ЖИДКОСТНЫЙ ХРОМАТОГРАФ «СКОРОХОД» ДЛЯ ЭКСКЛЮЗИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ПОЛИМЕРОВ

Номер в Госреестре СИ
№ 99448-26

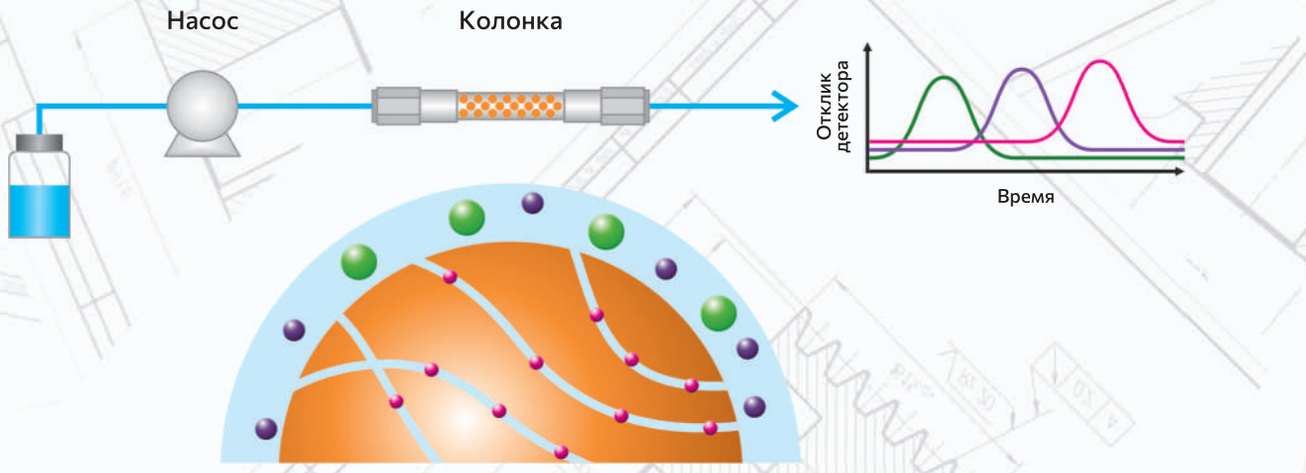


ПРОИЗВОДИМ,
А НЕ СОБИРАЕМ.
ЛУЧШЕЕ – ДЛЯ СВОИХ.

SKOROHOD

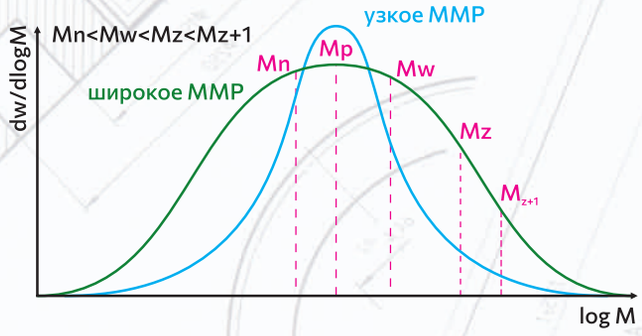
SEVKO

Гель-проникающая (ГПХ), гель-фильтрационная (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.



Частица полимерного геля
(поперечное сечение)

ГПХ является одним из основных методов характеризации 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 зависят именно от этих параметров. В таблице ниже представлены корреляции основных вязкоупругих и физико-механических свойств полимеров в зависимости от изменения ММ и ММР.



ММР полимеров

	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: поликапролактам, сополимеры полилактида и гликолида, этилцеллюлоза, метакриловые сополимеры.
- Загустители: гидроксиэтилцеллюлоза.

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» – ВСЕ ПРОДУМАНО ДО МЕЛОЧЕЙ

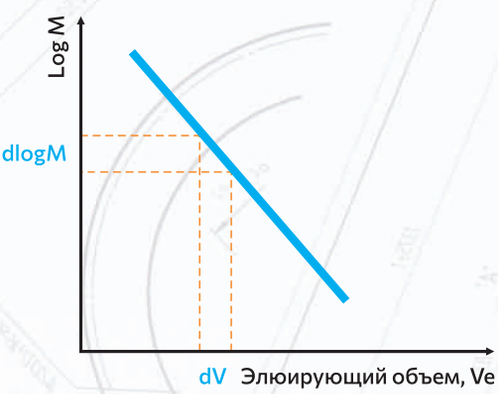
Несмотря на то, что базово жидкостной хроматограф для ГПХ полимеров состоит из тех же основных компонентов, что и любой ВЭЖХ, тем не менее фундаментальные особенности метода накладывают на них свой «отпечаток».

SEVKO ПРОИЗВОДИМ, А НЕ СОБИРАЕМ



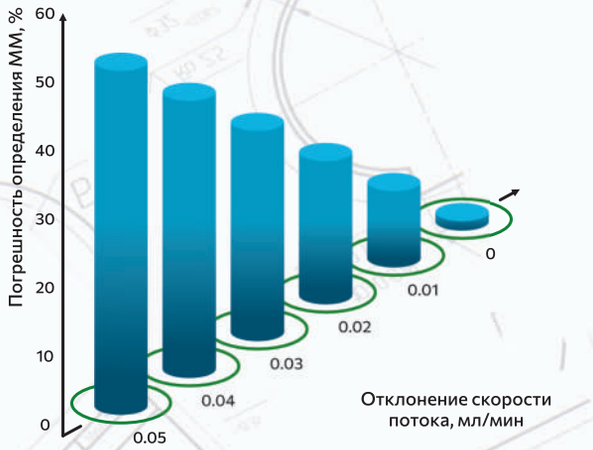
ЛУЧШЕЕ ДЛЯ СВОИХ SKOROHOD

Насосы для ГПХ полимеров



Поскольку в методе ГПХ молекулярная масса (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 ±1 % приводит к погрешности в определении Mw в 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 «Скороход» предлагает прецизионный насос **с точностью установки скорости потока подвижной фазы ±0,5 %.** Такой высокий показатель является следствием прецизионно изготовленных на собственном производстве механических компонентов привода насоса (кулачкового вала, ползунов). **Повторяемость скорости потока 0,06 % ОСКО** (на уровне ВЭЖХ Shimadzu и Thermo) позволяет получать одина-ковые результаты определения молекулярной массы из раза в раз.

Кроме того, **в насосе Скорохода 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.

Термостаты колонок для ГПХ полимеров

Вместительность

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 ввиду, что типовая длина 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 воздушно-циркуляционный термостат ТК-1000 из серии «Скороход». Он способен вмещать до 6 аналитических колонок для ГПХ длиной до 300 мм или 2 полупрепаративных колонки с внутренним диаметром 20 – 30 мм с предколонками.



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 100 °С и позволяют проводить ГПХ полимеров любой химической природы, исключая полиолефины, для которых применяются специализированные высокотемпературные ГПХ-системы.

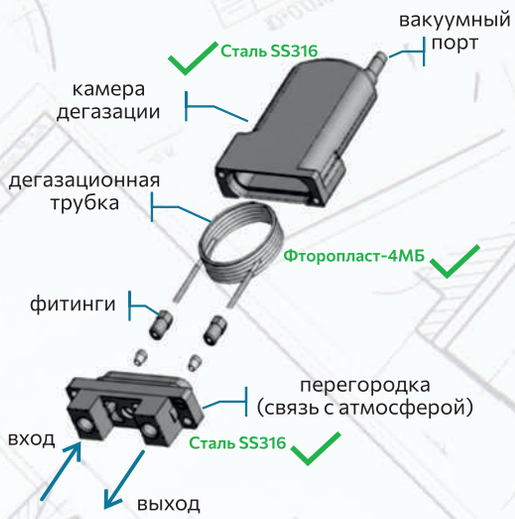
Стабильность поддержания температуры

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 °С** 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, применяемым 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 полиариленов). **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 стандартном исполнении, которыми комплектуются все другие ВЭЖХ-системы.

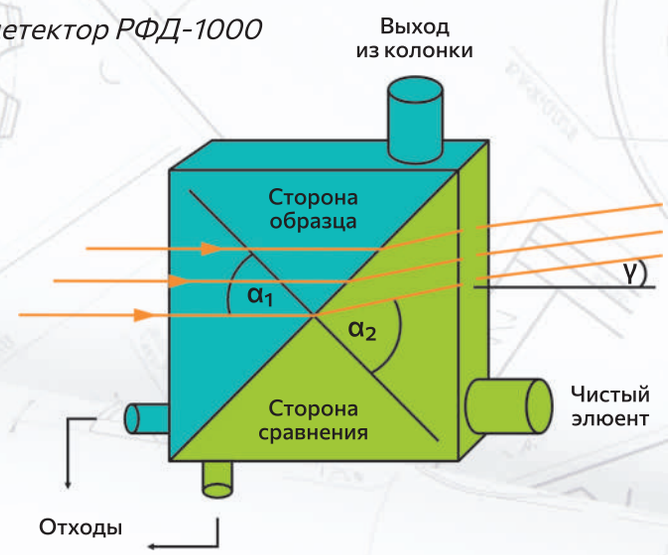


Полная локализация даже этих нишевых компонентов на семейном предприятии Sevko & Co позволяет не только работать с любыми органическими растворителями, но и не зависеть от самых дорогих западных комплектующих в составе любой ВЭЖХ-системы (камер дегазации и вакуумного насоса), требующих периодической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

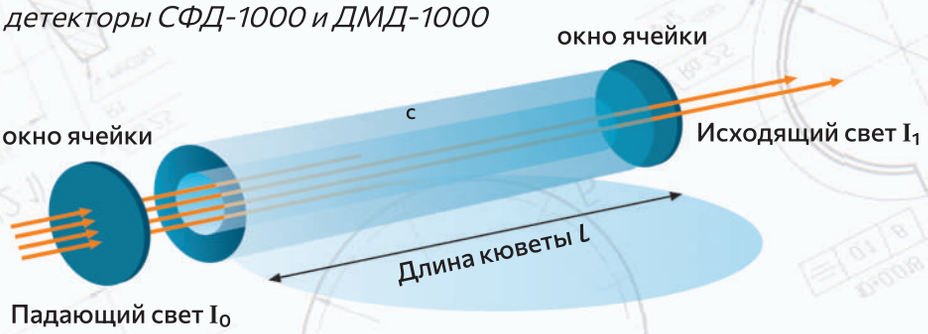
Детекторы для ГПХ полимеров

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.

Рефрактометрический детектор РФД-1000



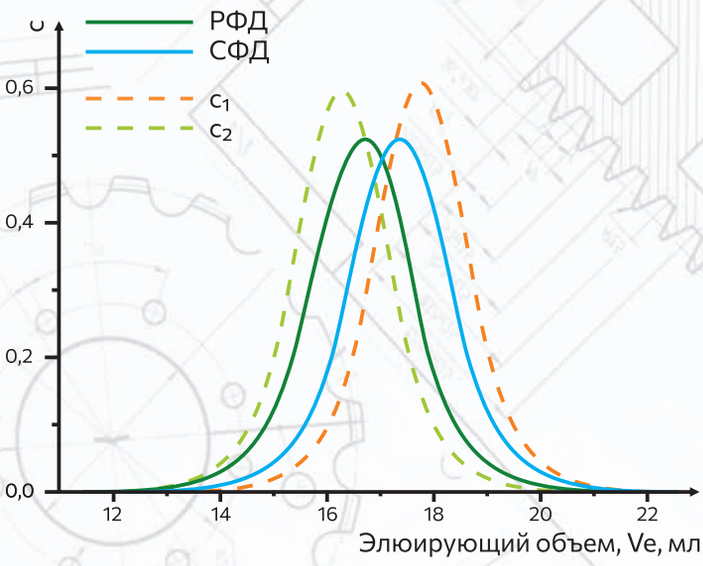
Фотометрические детекторы СФД-1000 и ДМД-1000

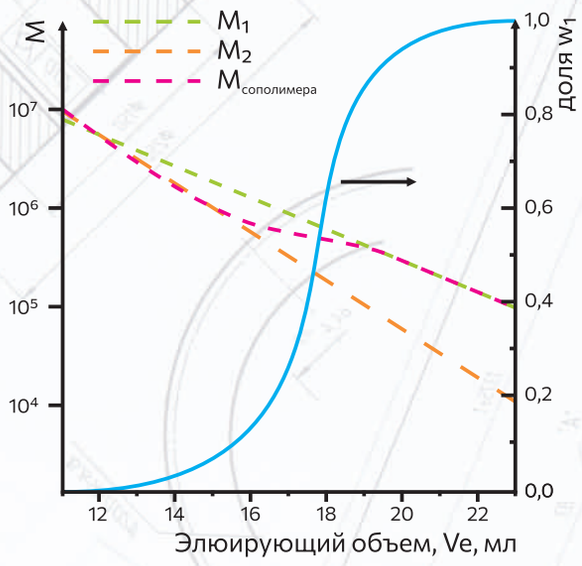


$$I = K_д \times \sum_i (K_{обр} \times C_{обр} \times M^x)$$

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

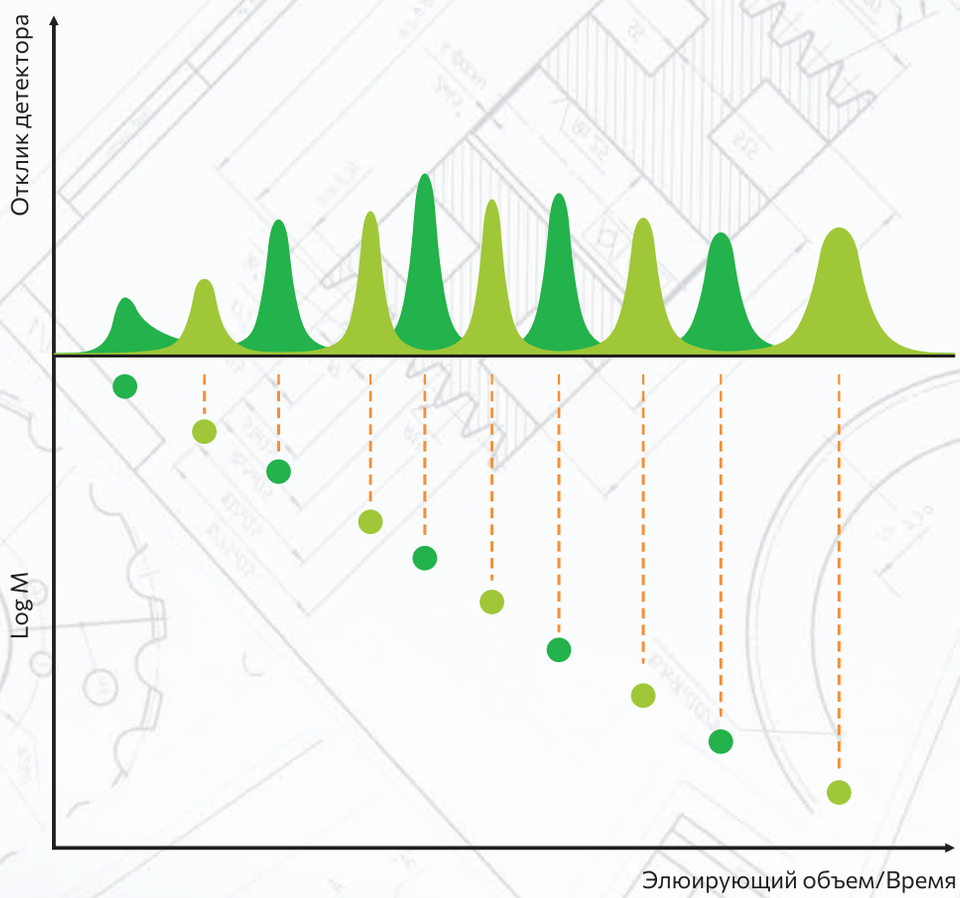
$$РФД = k_1^{рфд} \times c_1 + k_2^{рфд} \times c_2$$

$$СФД = k_1^{сфд} \times c_1 + k_2^{сфд} \times c_2$$

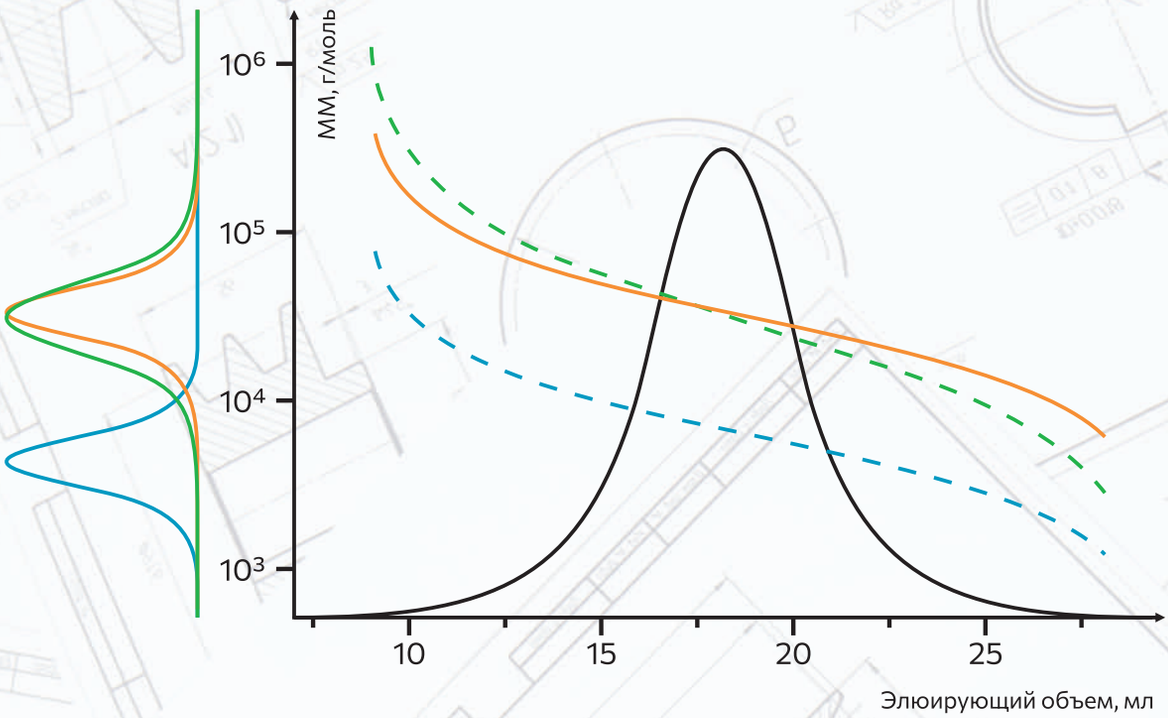
$$w_1 = \frac{c_1}{c_1 + c_2}$$

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, средневзвешенного и среднечисленного и др. значений молекулярной массы (M_w, M_n, M_z, M_{z+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 M_n и M_w 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

	Аналитический	Полупрепаративный	Препаративный
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) для ГПХ биомолекул		
Максимальное рабочее давление	65 МПа или 35 МПа	30 МПа	
Диапазон скорости потока	0,001 – 10 мл/мин	от 0,1 – 40 мл/мин	от 0,1 – 150 мл/мин
Повторяемость скорости потока	0,06 % ОСКО		
Точность установки скорости потока	±0,5 %		
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: 0,1 – 40 мл/мин

Вакуумные мембранные дегазаторы серии ДМВ-1000

Тип	Безгелиевый вакуумный
Количество каналов	от 1 до 5
Материал камер дегазации	Нержавеющая сталь
Материалы, контактирующие с подвижной фазой	Нержавеющая сталь, фторопласт-4МБ

Органайзеры 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

Термостаты колонок серии ТК-1000

	Интегрированный*модуль	**Отдельный модуль**
Тип	Твердотельный	Воздушно-циркуляционный
Диапазон поддерживаемых температур	(комн. – 10) – 100 °С	
Точность установки температуры	±0.5 °С	
Стабильность поддержания температуры	±0.1 °С	
Максимальная вместимость	4 колонки x 250 мм с предколонками	6 аналитических колонок длиной до 300 мм, вн. д. 4,6 - 8 мм или 2 препаративные колонки длиной до 300 мм, вн. д. 20 – 30 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 виалы х 2 мл или 3 х 96-луночных планшета	
Термостатирование образцов	Нет	5 – 60 °С
Перекрестное загрязнение	<0,0015 %	
Время одного цикла инжекции (с промывкой иглы до и после), V = 10 мкл	40 с	
Время одного цикла инжекции (без промывки), V = 10 мкл	20 с	
Рабочий диапазон pH	1-14	
Функция автоматической пробоподготовки	Разбавление, добавление дериватизующего агента, внутреннего стандарта, совместная инжекция	
Функция перекрывающихся инжекций	Есть	
Промывка дозирующей линии (игла + петля)	• Непрерывная промывка подвижной фазой внутри • Промывка снаружи промывочной жидкостью • Программирование промывки	

Опции

- ✓ Увеличение объема вводимой пробы до 5 000 мкл
- ✓ Кастомизированные держатели с автоматическим распознаванием для любых типов сосудов
- ✓ Автоматический выбор промывочной жидкости из 3-х
- ✓ Установка дополнительного инжекционного крана высокого давления для создания двухканальных схем (одновременное или последовательное дозирование)

Детекторы серии 1000

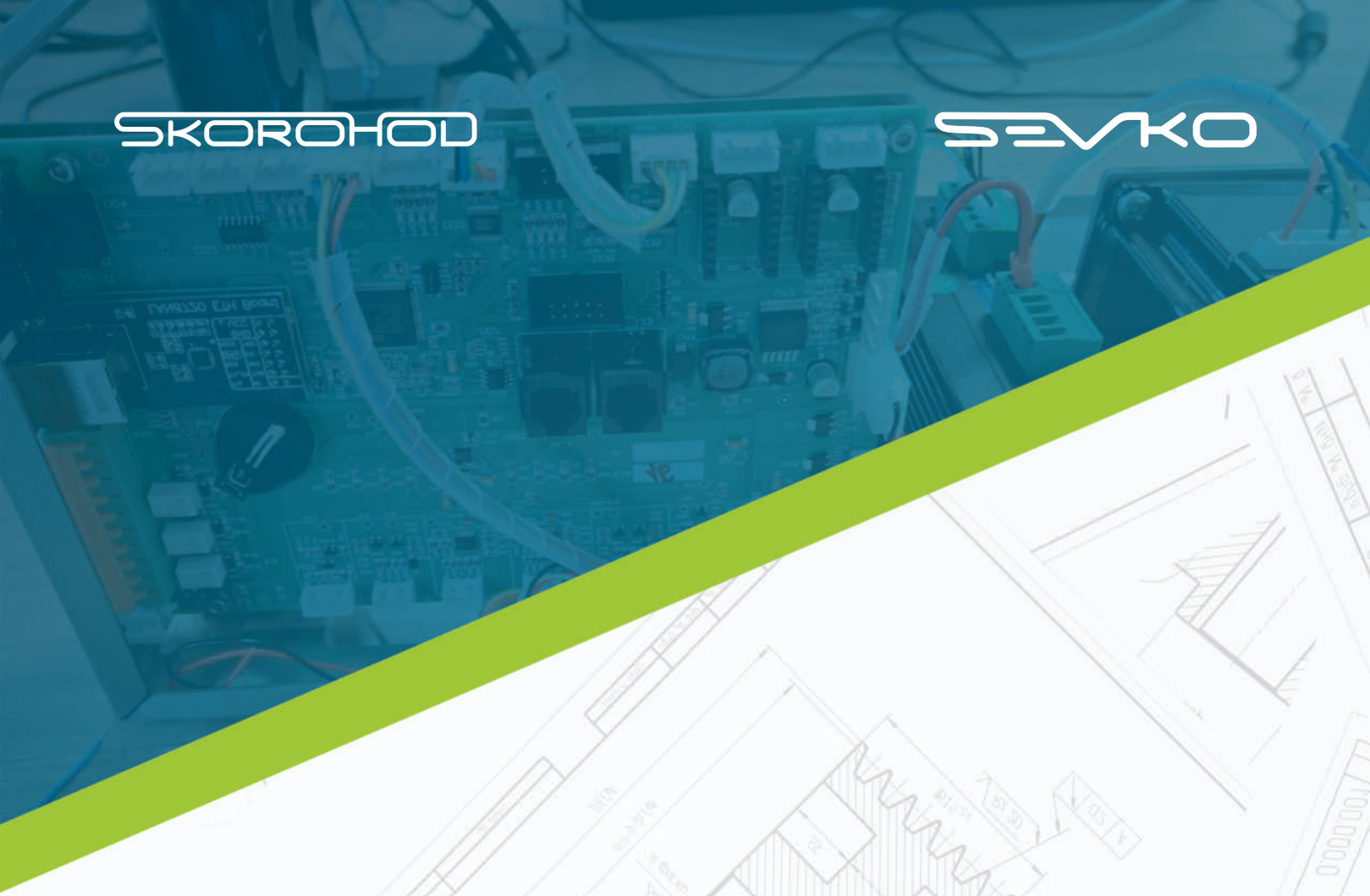
	СФД-1000	ДМД-1000
Диапазон длин волн	190 – 800 нм	
Длины волн	Переключаемые, 2 длины волны из диапазона	Сканирование спектра
Источники излучения	D2 и W лампы	
Термостатирование оптической схемы и измерительной ячейки	Есть	
Ширина щели	8 нм	Переменная
Встроенная ячейка	10 мм, 12 мкл	
Материал ячейки	Нержавеющая 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	$\leq 2{,}0 \times 10^{-5}$ е.о.п.	$\leq 2{,}5 \times 10^{-5}$ е.о.п.
Дрейф	$\leq 3{,}0 \times 10^{-4}$ е.о.п/ч	$\leq 4{,}0 \times 10^{-4}$ е.о.п/ч
Опции		
✓ Установка микроячеек с длиной оптического пути ≤10 мм		

	РФД-1000 (аналитическая версия)	РФД-1000 (препаративная версия)
Диапазон показателя преломления	1,00 – 1,75 ед. рефр.	
Максимальная скорость потока	10 мл/мин	150 мл/мин
Два независимых контура контроля температуры оптического блока с измерительной ячейкой	Есть	
Встроенная ячейка	8 мкл	
Диапазон линейности	0 – 600 мкед.рефр.	0 –10 000 мкед. рефр.
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		
Шум	$\leq 2{,}0 \times 10^{-9}$ ед. рефр.	
Дрейф	$\leq 1{,}0 \times 10^{-7}$ ед. рефр/ч	
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



SKOROHOD

SEVKO

Дистрибьютор

АО "БиоХимМак СТ"
119234, Москва, Ленинские горы, д.1, стр.11А
info@bcmst.ru, +7(495)9395967, +7(495)9395806