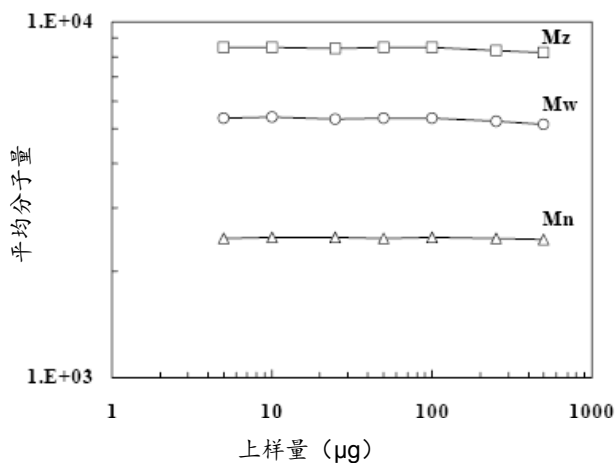
**图-16** 样品浓度对洗脱时间的影响  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-Nx 2  
 (4.6 mm I.D. × 15 cm × 2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚苯乙烯标准品  
 进样量: 5 μL



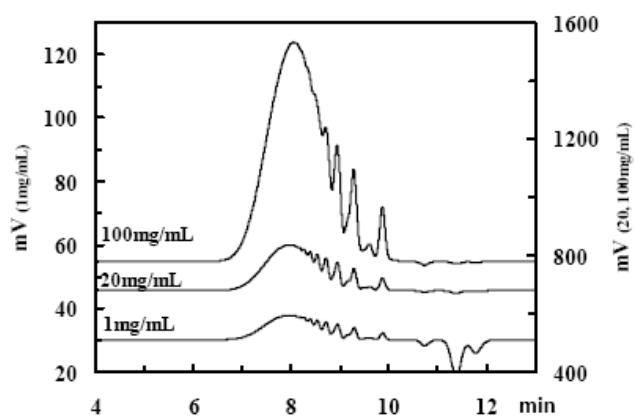
**图-17** 样品浓度对洗脱时间的影响  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-M × 2  
 (4.6 mm I.D. × 15 cm × 2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚苯乙烯标准品  
 进样量: 10 μL



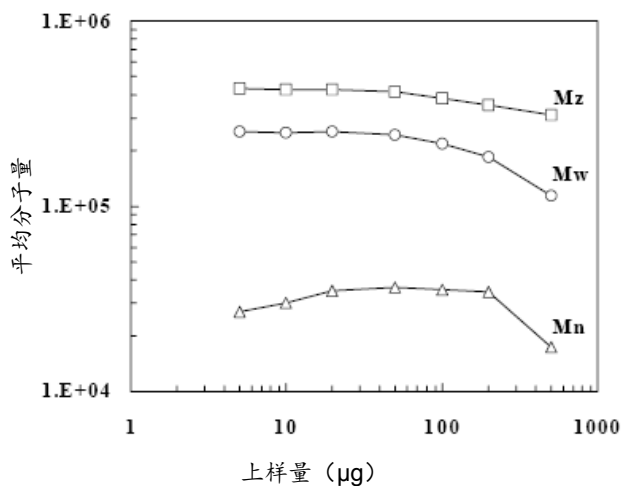
**图-18** 样品浓度对洗脱时间的影响  
 色谱柱: TSKgel SuperH2M-H x 2 (4.6 mm I.D. x 15 cm x 2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚苯乙烯标准品  
 进样量: 5 μL



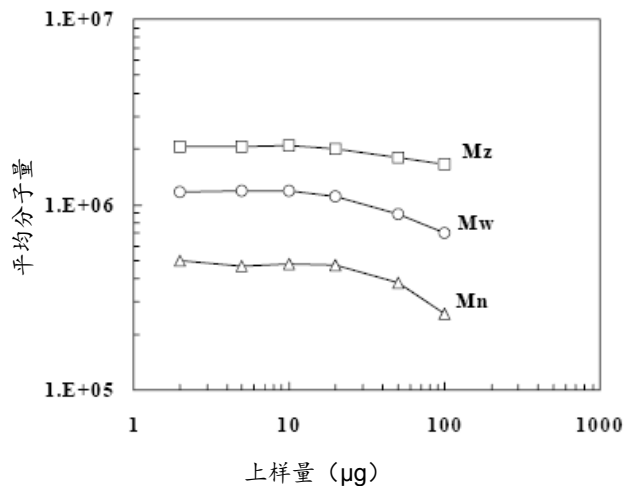
**图-19** 上样量对平均分子量的影响  
 色谱柱: TSKgel SuperH2M-N (4.6 mm I.D. x 15 cm x 2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 环氧树脂  
 进样量: 5 μL



**图-20** 上样量对色谱图的影响  
 色谱柱: TSKgel SuperH2M-N (4.6 mm I.D. x 15 cm x 2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 环氧树脂  
 进样量: 5 μL



**图-21 上样量对平均分子量的影响**  
 色谱柱: TSKgel SuperH2M-M  
 (4.6 mm I.D. × 15 cm × 2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚苯乙烯 SRM706  
 进样量: 10 µL



**图-22 上样量对平均分子量的影响**  
 色谱柱: TSKgel SuperH2M-H  
 (4.6 mm I.D. × 15 cm × 2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚异丁烯  
 进样量: 10 µL

### 3-5. 填料粒径的优化

使用超细粒径填料装填的色谱柱或是在高流速下测定时，聚合物样品很有可能因为剪切应力发生分子链断裂。因此，在 TSKgel SuperHZ 系列色谱柱中，针对聚合物分析而设计的色谱柱 (TSKgel SuperH2M-M 和 SuperH2M-H) 均采用与样品分子量范围对应的最佳粒径。图 23 表示使用不同粒径的填料和不同流速测定聚苯乙烯标准品得到的校准曲线。粒径为 3  $\mu\text{m}$  的色谱柱用于一百万或更大的分子量样品的测试，当流速为 0.35 mL/min 时，很容易观察到由于支链断裂而导致的出峰延迟现象。此外，对于分子量为几十万或更大的样品，也会观察到出峰延迟。当粒径更小，流速更高时，该现象就会更加明显。另一方面，填料粒径为 13  $\mu\text{m}$  时，

两个流速条件下在整个分子量范围内都不会观察到样品出峰的延迟。基于这一事实，用于测定分子量为几百万至几十万的样品的色谱柱 SuperH2M-H 装填的是粒径 10  $\mu\text{m}$  的填料。而用于测定分子量为几十万至几万的样品的色谱柱 SuperH2M-M 装填的是粒径为 3  $\mu\text{m}$  或 5  $\mu\text{m}$  的填料。另外，用于测定平均分子量为几万的样品（如低聚物）的 SuperH2M-N 装填的是粒径为 3  $\mu\text{m}$  的填料。正是由于 TSKgel Super H2M 系列色谱柱的填料粒径的不同，研究人员可以针对不同类型的样品选择最佳的色谱柱。

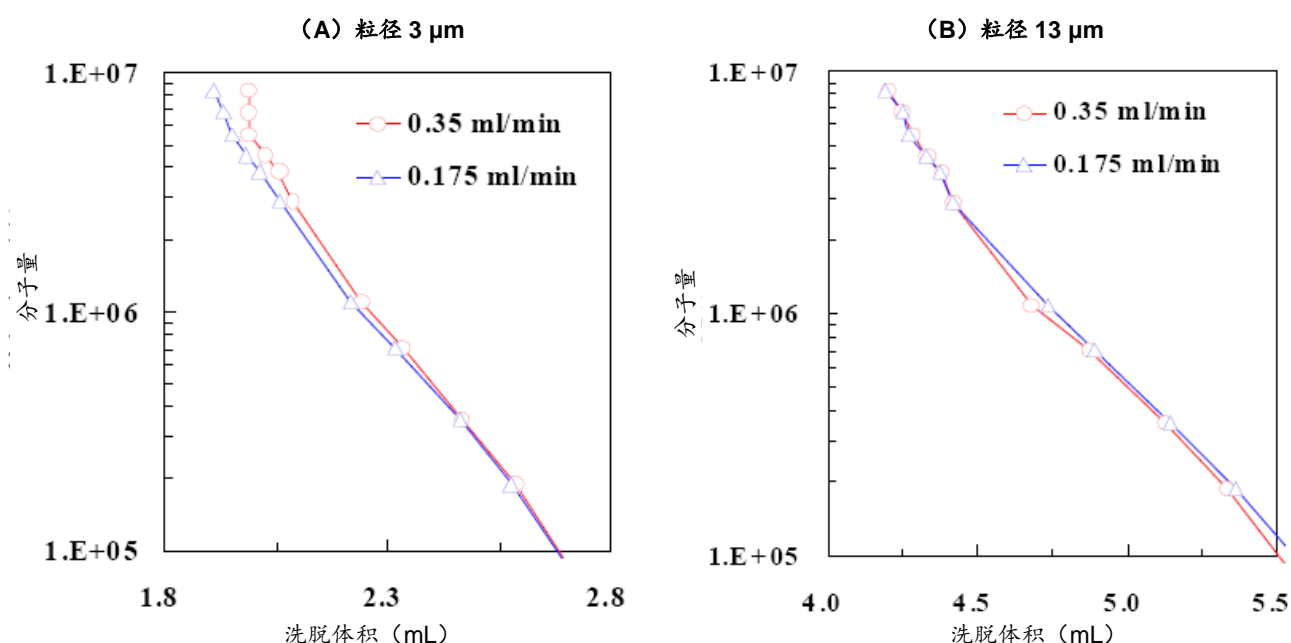
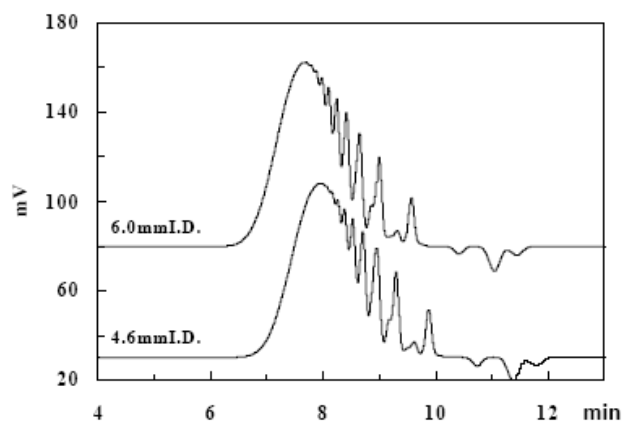


图-23 测定流速和粒径对校准曲线的影响

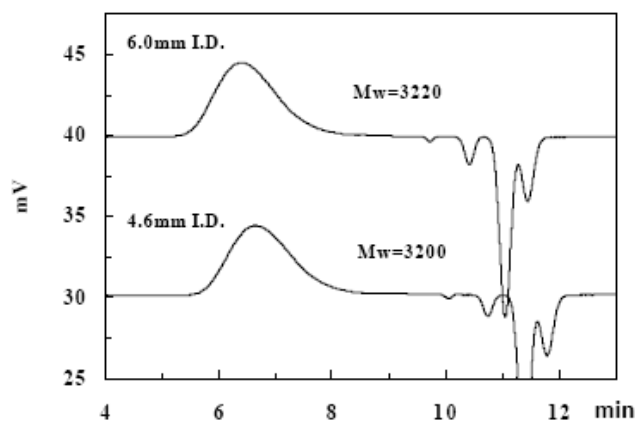
色谱柱: 聚苯乙烯-二乙烯基苯共聚物凝胶  
 (A): (4.6 mm I.D. × 15 cm)  
 (B): (4.6 mm I.D. × 30 cm)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚苯乙烯标准品  
 进样量: (A) 5  $\mu\text{L}$ , (B) 10  $\mu\text{L}$

## 4. 应用

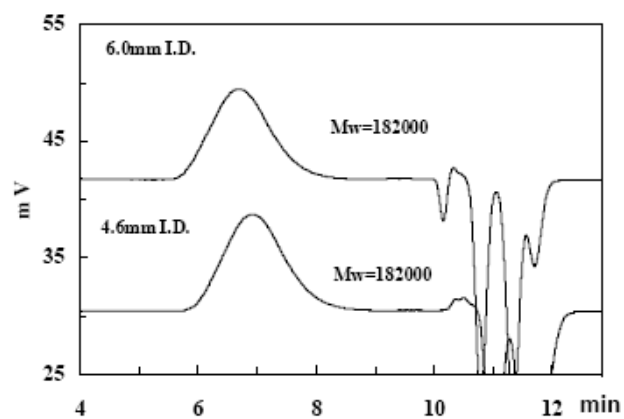
图 24 至图 35 列出各种样品的分析实例。



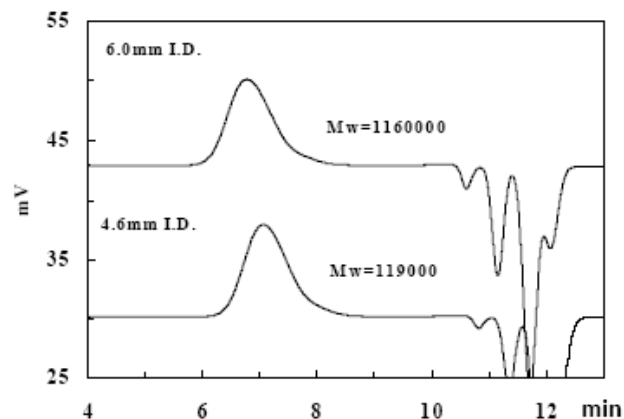
**图-24 环氧树脂色谱柱的色谱图**  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-N x 2  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min (4.6 mm I.D.)  
 0.6 mL/min (6.0 mm I.D.)  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 环氧树脂 (10 g/L)  
 进样量: 5  $\mu$ L (4.6 mm I.D.)  
 9  $\mu$ L (6.0 mm I.D.)



**图-25 聚甲基丙烯酸甲酯色谱图**  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-N x 2  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min (4.6 mm I.D.)  
 0.6 mL/min (6 mm I.D.)  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚甲基丙烯酸甲酯 (1 g/L)  
 进样量: 5  $\mu$ L (4.6 mm I.D.)  
 9  $\mu$ L (6.0 mm I.D.)



**图-26 甲基丙烯酸丁酯-甲基丙烯酸异丁酯共聚物的色谱图**  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-M x 2  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min (4.6 mm I.D.)  
 0.6 mL/min (6 mm I.D.)  
 柱温: 40°C 检测器: RI  
 检测器: RI  
 样品: 甲基丙烯酸丁酯-甲基丙烯酸异丁酯共聚物 (1g/L)  
 进样量: 10  $\mu$ L (4.6 mm I.D.)  
 17  $\mu$ L (6.0 mm I.D.)



**图-27 聚异丁烯色谱图**  
 色谱柱: TSKgel SuperHZM-M x 2  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min (4.6 mm I.D.)  
 0.6 mL/min (6.0 mm I.D.)  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚异丁烯 (0.5 g/L)  
 进样量: 10  $\mu$ L (4.6 mm I.D.)  
 17  $\mu$ L (6.0 mm I.D.)

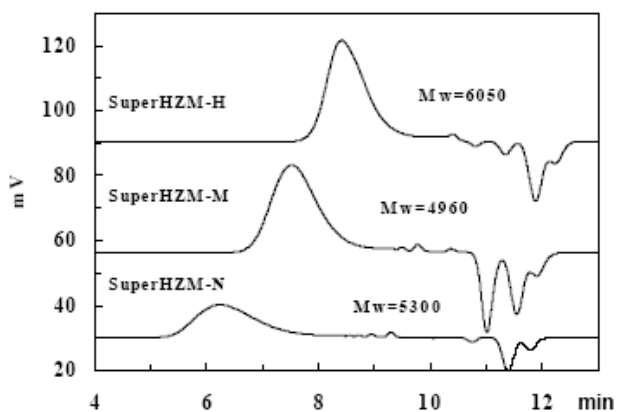


图-28 聚砜色谱图

色谱柱: TSKgel SuperHZM x 2 (4.6 mm I.D.)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚砜 (1 g/L)  
 进样量: 5  $\mu$ L (SuperHZM-N),  
 10  $\mu$ L (SuperHZM-M, -H)

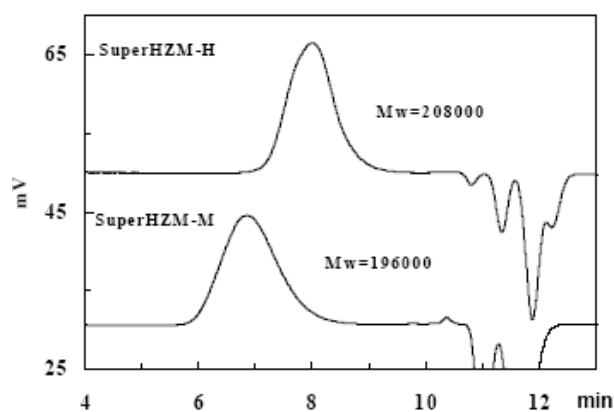


图-29 1,2-聚丁二烯色谱图

色谱柱: TSKgel SuperHZM x 2  
 (4.6 mm I.D. x 15 cm x 2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚丁二烯 (1.0g/L)  
 进样量: 10  $\mu$ L

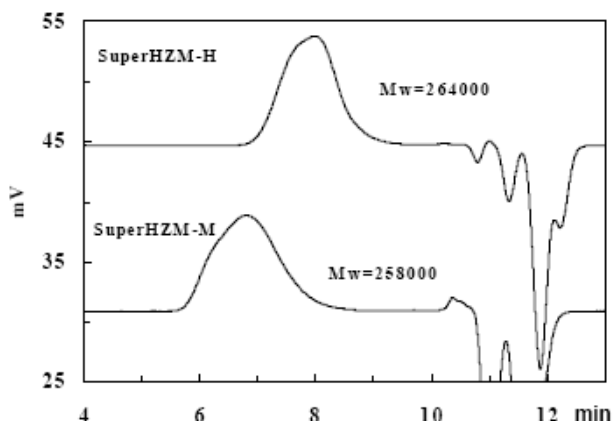


图-30 聚甲基丙烯酸甲酯

色谱柱: TSKgel SuperHZM x 2  
 (4.6 mm I.D. x 15 cm x 2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚甲基丙烯酸甲酯 (1.0 g/L)  
 进样量: 10  $\mu$ L

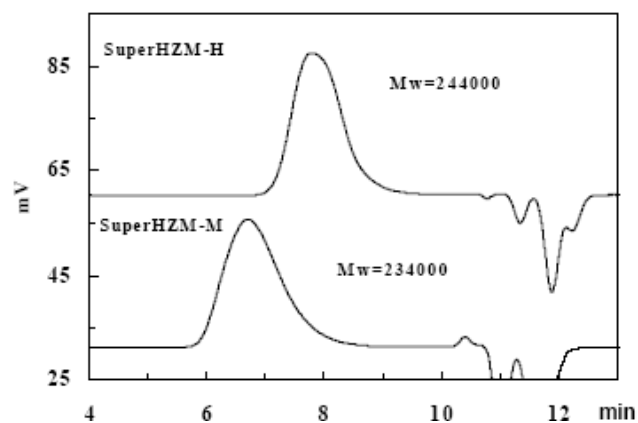
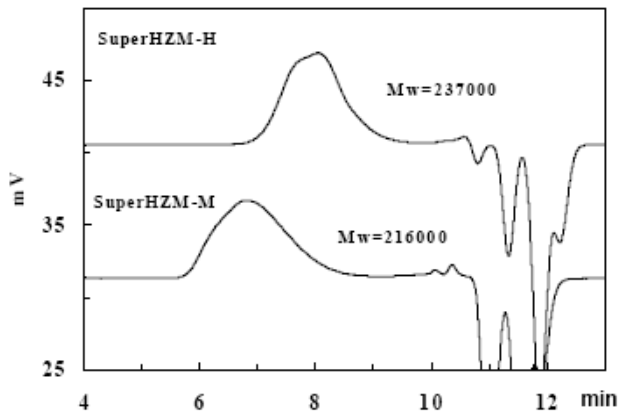
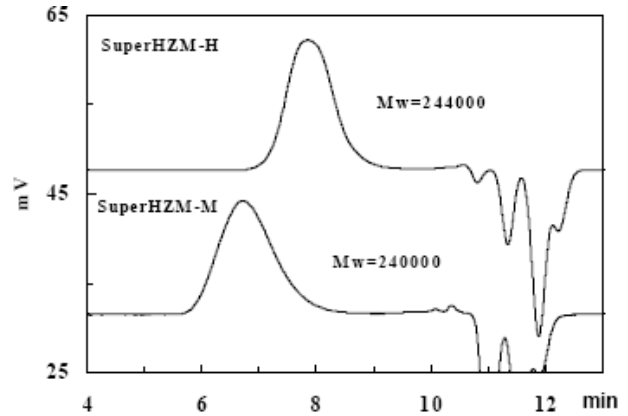


图-31 聚苯乙烯色谱图

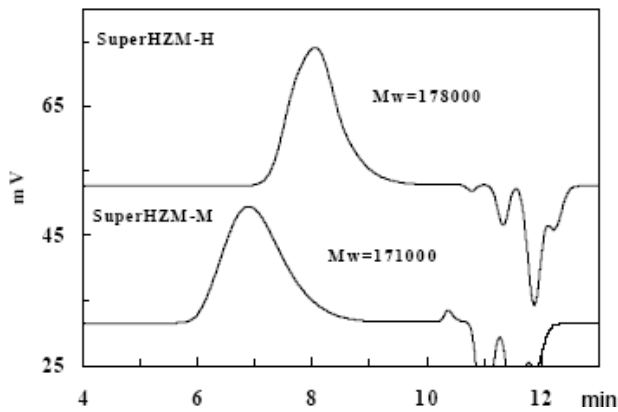
色谱柱: TSKgel SuperHZM x2  
 (4.6 mm I.D. x 15 cm x 2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚苯乙烯 (1.0g/L)  
 进样量: 10  $\mu$ L



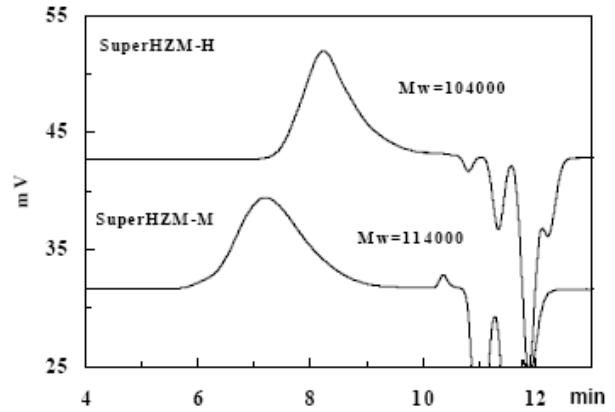
**图-32 聚乙酸乙烯酯**  
 色谱柱: TSKgel SuperH2M x2  
 (4.6 mm I.D. x15 cm x2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚乙酸乙烯酯 (1.0 g/L)  
 进样量: 10 μL



**图-33 聚氯乙烯色谱图**  
 色谱柱: TSKgel SuperH2M x2  
 (4.6 mm I.D. x15 cm x2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 聚氯乙烯 (1.0 g/L)  
 进样量: 10 μL



**图-34 苯乙烯-氰乙烯共聚物色谱图**  
 色谱柱: TSKgel SuperH2M x2  
 (4.6 mm I.D. x15 cm x2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 苯乙烯-氰乙烯共聚物 (1.0 g/L)  
 进样量: 10 μL



**图-35 乙烯醇-乙烯丁缩醛共聚物**  
 色谱柱: TSKgel SuperH2M x2  
 (4.6 mm I.D. x15 cm x2)  
 洗脱液: THF  
 流速: 0.35 mL/min  
 柱温: 40°C  
 检测器: RI  
 样品: 乙烯醇-乙烯缩丁醛共聚物 (1.0 g/L)  
 进样量: 10 μL

## 5. 总结

相对于常规色谱柱, TSKgel SuperHZ 系列色谱柱可将分析时间减少一半。TSKgel SuperHZ 色谱柱在低分子领域的测定中也可以保证较高的分离度(对低聚物分析尤其有用), 并且可以通过选择合适填料粒径, 避免高分子量聚合物测定中发生的分子链断裂现象。

如前所述, 超细粒径填料装填的 TSKgel SuperHZ 色

谱柱可能会因为系统的色谱峰展宽效应而降低分离性能。减小死体积并对系统和测试条件进行优化, 这一点很重要。当使用内径为 4.6 mm 和 6.0 mm 色谱柱时, 我们建议在高速凝胶渗透色谱系统中进行测定。高速凝胶渗透色谱系统受温度变化的影响较小, 并且在低流速下使用内径为 4.6 mm 色谱柱时, 其输液量的重复性也非常优异。



TOSOH

---

**TOSOH BIOSCIENCE**

**东曹（上海）生物科技有限公司**

地址：上海市徐汇区虹梅路 1801 号 A 区凯科国际大厦 1001 室

电话：+86-21-34610856 传真：+86-21-34610858

电子邮件：[info@tosoh.com.cn](mailto:info@tosoh.com.cn)

网址：[www.separations.asia.tosohbioscience.com](http://www.separations.asia.tosohbioscience.com)