



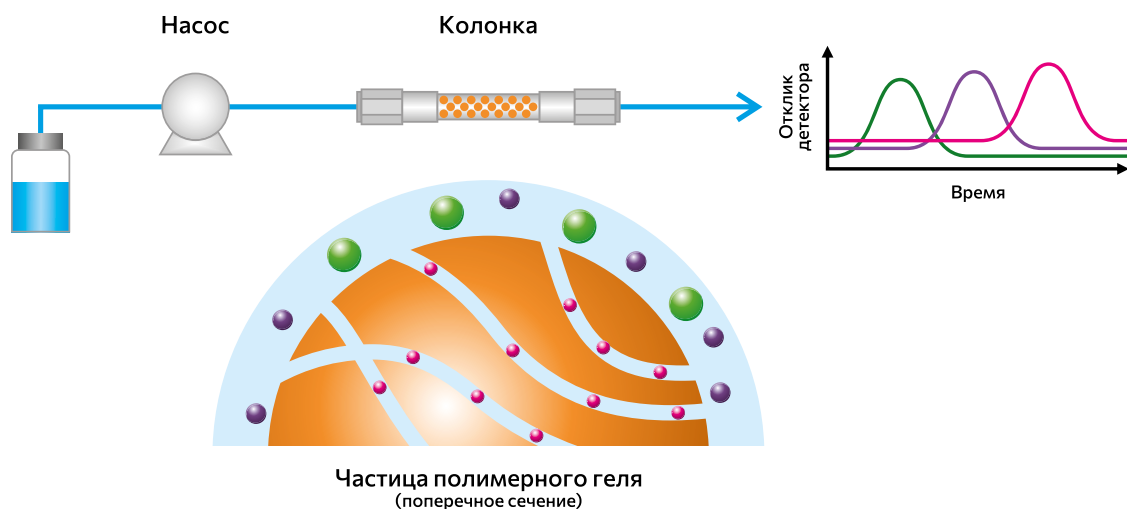
Жидкостный хроматограф

Скороход

**Для анализа полимеров
методом эксклюзионной
хроматографии**

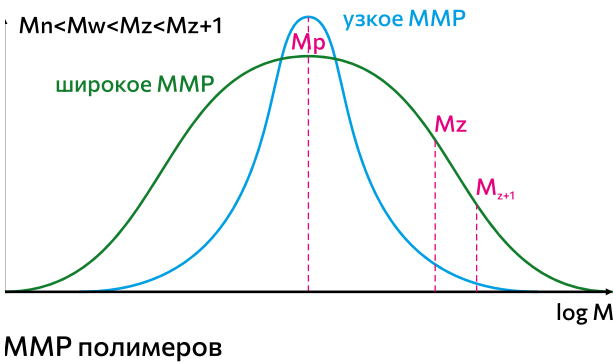
Жидкостный хроматограф «Скороход» для анализа полимеров методом эксклюзионной хроматографии

Гель-проникающая (ГПХ), гель-фильтрационная хроматография (ГФХ) или эксклюзионная хроматография – это разновидность жидкостной хроматографии, которая позволяет разделять макромолекулы по размерам их клубков в растворе при прохождении через пористый сорбент. Причем размер пор сорбента определяет диапазон разделяемых молекулярных масс (размеров макромолекулярных клубков). Основным отличием эксклюзионной хроматографии от адсорбционной является отсутствие всяких взаимодействий разделяемых молекул с поверхностью сорбента.



Разделение происходит от больших клубков к малым только благодаря различию в гидродинамических размерах, и как следствие, различной способности макромолекул проникать в поры сорбента.

ГПХ является одним из основных методов характеристики полимерных и олигомерных продуктов, так как позволяет **одновременно определять средние моменты молекулярных масс (M_n , M_w , M_z , M_{z+1} и т.д.) и молекулярно-массовое распределение (ММР).** В свою очередь, физико-механические свойства, способы переработки и область применения полимеров зачастую зависят именно от этих параметров. В таблице ниже представлены корреляции основных вязкоупругих и физико-механических свойств полимеров в зависимости от изменения ММ и ММР.



	Предел прочности	Растяжение	Предел текучести	Прочность	Хрупкость	Твердость
ММ ↑	+	+	+	+	+	+
ММР ↓	+	-	-	+	-	-

	Стойкость к истиранию	Температура размягчения	Вязкость расплава	Адгезия	Химическая устойчивость	Растворимость
ММ ↑	+	+	+	-	+	+
ММР ↓	+	+	+	-	+	0

«+» – улучшение показателя; «-» –ухудшение показателя; 0 –незначительное влияние

Таким образом, ГПХ является незаменимым инструментом при разработке новых полимерных материалов, синтезе, производстве и контроле качества полимеров в разных областях промышленности, а также вкупе с другими аналитическими методами – при мониторинге загрязнений объектов окружающей среды или пищевых продуктов. В серии ВЭЖХ «Скороход» для ГПХ доступны как аналитические, так и препаративные системы для выделения и фракционирования полимеров.

Области применения ГПХ полимеров



Фармацевтическая промышленность (ОФС.1.2.1.2.0007)

- Связующие: ПВП, ПЭГ, пектин, хитозан, метилцеллюлоза, крахмал.
- Оболочки: желатин, сложные эфиры целлюлозы, ПЭГ, ГПМЦ.
- Дезинтегранты: карбоксиметилцеллюлоза, циклодекстрин, крахмал.
- Агенты для контролируемой доставки лекарств: поликапролактан, сополимеры полилактида и гликолида, этилцеллюлоза, метакриловые сополимеры.
- Загустители: гидроксипропилцеллюлоза.



Пищевая промышленность

- Пищевые добавки: пектин, карбоксиметилцеллюлоза, крахмал, пуллулан, декстран, желатин, камедь, гуммиарабик.
- Ароматизаторы: мальтодекстрин.
- Глицидиловые эфиры в растительных маслах: моно-, ди- и триглицериды.
- Восковые покрытия: пчелиный воск, парафин, карнаубский воск.



Нефтехимическая и полимерная промышленность

- Добавки в буровые растворы: гуаровые смолы и их производные.
- Полимеры инженерного назначения: ПЭЭК, ПБТ, ПЭТФ.
- Эластомеры: полибутадиен, полиизопрен, полистирол-бутадиеновый каучук, ПДМС.
- Термопласты: полистирол, ПВХ, сложные полиэфиры (ПЭТФ), полиамиды, полиимиды, поликарбонаты, полиуретаны, полиакрилаты (ПММА), АБС-пластики, полифениленоксид, полифениленсульфид, ПТФЭ, полиацетали (ПФЛ или ПОМ).
- Смолы: эпоксидные смолы, алкидные смолы, фенол-формальдегидные смолы, меламиновые смолы, полиолы.



Экологический мониторинг

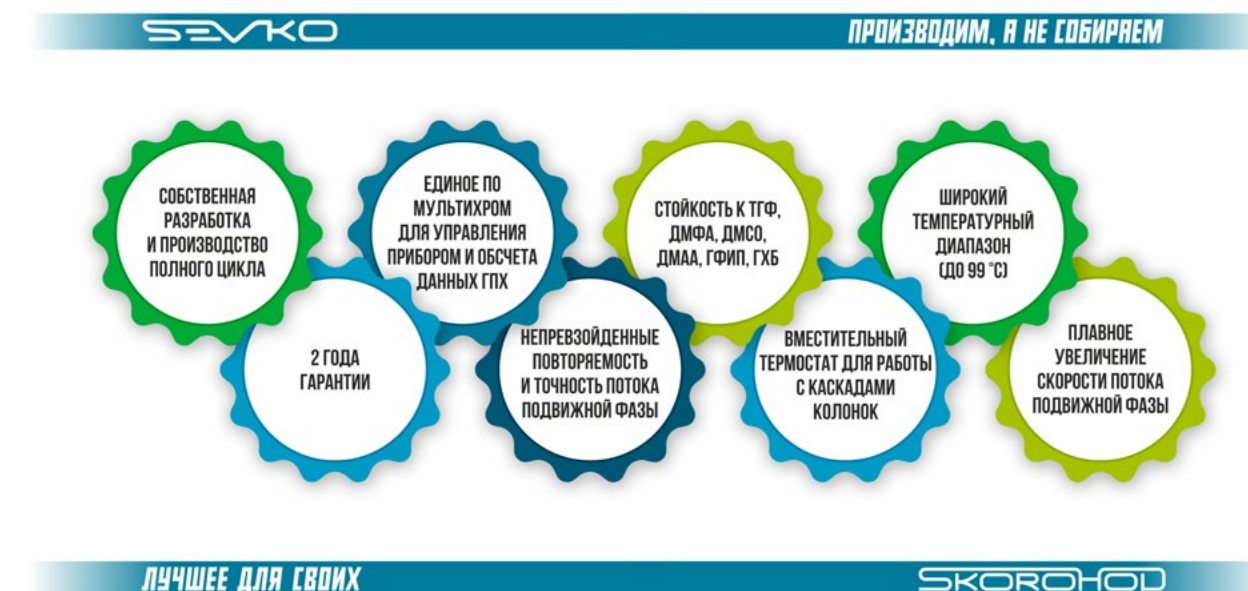
- Микропластик: выделение фракций микропластика (полистирол, ПВХ, ПЭТФ, полиуретаны, полиакрилаты и др.) из почвы или воды и их последующий анализ.

Научные изыскания

- Синтез, выделение и фракционирование новых полимерных продуктов.

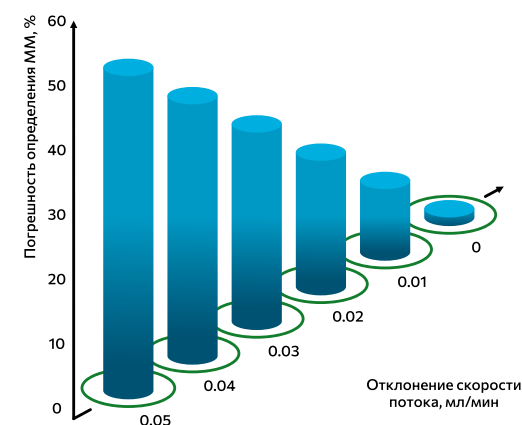
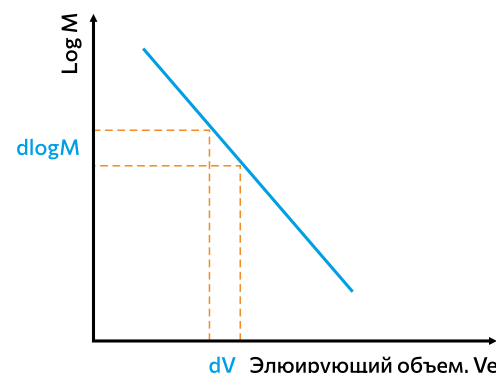
Почему не всякий ВЭЖХ подходит для ГПХ? «Скороход» - всё продумано до мелочей

Несмотря на то, что базово жидкостной хроматограф для ГПХ полимеров состоит из тех же основных компонентов, что и любой ВЭЖХ, тем не менее фундаментальные особенности метода накладывают на них свой «отпечаток».



НАСОСЫ ДЛЯ ГПХ ПОЛИМЕРОВ

Поскольку в методе ГПХ ММ определяется из калибровочной кривой, представляющей из себя зависимость **десятичного логарифма** от элюирующего объема (времени удерживания), то к точности и повторяемости потока подвижной фазы предъявляются очень высокие требования. Так, эксперименты с маркером потока показывают, что отклонение скорости потока подвижной фазы от заданного всего в $\pm 0,5\%$ приводит уже **к 10% погрешности в определении M_w** , отклонение $\pm 1\%$ – **к погрешности на уровне 20%**. Обычно ГПХ полимеров длится от 45 минут до нескольких часов, и важно не только поддерживать постоянную скорость потока подвижной фазы на протяжении всего этого времени, но и максимально близкую к установленной во избежание ошибок в определении ММ посредством калибровочной кривой. Любые, даже кратковременные флуктуации потока подвижной фазы при построении калибровочной кривой, а также анализе реальных полимерных образцов приведут к неправильному определению ММ.

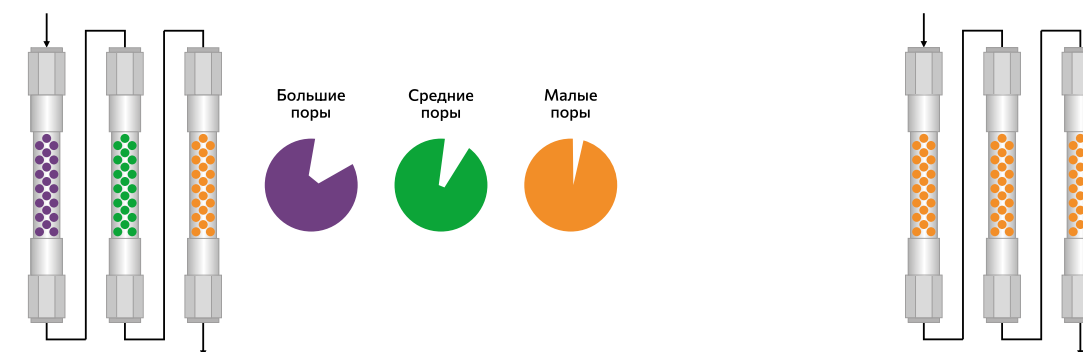


Серия ВЭЖХ «Скорострел» предлагает прецизионный насос с **непревзойденной точностью установки скорости потока подвижной фазы $\pm 0,15\%$** . Такой высокий показатель является следствием чрезвычайно точно изготовленных на собственном производстве механических компонентов привода насоса (кулачкового вала, ползунов). **Повторяемость скорости потока 0,06% ОСКО** (на уровне ВЭЖХ Shimadzu Thermo) позволяет получать одинаковые результаты определения молекулярной массы из раза в раз. Кроме того, в насосе Скорострел предусмотрена возможность **постепенного увеличения скорости потока подвижной фазы** до заданного, что позволяет предотвратить резкий скачок давления, и как следствие, необратимое повреждение частиц мягкого полимерного геля либо его упаковки в колонке.

ВМЕСТИМОСТЬ ТЕРМОСТАТА КОЛОНОК ДЛЯ ГПХ ПОЛИМЕРОВ

В ГПХ полимеров обычно используется 2 и более колонок, соединенных последовательно, для улучшения разрешения полимерных фракций. Дело в том, что чем больше ожидаемая ММ разделяемых полимерных фракций, тем более крупнозернистые колонки необходимо использовать, чтобы избежать сдвиговых деформаций полимерного клубка, и как следствие, неправильного определения ММ.

Для компенсации ухудшения разрешения при использовании крупных зерен сорбента используются каскады из одинаковых колонок. Кроме того, используя колонки с разным размером пор, соединенные последовательно, можно перекрыть широкий диапазон определяемых ММ.



При этом нужно иметь в виду, что типовой размер аналитической колонки для ГПХ – 300 мм. Таким образом, **для проведения ГПХ полимеров колоночные термостаты должны вмещать не менее 4-х колонок длиной 300 мм**, что с легкостью позволяет интегрированный в насос стандартный термостат из серии «Скорострел».



Размер частиц	Количество колонок
20 мкм	4
13 мкм	3
10 мкм	3
8 мкм	3
5 мкм	2
3 мкм	2

Высокие температуры

Поддержание повышенных температур является необходимостью при проведении ГПХ полимеров и преследует несколько целей.

- Уменьшение вязкости элюентов и улучшение разрешения
- Уменьшение давления в системе для предотвращения возможного повреждения колонок
- Растворение полимеров

Элюент	Рекомендуемая температура
ТГФ, Вода, Хлороформ, Толуол, ГФИП	30 – 40 °С
ДМФА, ДМСО, ДМАА, НМП	60 – 90 °С

Термостаты колонок из серии «Скороход» поддерживают температуры вплоть до 99°C и позволяют проводить ГПХ полимеров любой химической природы, исключая полиолефины, для которых применяются специализированные высокотемпературные ГПХ-системы.

Стабильность поддержания температуры

Стабильность поддержания температуры колонок не менее важна, чем постоянство и точность скорости потока во избежание систематических ошибок при определении ММ. Флуктуации температуры приводят к изменению времени удерживания, и как следствие, неправильному определению ММ. При проведении анализа методом ГПХ важно быть уверенным, что температуры колонок при построении калибровочной зависимости и измерении реальных образцов идентичны. **Стабильность поддержания температуры термостатов колонок из серии «Скороход» составляет ±0.1°C** и исключает сдвиги времен удерживания.

СТОЙКОСТЬ МАТЕРИАЛОВ К АГРЕССИВНЫМ РАСТВОРИТЕЛЯМ

Все материалы, используемые в конструкции Скорохода, **обладают инертностью даже к специфическим растворителям**, таким как ТГФ, хлороформ, толуол, ДМФА, ДМСО, ДМАА, ГФИП, применяемыми в ГПХ органорастворимых полимеров, а также к растворителям обращенной и нормальной фазы.

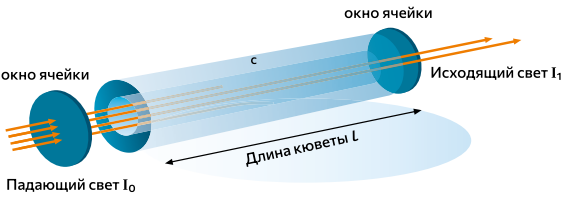
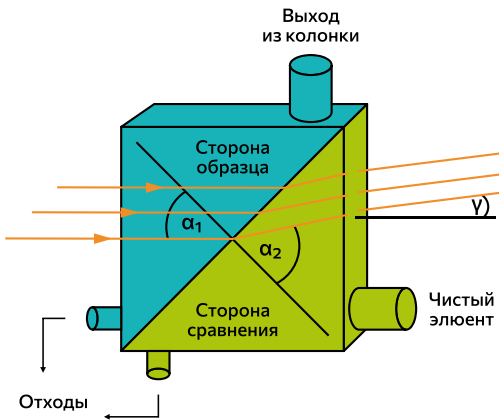
Уплотнения плунжеров, роторы кранов высокого и низкого давления, колпачки обратных клапанов сделаны из стойких полимерных материалов (фторированных полимеров и полиаириленов). **Камеры дегазации и вакуумный насос дегазатора являются собственной разработкой**, что уникально даже по меркам крупнейших западных производителей (Shimadzu, Agilent, Thermo, Waters). Они **не содержат в своем составе ПЭЭК**, как камеры Systec (США) или Flom (Япония) в своем стандартном исполнении, которыми комплектуются все другие ВЭЖХ-системы.



Полная локализация даже этих нишевых компонентов на семейном предприятии Sevko&Co, позволяет не только работать с любыми органическими растворителями, но и не зависеть от самых дорогих западных комплектующих в составе любой ВЭЖХ-системы (камер дегазации и вакуумного насоса), требующих периодической замены, при этом получить выигрыш в универсализации.

Детекторы для ГПХ полимеров

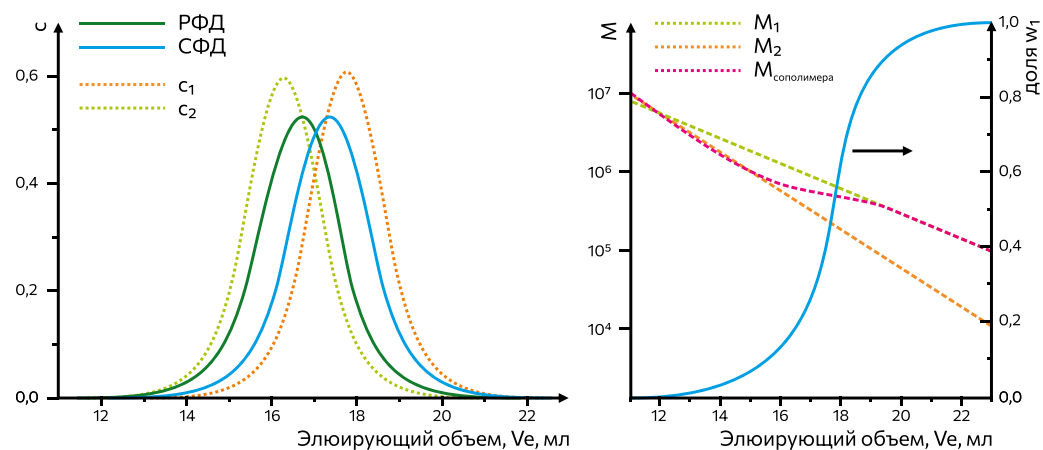
В серии ВЭЖХ «Скороход» предлагаются **концентрационные детекторы** для определения ММ полимеров из калибровочной зависимости относительно стандартных образцов с известной ММ. Эти детекторы позволяют определить количество полимера, элюируемого из колонки в каждый момент времени.



$$I = K_d \times \sum_i (K_{обр} \times C_{обр} \times M^x)$$

x = 0;
K_{обр} = dn/dc (инкремент показателя преломления) для РФД;
K_{обр} = χ (коэффициент экстинкции) для СФД/ДМД;

Помимо классического универсального рефрактометрического детектора, в линейке предлагаются **структурно-селективные фотометрические детекторы**. Они могут выступать не только в качестве более чувствительных концентрационных при анализе полимеров, содержащих хромофорные группы, но и использоваться для определения молекулярно-массовых характеристик сополимеров и их композиционного состава в комбинации с РФД.



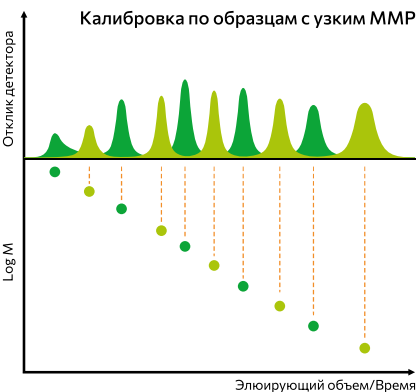
Количественный анализ блок-сополимера

$$RFD = k_1^{RFD} \times c_1 + k_2^{RFD} \times c_2$$
$$SFD = k_1^{SFD} \times c_1 + k_2^{SFD} \times c_2$$

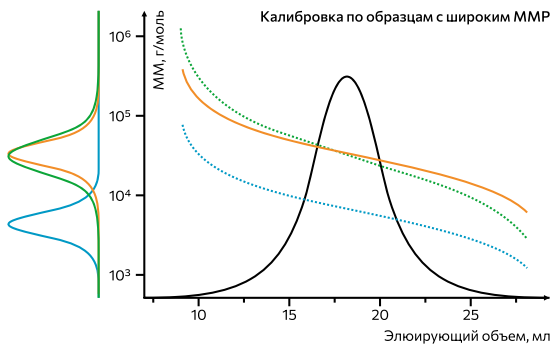
$$w_1 = \frac{c_1}{c_1 + c_2}$$

Программное обеспечение для ГПХ полимеров

- Сбор и регистрация результатов эксклюзионной хроматографии.
- Выполнение градуировки хроматографической системы методами узких и широких фракций.
- Определение молекулярно-массового распределения (ММР) анализируемой пробы, средне-взвешенного и среднечисленного значений молекулярной массы (Mw, Mn, Mz, Mz+1) путем суммирования по всем интервалам, на которые разбивается анализируемая область хроматограммы.
- Определение средневзвешенного и среднечисленного значений молекулярной массы для наиболее легкой и наиболее тяжелой фракций исследуемого образца, которые выделяются пределами, задаваемыми пользователем.
- Таблица величин Mn и Mw по временным срезам с заданным интервалом времени.



Построение калибровки по образцам с узким ММР



Построение калибровки по образцам с узким и широким ММР
(подбор коэффициентов k - ордината и α - угол наклона в уравнении МКХ)

Насосы серии НЖХ-1000

	Аналитические	Полупрепаративные	Препаративные
Тип	Последовательный плунжерный		Параллельный плунжерный
Элюирование	- Изократическое - По 4-м компонентам на стороне низкого давления - По 2-м компонентам на стороне высокого давления		
Исполнение	Нержавеющая сталь или инертное (ПЭЭК)		
Максимальное рабочее давление	65 МПа или 35 МПа	30 МПа (при максимальной скорости потока)	
Диапазон скорости потока	0,001 – 10 мл/мин	0,001 –40 мл/мин	0,001 – 150 мл/мин
Повторяемость скорости потока	0,06 % ОСКО		
Точность установки скорости потока	± 0,15 %		
Пульсации давления	≤ 1 %		
Точность формирования градиента	± 0,5 %		
Рабочий диапазон pH	1-14		
Автоматическая система промывки плунжерного пространства	Есть		
Опции			
- Установка клапана на 2 или 4 канала для создания градиента на стороне низкого давления или автоматического выбора растворителя - Формирование градиента на стороне высокого давления при помощи 2-х насосов			
Взаимозаменяемые быстросменные головки в сборе для аналитических и полупрепаративных насосов:			
- микроголовка: 0,001 – 4 мл/мин - аналитическая головка: 0,001 – 10 мл/мин - полупрепаративная головка: 0,001 – 40 мл/мин			

Вакуумные мембранные дегазаторы серии ДМВ-1000

Тип	Безгелиевый вакуумный
Количество каналов	от 1 до 8
Материал камер дегазации	Нержавеющая сталь
Материалы, контактирующие с подвижной фазой	Нержавеющая сталь, фторопласт-4МБ

Лотки для бутылей

Тип	Стандартный
Количество вмещаемых бутылей	6 x 1 л
Количество бутылей в комплекте	от 1 до 4 (1 л)
Количество крышек в комплекте	от 1 до 4, GL-45
Регулятор давления	Нет
Манометр	Нет
Преимущества	—

Технические характеристики

Термостаты колонок серии ТК-1000

	Интегрированный* модуль	Отдельный модуль
Тип	Твердотельный	Воздушно-циркуляционный
Диапазон поддерживаемых температур	(комн. – 10) – 99 °С	
Точность установки температуры	±0.5	
Стабильность поддержания температуры	±0.1	
Максимальная вместимость	4 колонки х 300 мм	6 колонок х 300 мм
Возможность установки переключающих кранов	Нет	Есть, до 2-х штук
Опции		
Предварительный нагрев подвижной фазы до входа в колонку (англ. preheater)		

*Термостат встраивается в насос

Автодозаторы серии АДХ-1000

	АДХ-1000	АДХ-1000Т
Тип	Прямое дозирование пробы из иглы (англ. direct injection, split-loop, flow-through needle, needle-in-loop)	
Исполнение	Нержавеющая сталь или инертное (ПЭЭК)	
Максимальное рабочее давление	65 МПа или 35 МПа	
Диапазон дозирования	0,1 – 100 мкл	
Шаг дозирования	0,01 мкл	
Вместимость	153 вials x 2 мли 3 x 96-луночных планшета	
Термостатирование образцов	Нет	5 – 55 °C
Перекрестное загрязнение	<0,002 %	
Время одного цикла (с промывкой иглы до и после инъекции)	50 с	
Рабочий диапазон pH	1-14	
Функция автоматической пробоподготовки	Разбавление, добавление дериватизирующего агента, внутреннего стандарта, совместная инъекция	
Функция перекрывающихся инъекций	Есть	
Промывка дозирующей линии (игла + петля)	- Непрерывная промывка подвижной фазой внутри - Промывка снаружи промывочной жидкостью - Программирование промывки	
Опции		
Увеличение объема вводимой пробы до 2 500 мкл		
Кастомизированные держатели с автоматическим распознаванием для любых типов сосудов		
Автоматический выбор промывочной жидкости из 3-х		
Установка дополнительного инъекционного крана высокого давления для создания двухканальных схем (одновременное или последовательное дозирование)		

Технические характеристики

Детекторы серии 1000

	СФД-1000	ДМД-1000
Диапазон длин волн	190 – 800 нм	
Длины волн	Переключаемые, 2 длины волны из диапазон	Сканирование спектра
Источники излучения	D2 и W лампы	
Термостатирование оптической схемы и измерительной ячейки	Есть	
Ширина щели	8 нм	Переменная
Встроенная ячейка	10 мм, 12 мкл	
Материал ячейки	Нержавеющая сталь или ПЭЭК	
Частота опроса сигнала	100 Гц	
Точность установки длины волны	± 1 нм	
Линейность	до 2,5 е.о.п.	до 2,0 е.о.п.
Шум	≤2,0 × 10 ⁻⁵ е.о.п.	≤2,5 × 10 ⁻⁵ е.о.п.
Дрейф	≤3,0 × 10 ⁻⁴ е.о.п./ч	
Опции		
Установка микрочеек с длиной оптического пути ≤10 мм		

	РФД-1000
Диапазон показателя преломления	1,00 – 1,75 ед. рефр.
Два независимых контура контроля температуры оптического блока с измерительной ячейкой	Есть
Встроенная ячейка	8 мкл
Максимальное рабочее давление для ячейки	8 МПа
Частота опроса сигнала	100 Гц
Время стабилизации базовой линии	≤ 30 мин
Автоматическое обнуление показаний детектора	Есть
Автоматическая настройка оптического баланса	
Автоматическая промывка ячейки	
Опции	
Установка крана для рецикла и экономии растворителя	

* По запросу доступен детектор испарительного светорассеяния (ELSD).
Подробную информацию уточняйте у вашего менеджера.

 Автоматические коллекторы фракций для любых типов приемных сосудов, переключающие краны, краны для сбора фракций, полуавтоматический ручной инжектор

Для заметок

Blank lined area for notes on page 14.

Для заметок

Blank lined area for notes on page 15.



РАСШИРЯЯ ВОЗМОЖНОСТИ
ЛАБОРАТОРИЙ

**ООО «Е-ЛАБ» - официальный дистрибьютор SEVKO & Co
на территории России, стран СНГ и Грузии.**

119334, г. Москва, ул. Косыгина, д. 13, к. 1
Тел. +7 (495) 933-0-933 | hello@elab.ru | elab.ru
ООО «Е-Лаб» | ИНН 5047273901 | КПП 504701001