

Agilent PL HFIPgel カラムを用いた GPC による ポリブタジエンテレフタレートの分析

アプリケーションノート

材料試験・研究、ポリマー

著者

Greg Saunders、Ben MacCreath
Agilent Technologies (UK) Ltd
Essex Rd
Church Stretton
SY6 6AX
UK

はじめに

ポリブタジエンテレフタレート (PBT) 樹脂は、損傷に対する耐久性と抵抗力が必要とされる材料に対して幅広く使用されています。樹脂を成型する際に生じる熱と圧力は劣化の原因となり、必要とされる物理的強度が低減します。そのため、樹脂の分子量分布を測定することによって、劣化の存在と最終製品の機械的強度を評価する必要があります。PBT などのポリマーの分子量分布は、ゲルろ過クロマトグラフィによって測定します。

ポリブタジエンテレフタレートの分析

PBT は、ポリアミドやポリエステルなどの極性ポリマーの溶解に優れた極性有機溶媒である 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロパノール (HFIP) に溶解しました。ただしポリマーの凝集を避けるため、20 mM のトリフルオロ酢酸ナトリウムを溶液に添加しています。HFIP 分析用に開発された Agilent PL HFIPgel カラムを 2 本使用し、40 °C で分析を行いました。分析には、示差屈折率計と粘度計を搭載した Agilent PL-GPC 220 クロマトグラフを使用しました。

GPC と粘度計を組み合わせることにより、流体力学量に基づいて分子量を計算することができ、スタンダードに依存しない分子量分布が得られました。スタンダードには、アジレントのポリメチルメタクリレート標準試料を使用しました。



Agilent Technologies

表 1 に、GPC/粘度計で測定した、成型前と成型後の Valox PBT サンプルの分子量平均と固有粘度を示します。分子量分布から、成型後に樹脂が劣化し、未加工の樹脂よりも強度が明らかに低下していることが示されています。

表 1. 成型前と成型後のポリブタジエンテレフタレート樹脂の分子量平均と固有粘度

	Mn/g mol ⁻¹	Mw/g mol ⁻¹	固有粘度/g ⁻¹
未加工の樹脂	24,400	48,600	0.535
成型した樹脂	11,200	24,000	0.306

条件

サンプル	ポリブタジエンテレフタレート樹脂
カラム	2 x Agilent PL HFIPgel, 300 x 7.5 mm (P/N PL1114-6900HFIP)
溶離液	HFIP + 20 mM NaTFA
流量	1.0 mL/min
注入量	200 μL
温度	40 °C
装置および検出器	Agilent PL-GPC 220 (RI)、粘度計

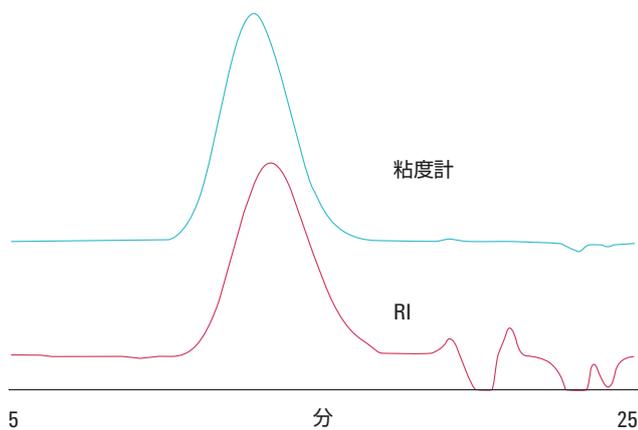


図 1. 未加工ポリブタジエンテレフタレート樹脂のデュアル検出器によるクロマトグラム

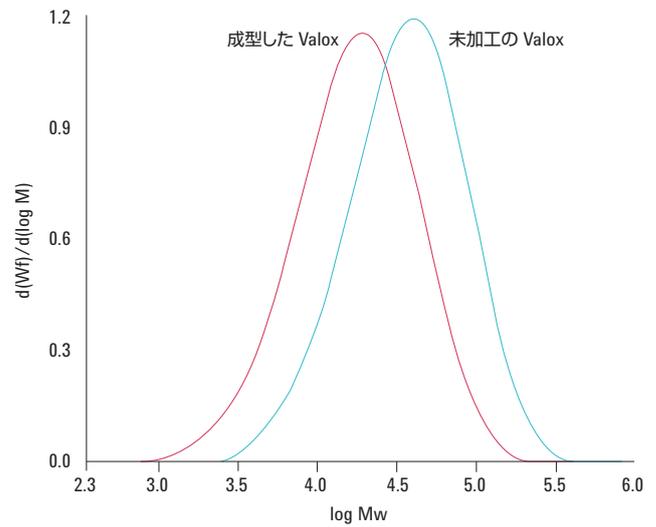


図 2. ポリブタジエンテレフタレートの分子量分布

結論

ポリブタジエンテレフタレート樹脂を、2 本の Agilent PL HFIPgel カラムで分析し、成型後の PBT の劣化が明確になりました。このカラムの充てん剤には新しい分散重合プロセスが採用され、ほぼ均一な粒子径と能力を有します。このテクノロジーにより、従来のスチレン/ジビニルベンゼンカラムに溶離液として HFIP を使用した場合に生じていた検量線の過剰な湾曲、転移、および低分子量における分離能の低下を回避することができます。

詳細情報

これらのデータは標準的な結果を表しています。アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc., 2011

Printed in Japan

May 18, 2011

5990-8220JAJP



Agilent Technologies