

TREF 分级原理的实质

升温淋洗分级技术(Temperature Rising Elution Fractionation , TREF)是 80 年代发展起来的,它按结晶度将聚合物分级,那么它分级原理实质是什么呢?下面我们简单的从 TREF 操作的步骤和特点来了解它分级原理的实质:

TREF 操作分为两步:第一步,聚合物的稀溶液与惰性载体(如沙子、玻璃球或硅胶等)混合,混合物慢慢地冷却到室温,因为结晶性越差溶解温度越低,当温度逐渐降低,聚合物级分从溶液中沉淀出来并以不同的结晶层附着在载体上。最易结晶的级分首先沉淀,以最里层的方式沉积在载体上。相反,最不易结晶的级分最后沉淀并沉积在最外层。这个过程具有重要意义,缓慢的冷却速度非常关键,因为它能确保聚合物级分按照结晶能力的顺序进行沉淀,快速冷却会导致具有不同结晶能力的级分形成共结晶。慢速冷却也提供了为避免分子量产生重大影响的理想的结晶分离。第二步,被沉淀的聚合物随着温度升高(连续或分步)而被溶剂洗提出来。在低温,较少结晶的级分(最外层)首先溶解,随着洗提温度升高,易结晶的级分被溶解。

从 TREF 的分离原理可以看出 TREF 与其它分级方法相比有两个特点:首先。聚合物经过预处理(从溶液中慢慢地结晶),先前的结晶历史被消除。用其它分级方法如溶剂萃取法,结晶较差的试样与同样结晶较好的试样相比可能会在更低的温度被萃取出来,因此,超分子结构对萃取结果也施加了影响;其次,聚合物级分在分级以前已经呈规律性地排列,这就最低程度减小了聚合物链间的缠结效果使后续的分离更容易。