

## 阳离子聚合物专用水相 SEC 色谱柱 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列

— 目 录 —

	页码
1. 前言	1
2. 特点	1
3. 基本特性	2
3-1. 孔隙特性	2
3-2. 样品进样量与理论塔板高度 (HETP)	2
3-3. 理论塔板高度 (HETP) 的流速依赖关系	3
3-4. 分离性能	3
4. 校正曲线的流动相依赖关系	4
4-1. 测定温度依赖关系	4
4-2. 流动相的 pH 依赖关系	4
4-3. 流动相中有机溶剂浓度的影响	5
4-4. 测定流速依赖关系	5
5. 阳离子聚合物的洗脱特性	6
5-1. 与市售 SEC 色谱柱的洗脱对比	6
5-2. 测定重现性	8
5-3. 各种阳离子聚合物的测定示例	9
6. 通过 SEC-MALS 法测定阳离子聚合物的绝对分子量	10
6-1. 聚二烯丙基二甲基氯化铵的绝对分子量	10
6-2. PDADM-NH <sub>4</sub> Cl 共聚物的绝对分子量	11
7. 结束语	11

## 1. 前言

在用于测定水溶性高分子的分子量分布的水溶性尺寸排阻色谱 (SEC) 填料中, 聚合物基质和硅胶基质均得到广泛应用。本公司推出了以亲水性乙烯基聚合物为基质的水溶性 SEC 色谱柱 TSKgel PW&PW<sub>XL</sub> 系列产品。

在采用 SEC 测定水溶性高分子的分子量分布时, 通常需要对流动相的 pH 值、盐的种类及浓度进行优化, 以抑制样品与填料之间的相互作用。

特别是在阳离子聚合物的 SEC 测定中, 为了抑制与填料之间的静电相互作用, 需要使用低 pH 流动相或高盐浓度流动相。但即便在这类条件下, 有时静电相互作用仍无法得到充分抑制, 常因样品回收率低、测定再现性差, 而无法获得准确的分子量信息。

为了解决这类难题, 公司开发出了阳离子聚合物专用水相 SEC 色谱柱——TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列产品。该产品可在温和的中性流动相条件下, 实现阳离子聚合物的高回收率、高再现性测定。

本报告对 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列产品的基本特性及应用实例进行了详细说明。

## 2. 特点

使用 TSKgel PW<sub>XL</sub> 系列产品对阳离子聚合物进行 SEC 测定时, 填料表面微量存在的羧基与样品之间发生静电相互作用, 产生的吸附现象, 可能导致无法获得准确的分子量分布信息。

本次通过新型合成方法开发的 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列色谱柱, 与 TSKgel PW<sub>XL</sub> 系列产品相同的基材, 在保留现有产品基本特性的基础上, 对填料表面的离子性进行了改良, 即便在中性、低盐浓度流动相条件下, 也能实现高回收率以及优异的测定再现性。

TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列产品的基本特性在表-1 和表-2 中进行了汇总。

表 1 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列的特性

	TSKgel G3000PW <sub>XL</sub> -CP	TSKgel G5000PW <sub>XL</sub> -CP	TSKgel G6000PW <sub>XL</sub> -CP
填料基质	亲水性乙烯基聚合物	亲水性乙烯基聚合物	亲水性乙烯基聚合物
粒径	7 μm	10 μm	13 μm
分子量排阻限 (PEO)	100,000	1,000,000	20,000,000*
分子量分离范围 (PEO&PEG)	50,000~200	500,000~400	10,000,000~1,000

\*: 推测值

表 2 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列的产品规格

产品名称	理论塔板数 (TP/色谱柱)	不对称因子	色谱柱尺寸 (mmI.D.×cm)
TSKgel G3000PW <sub>XL</sub> -CP	16,000/30cm	0.7~1.6	7.8×30
TSKgel G5000PW <sub>XL</sub> -CP	10,000/30cm	0.7~1.6	7.8×30
TSKgel G6000PW <sub>XL</sub> -CP	7,000/30cm	0.7~1.6	7.8×30

### 测定条件

流动相: 0.1 mol/L 硫酸钠水溶液

检测器: RI

流速: 1.0 mL/min (7.8 mmI.D.×30 cm)

温度: 25 °C

样品: 乙二醇 (5 g/L)

进样量: 20 μL

### 3. 基本特性

#### 3-1. 孔隙特性

如表-1 和表-2 所示, TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列通过优化分子量分离范围, 推出了从低分子专用到高分子专用的 3 个型号。

图-1 是在 0.1 mol/L 硝酸钠水溶液条件下, 使用标准聚氧乙烯和聚乙二醇得到的校正曲线。

低分子专用型号的 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP 的可测定分子量分离范围设定为 50,000~200; TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP 设定为 500,000~400; 高分子专用型号的 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP 设定为 10,000,000~1,000。因此, 可根据待测样品的分子量及分子量分布, 将这些色谱柱组合连接使用, 从而实现从高分子量聚合物到低分子量寡聚物的宽范围样品测定。

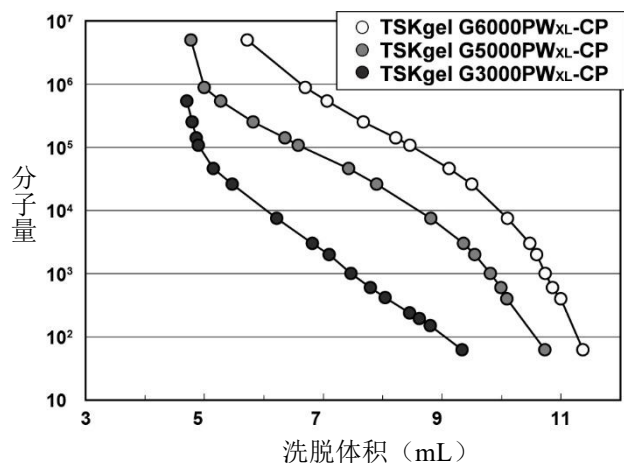


图 1 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列产品的校正曲线

色谱柱: TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列  
(7.8 mmI.D.×30 cm)

流动相: 0.1 mol/L 硝酸钠

流速: 1.0 mL/min

检测器: RI

温度: 25 °C

样品: 标准聚氧化乙烯、聚乙二醇及乙二醇

进样量: 100 μL

#### 3-2. 样品进样量与理论塔板高度 (HETP)

图-2 显示了 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列产品中, 乙二醇 (EG) 的理论塔板高度 (HETP) 随进样量的变化关系。

在所有型号中, 在使用 2 支色谱柱时, 如果进样量超过 50 μL, HETP 则开始增大。由此可知, TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列产品的最大进样量是每支色谱柱约为 25 μL。

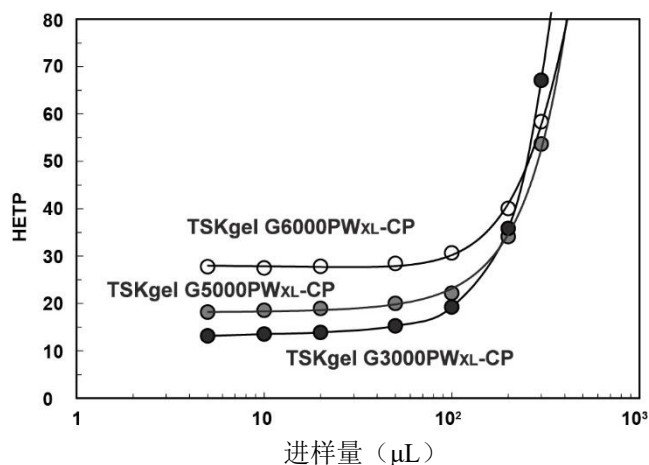


图-2 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 的样品进样量与 HETP 的关系

色谱柱: TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列  
(7.8 mmI.D.×30 cm) ×2

流动相: H<sub>2</sub>O

流速: 1.0 mL/min

检测器: RI

温度: 25 °C

样品: 乙二醇 (5 g/L)

进样量: 5~500 μL

### 3-3. 理论塔板高度 (HETP) 的流速依赖关系

使用单分散低分子样品 EG 对 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列产品的 HETP 进行了流速依赖关系测定, 其结果如图-3 所示。

最佳流速 (最小 HETP) 因粒径而异。粒径较小的 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP, 其最佳流速 (最小 HETP) 处于相对较高的流速区间 (0.6~1.0 mL/min), 随着粒径增大, 最佳流速也呈现降低, TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP 是 0.5~0.8 mL/min, TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP 是 0.4~0.7 mL/min。

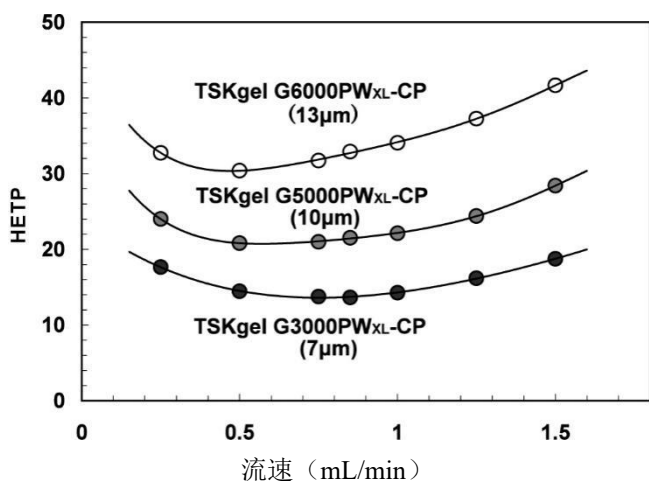


图-3 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 的测定流速与 HETP 的关系

色谱柱: TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列  
(7.8 mmI.D.×30 cm)

流动相: H<sub>2</sub>O

流速: 0.25~1.5 mL/min

检测器: RI

温度: 25 °C

样品: 乙二醇 (5 g/L)

进样量: 20 µL

### 3-4. 分离性能

如前所述, TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列与 TSKgel PW<sub>XL</sub> 系列的孔隙特性并无显著差异, 但低分子专用型号 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP 与 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub> 相比, 其孔隙特性得到了进一步改良。

图-4 是 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP 和 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub> 进样聚乙二醇 200 (PEG 200) 时的色谱图对比图。

对低分子区域的孔隙特性进行改良后的 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP, 呈现出比 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub> 更优异的分性能。

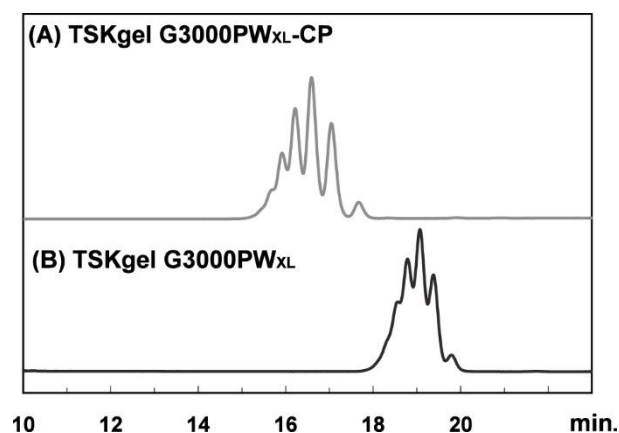


图-4 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP 和 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub> 分离聚乙二醇 200 的对比图

色谱柱: (A) TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP  
(7.8 mmI.D.×30 cm×2)

(B) TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>

(7.8 mmI.D.×30 cm×2)

流动相: H<sub>2</sub>O

流速: 1.0 mL/min

检测器: RI

温度: 25 °C

样品: 聚乙二醇 200 (3 g/L)

进样量: 50 µL

## 4. 校正曲线的流动相依赖关系

### 4-1. 测定温度依赖关系

使用 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP, 以 0.1 mol/L 硝酸钠水溶液作为流动相, 分析标准聚氧乙烯的校正曲线对测定温度的依赖关系, 其结果如图-5 所示。从结果可知, 在测定温度 25°C~60°C 的范围内并无依赖性。

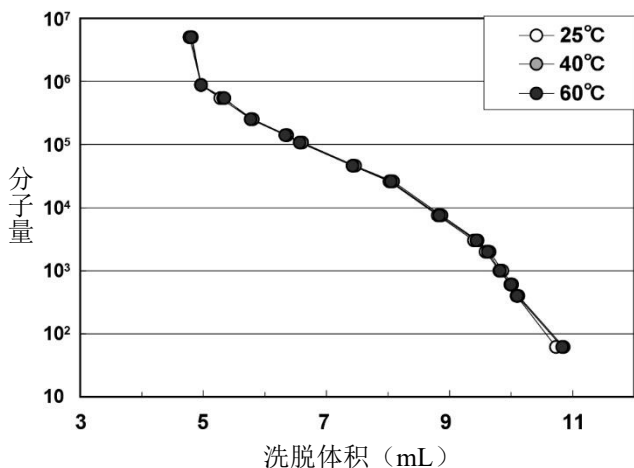


图-5 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP 的校正曲线的温度依赖关系

色谱柱: TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP  
(7.8 mmI.D.×30 cm)

流动相: 0.1 mol/L 硝酸钠

流速: 1.0 mL/min

温度: 25、40、60 °C

样品: 标准聚氧化乙烯、聚乙二醇及乙二醇

进样量: 100 μL

### 4-2. 流动相的 pH 依赖关系

图-6 是使用 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP, 以 0.1 mol/L 醋酸缓冲液为流动相, 标准聚氧乙烯校正曲线随流动相 pH 变化的关系。

结果显示, 在 pH 4.5~8.3 的范围内, 校正曲线无明显变化。

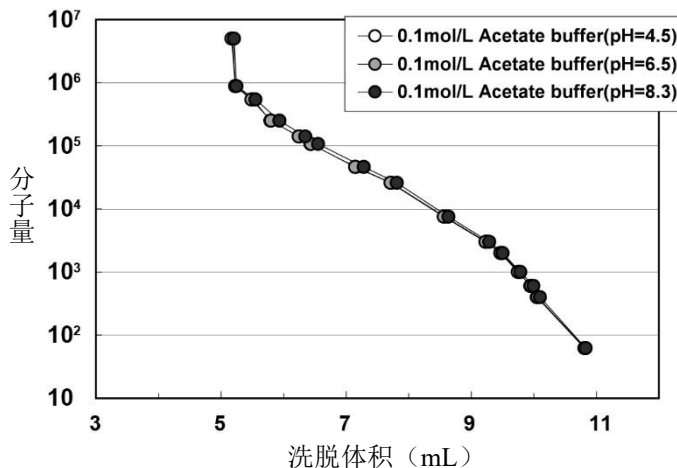


图-6 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP 的校正曲线的流动相中 pH 依赖关系

色谱柱: TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP  
(7.8 mmI.D.×30 cm)

流动相: 0.1 mol/L 醋酸缓冲溶液  
(pH=4.5, 6.5, 8.3)

流速: 1.0 mL/min

温度: 25 °C

样品: 标准聚氧化乙烯、聚乙二醇及乙二醇

进样量: 100 μL

### 4-3. 流动相中有机溶剂浓度的影响

使用 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP 色谱柱，在 0.1 mol/L 硝酸钠流动相中添加乙腈，考察乙腈浓度对校正曲线的影响，其结果如图-7 所示。实验发现，在乙腈浓度为 0~20% 的范围内，未观察到对校正曲线有明显影响；但随着乙腈浓度升高，标准样品的洗脱会加快，整个校正曲线出现向低分子量方向偏移的趋势。

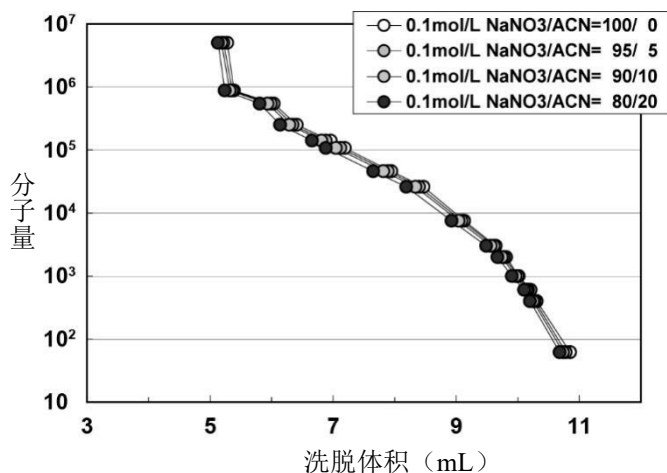


图-7 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP 的校正曲线的流动相中有机溶剂浓度的影响

色谱柱：TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP  
(7.8 mmI.D.×30 cm)  
流动相：0.1 mol/L 硝酸钠/乙腈=0/100~20/80  
流速：1.0 mL/min  
温度：25 °C  
样品：标准聚氧化乙烯、聚乙二醇及乙二醇  
进样量：100 μL

### 4-4. 测定流速依赖关系

使用 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP，以 0.1 mol/L 硝酸钠水溶液作为流动相，考察标准聚氧化乙烯的校正曲线对测定流速的依赖关系，其结果如图-8 所示。从结果可知，在 0.25~1.0 mL/min 的范围内，校正曲线无明显变化。

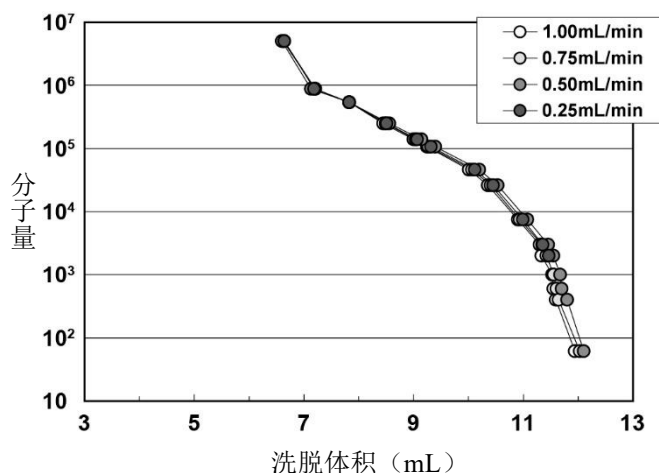


图-8 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP 的校正曲线的测定流速依赖关系

色谱柱：TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP  
(7.8 mmI.D.×30 cm)  
流动相：0.1 mol/L 硝酸钠  
流速：0.25~1.0 mL/min  
温度：25 °C  
样品：标准聚氧化乙烯、聚乙二醇及乙二醇  
进样量：100 μL

## 5. 阳离子聚合物的洗脱特性

### 5-1. 与市售 SEC 色谱柱的洗脱对比

使用 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP、TSKgel G5000PW<sub>XL</sub> 及市售水溶性 SEC 色谱柱，在温和流动相条件（中性低盐浓度流动相：0.1 mol/L 硝酸钠水溶液）下，对阳离子聚合物——聚烯丙基胺盐酸盐（PAA-HCl）的洗脱特性进行比较，其结果如图-9 所示。

使用 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub> 和市售水溶性 SEC 色谱柱时，阳离子聚合物 PAA-HCl 因吸附现象而完全无法洗脱，但使用 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP 时，则得到了良好的洗脱色谱图。

图-10 是使用 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP 和 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>，在与图-9 相同的流动相条件（0.1 mol/L 硝酸钠水溶液）下，用光散射检测器（MALS）测定 PAA-HCl 所得的色谱图。

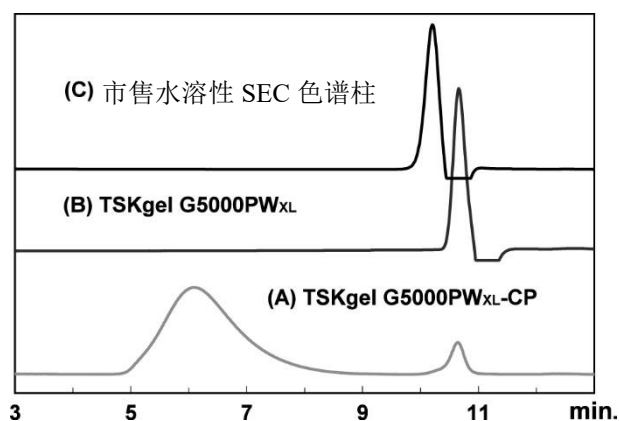


图-9 使用 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP 与现有产品分析 PAA-HCl 的色谱对比图

色谱柱：(A) TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP  
(7.8 mmI.D.×30 cm)  
(B) TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>  
(7.8 mmI.D.×30 cm)  
(C) 市售水溶性 SEC 色谱柱  
(7.8 mmI.D.×30 cm)

流动相：0.1 mol/L 硝酸钠

流速：1.0 mL/min

检测器：RI

温度：25 °C

样品：聚烯丙基胺盐酸盐（PAA-HCl）（3 g/L）

进样量：100 μL

使用 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub> 时，MALS 检测器并未检测到 PAA-HCl，证实了样品因吸附现象而无法洗脱。

水相 SEC 色谱柱为了抑制与阳离子聚合物之间的静电相互作用，通常会采用高盐浓度流动相。

图-11 是使用市售水相 SEC 色谱柱，在高盐浓度流动相条件（0.5 mol/L 醋酸+0.1 mol/L 硝酸钠水溶液）下，重复测定 PAA-HCl 所得的色谱图。在该流动相条件下，虽然能确认到阳离子聚合物的洗脱，但在进样次数较少的阶段，样品回收率偏低，测定再现性也不够理想。

图-12 展示了使用 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列各色谱柱，在 0.1 mol/L 硝酸钠水溶液条件下分析 PAA-HCl 的洗脱特性，并同时给出了回收率及由 SEC 法测得的重均分子量（M<sub>w</sub>）数据。所有型号均实现了 97% 以上的回收率，同时分子量测定结果准确可靠。

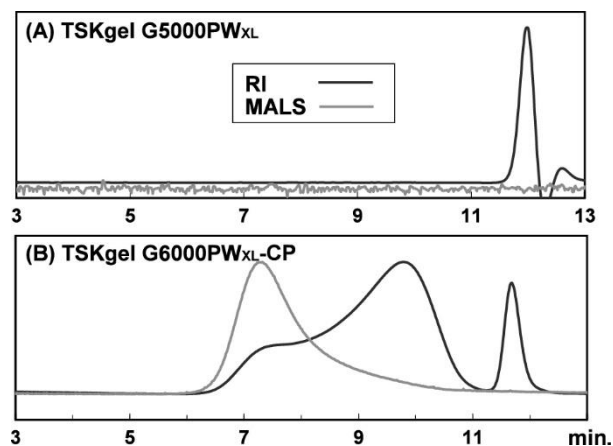


图-10 使用 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP 与 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub> 分析 PAA-HCl 的色谱对比图

色谱柱：(A) TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>  
(7.8 mmI.D.×30 cm)  
(B) TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP  
(7.8 mmI.D.×30 cm)

流动相：0.1 mol/L 硝酸钠

流速：1.0 mL/min

检测：MALS (DAWN HELEOS)、RI

温度：40 °C

样品：聚烯丙基胺盐酸盐（PAA-HCl）（3 g/L）

进样量：100 μL

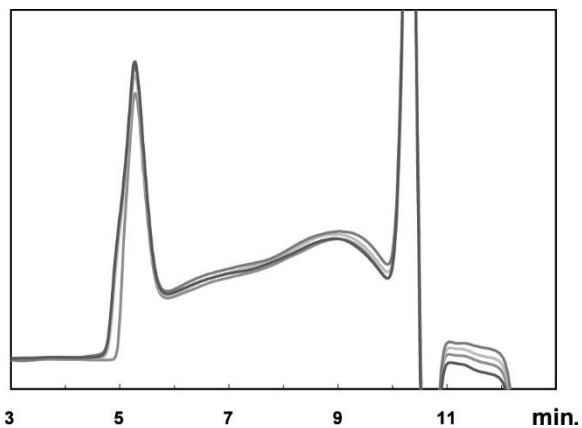


图-11 市售水溶性 SEC 色谱柱在高盐浓度流动相条件下测定 PAA-HCl 的色谱图及分子量数据

色谱柱：市售水溶性 SEC 色谱柱  
(7.8 mmI.D.×30 cm)

流动相：0.5 mol/L 醋酸+0.1 mol/L 硝酸钠

流速：1.0 mL/min

检测器：RI

温度：25 °C

样品：聚烯丙基胺盐酸盐 (PAA-HCl) (3 g/L)

进样量：100 μL

进样 No.	Mw	区域	回收 (%)
1	151,000	8,866	91
2	156,000	9,545	98
3	3,300,000	9,650	99
4	3,480,000	9,742	99.6
5	3,510,000	9,778	

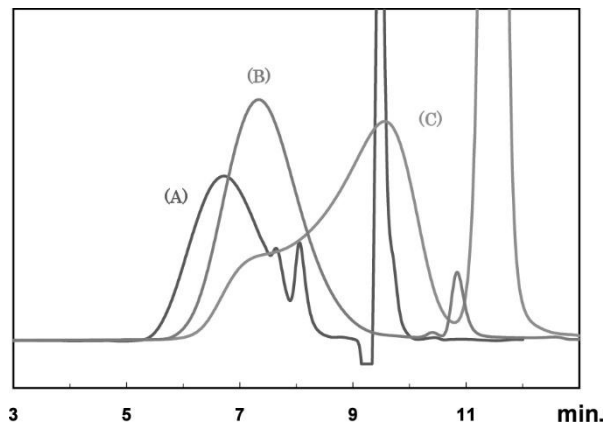


图-12 使用 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 分析 PAA-HCl 的色谱图

色谱柱：(A) TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP

(7.8 mmI.D.×30 cm)

(B) TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP

(7.8 mmI.D.×30 cm)

(C) TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP

(7.8 mmI.D.×30 cm)

流动相：0.1 mol/L 硝酸钠

流速：1.0 mL/min

检测器：RI

温度：25 °C

样品：聚烯丙基胺盐酸盐 (PAA-HCl) (3 g/L)  
100 μL

(A) PAA - HCl - 01

(B) PAA - H - HCl

(C) PAA - HCl - 10S

型号	Mw	回收 (%)
TSKgel G3000PW <sub>XL</sub> -CP	6,500	100.2
TSKgel G5000PW <sub>XL</sub> -CP	168,000	98.8
TSKgel G6000PW <sub>XL</sub> -CP	455,000	97.4

## 5-2. 测定重现性

图-13 是使用 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP, 在 0.1 mol/L 硝酸钠水溶液条件下, 考察 PAA-HCl 的日内重现性结果。

可以看出, 样品从首次测定开始便表现出高回收率, 色谱图与 SEC 法测得的重均分子量 (Mw) 均具有优异的测定重现性。

另一方面, 如图-14 所示, 从 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub> 的测定重现性数据可以看出, 在该条件下, 即使重复进样也未观察到样品洗脱峰, 表明样品发生了极强的吸附现象。

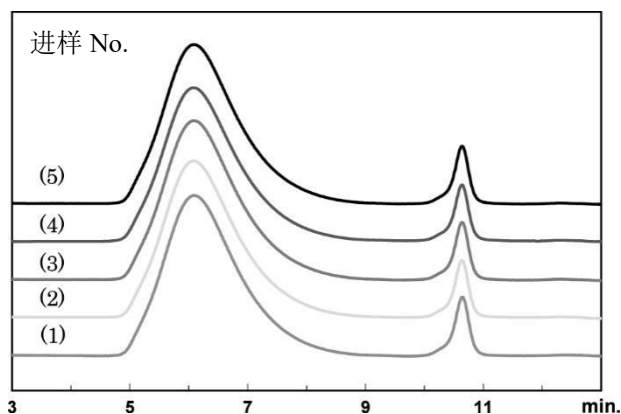


图-13 使用 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP 分析 PAA-HCl 的测定重现性 (当天)

色谱柱: TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP  
(7.8 mmI.D.×30 cm)  
流动相: 0.1 mol/L 硝酸钠  
流 速: 1.0 mL/min  
检测器: RI  
温 度: 25 °C  
样 品: 聚烯丙基胺盐酸盐 (PAA-HCl) (0.3%)  
进样量: 100 μL

进样 No.	Mw	回收 (%)
1	168,000	98.8
2	169,000	99.1
3	168,000	99.1
4	170,000	99.3
5	170,000	99.2

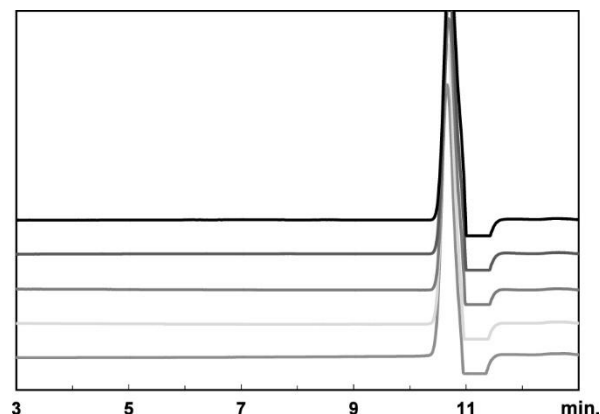


图-14 使用 TSKgel G5000PW<sub>XL</sub> 分析 PAA-HCl 的测定重现性 (当天)

色谱柱: TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>  
(7.8 mmI.D.×30 cm)  
流动相: 0.1 mol/L 硝酸钠  
流 速: 1.0 mL/min  
检测器: RI  
温 度: 25 °C  
样 品: 聚烯丙基胺盐酸盐 (PAA-HCl) (0.3%)  
进样量: 100 μL

### 5-3. 各种阳离子聚合物的测定示例

图-15 是使用 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP 测定各种聚乙烯亚胺和聚烯丙基胺盐酸盐的色谱图。图-16 是使用 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP 测定不同分子量聚烯丙基胺盐酸盐的色谱图。

可以看出，在任意一种条件下，从首次测定开始即获得了良好的色谱图，样品按分子量从大到小（分子尺寸从大到小）的顺序依次洗脱，实现了正常的 SEC 洗脱。

图-17 是使用连接了 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP、TSKgel G5000PW<sub>XL</sub>-CP 和 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP 的色谱柱系统，对不同分子量、不同特性的各类阳离子聚合物进行测定所得的色谱图叠加图。

可以看出，使用 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 系列可对各种不同特性的阳离子聚合物进行良好的 SEC 测定。

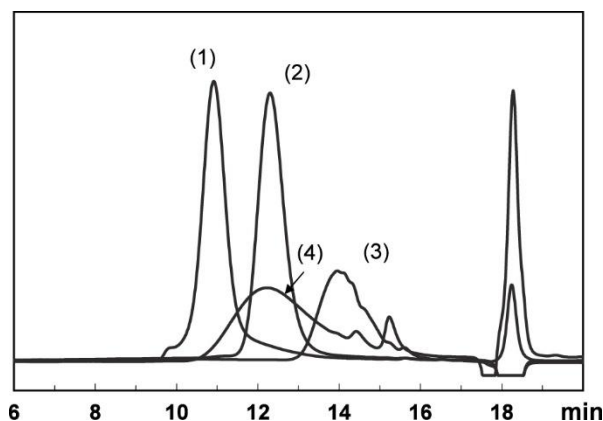


图-15 使用 TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP 测定阳离子聚合物的色谱图

色谱柱： TSKgel G3000PW<sub>XL</sub>-CP  
 (7.8 mmI.D.×30 cm×2)  
 流动相： 0.1 mol/L 硝酸钠  
 流速： 1.0 mL/min  
 检测器： RI  
 温度： 25 °C  
 样品： 阳离子聚合物 (3 g/L) 100μL  
 (1) 聚乙烯亚胺 (10000)  
 (2) 聚乙烯亚胺 (1800)  
 (3) 聚乙烯亚胺 (300)  
 (4) 聚烯丙基胺盐酸盐

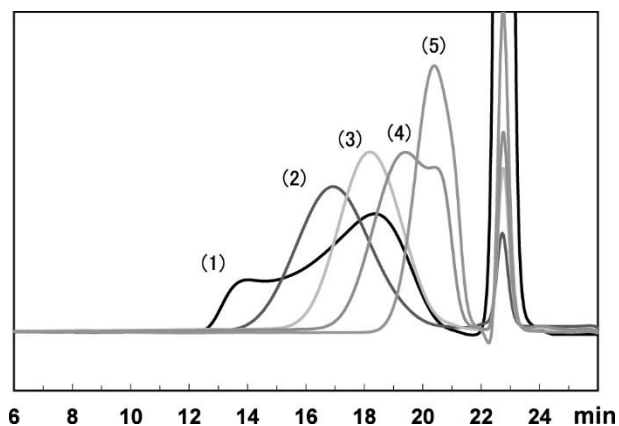


图-16 使用 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP 测定各种聚烯丙基胺盐酸盐的色谱图

色谱柱： TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP  
 (7.8 mmI.D.×30 cm×2)  
 流动相： 0.1 mol/L 硝酸钠  
 流速： 1.0 mL/min  
 检测器： RI  
 温度： 25 °C  
 样品： 聚烯丙基胺盐酸盐 (3 g/L) 100 μL  
 (1) PAA-HCl  
 (2) PAA-H-HCl  
 (3) PAA-HCl-3L  
 (4) PAA-HCl-05  
 (5) PAA-HCl-01

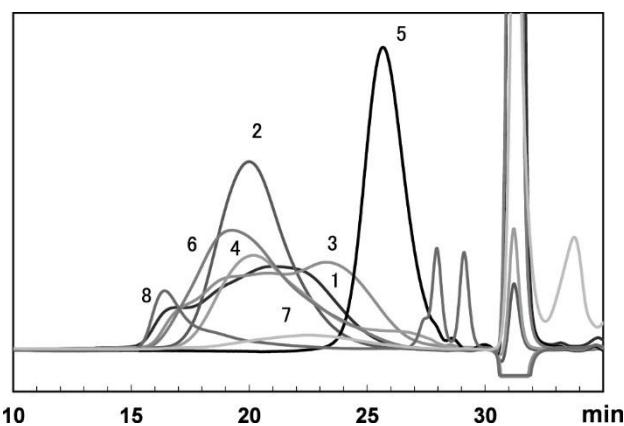


图-17 使用 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 测定各种阳离子聚合物的色谱图

色谱柱： TSKgel G (6000+5000+3000)  
 PW<sub>XL</sub>-CP (7.8 mmI.D.×30 cm×3)  
 流动相： 0.1 mol/L 硝酸钠  
 流速： 1.0 mL/min  
 检测器： RI  
 温度： 25 °C  
 样品： 阳离子聚合物 (3 g/L) 100μL  
 (1) 聚烯丙基胺盐酸盐 (PAA-HCl)  
 (2) 聚烯丙基胺盐酸盐 (PAA-H-10C)  
 (3) 聚乙烯亚胺  
 (4) 聚二烯丙基二甲基氯化铵  
 (5) 聚二烯丙基二甲基氯化铵 / 二氧化硫共聚物  
 (6) 聚二烯丙基二甲基氯化铵 / 聚丙烯酰胺共聚物  
 (7) 阳离子化葡聚糖  
 (8) 壳聚糖

## 6. 通过 SEC-MALS 法测定阳离子聚合物的绝对分子量

使用 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 色谱柱以 SEC-MALS(多角度光散射检测器)法分析了各类阳离子聚合物的绝对分子量及回转半径。

### 6-1. 聚二烯丙基二甲基氯化铵的绝对分子量

使用 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP, 以 0.1 mol/L 硝酸钠水溶液作为流动相, 采用 SEC-MALS (多角度光散射检测器) 法测定聚二烯丙基二甲基氯化铵 (PDADM-NH<sub>4</sub>Cl) 的色谱图 (RI) 和绝对分子量 (MALS) 数据, 其结果如图-18 所示。

图-19 展示了绝对分子量与回转半径的关系。从这些结果可以看出, 样品从分子尺寸较大的高分子量组分开始依次洗脱, 实现了良好的 SEC 分离。此外, 绝对分子量与回转半径也呈现出良好的相关性。

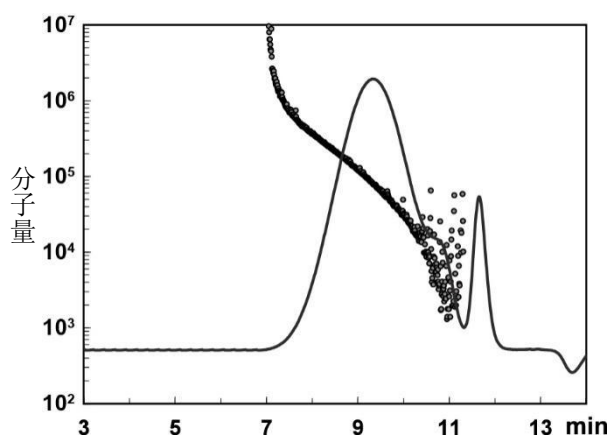


图-18 使用 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP 分析 PDADM-NH<sub>4</sub>Cl 的洗脱色谱图和绝对分子量

色谱柱: TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP  
(7.8 mmI.D.×30 cm)

流动相: 0.1 mol/L 硝酸钠

流速: 1.0 mL/min

检测: MALS (DAWN HELEOS)、RI

温度: 40 °C

样品: 聚二烯丙基二甲基氯化铵 (1 g/L) 100 μL

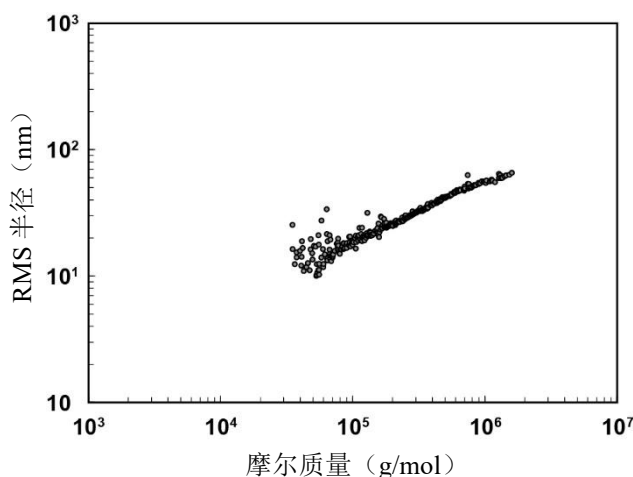


图-19 使用 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP 分析 PDADM-NH<sub>4</sub>Cl 的绝对分子量与回转半径的关系

样品: 聚二烯丙基二甲基氯化铵 (1 g/L) 100 μL

## 6-2. PDADM-NH<sub>4</sub>Cl 共聚物的绝对分子量

在与图-19 相同的条件下,对 PDADM-NH<sub>4</sub>Cl 与丙烯酰胺的共聚物以及 PDADM-NH<sub>4</sub>Cl 与二氧化硫的共聚物进行了绝对分子量测定。

绝对分子量与回转半径的关系如图-20 所示。可以看出,两种共聚物均可正常完成 SEC 分离。

从此处获得的数据可知,两种共聚物的绝对分子量大致相当(约 20 万),但回转半径方面,与丙烯酰胺的共聚物约为另一种共聚物的 1.5 倍。

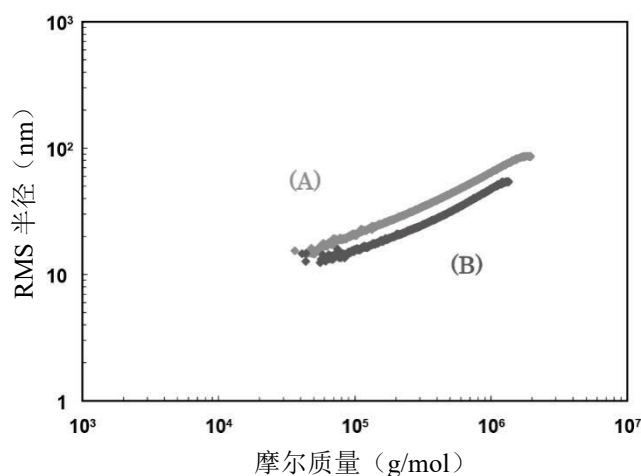


图-20 使用 TSKgel G6000PW<sub>XL</sub>-CP 分析 PDADM-NH<sub>4</sub>Cl 共聚物的绝对分子量与回旋半径的关系

样品: (A) PDADM-NH<sub>4</sub>Cl / 丙烯酰胺共聚物  
(1 g/L) 100  $\mu$ L  
(B) PDADM-NH<sub>4</sub>Cl / 二氧化硫共聚物  
(1 g/L) 100  $\mu$ L

## 7. 结束语

在此之前,在进行水溶性阳离子聚合物的 SEC 测定时,由于无法充分抑制样品与填料之间的静电相互作用,往往难以实现正常的 SEC 测定。

为了解决这类难题,我们采用了新方法对填料表面的离子特性进行了改良,并确认了:即使在中性低盐浓度的流动相条件下,也能对阳离子聚合物进行重现性良好的测定。

此外,从通过 SEC-MALS 法获得的绝对分子量数据来看,也证实了该系列色谱柱能够正常完成 SEC 分离。

我们期待通过使用 TSKgel PW<sub>XL</sub>-CP 色谱柱,能为各类阳离子聚合物的测定提供有力支持。



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

邮箱：[info.tbs@tosoh.com.cn](mailto:info.tbs@tosoh.com.cn)

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