

トリクロロベンゼンを用いた ゲル浸透クロマトグラフィーにおける ポリスチレンおよびポリエチレン キャリブ란トの比較

技術概要

はじめに

一般的なゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) を用いたポリマー分子量分布の分析では、標準物質をもとに得られたリテンションタイムと分子量検量線が求められます。

トリクロロベンゼン (TCB) 中のポリスチレンまたはポリエチレン標準は、TCB 中ポリオレフィンの一般的な高温 GPC に使用できます。ポリスチレンナロー標準を適切なマルク-ホウインクパラメータとともに用いれば、ポリオレフィン相当の分子量が得られます。

この例では、TCB 中ポリスチレンおよびポリエチレン標準から得られた検量線を比較しています。温度は 160 °C です。これはポリオレフィン分析に一般的に用いられる条件です。

図 1 では、ポリスチレンおよびポリエチレン標準から得られた三次多項適合の検量線を重ねて表示しています。ポリスチレンナロー標準の M_p 値は最大 700 万ダルトンで、キャリブレーション範囲全体で直線性が得られています。

条件

サンプル	Agilent ポリスチレンおよびポリエチレンキャリブ란ト
カラム	3 x Agilent PLgel 10 μ m MIXED-B、 7.5 x 3005 mm (部品番号 PL1110-6100)
溶媒	TCB + 0.0125 % BHT
流速	1.0 mL/min
注入量	200 μ L
温度	160 °C
検出器	RI、Agilent PL-BV400HT 粘度計
システム	Agilent PL-GPC 220

ポリエチレンナロー標準の M_p は最大 120,000 ダルトンです。しかし、キャリブレーションカーブの直線性は得られていません。検量線の傾きは、低分子量で大幅に減少しています。



Agilent Technologies

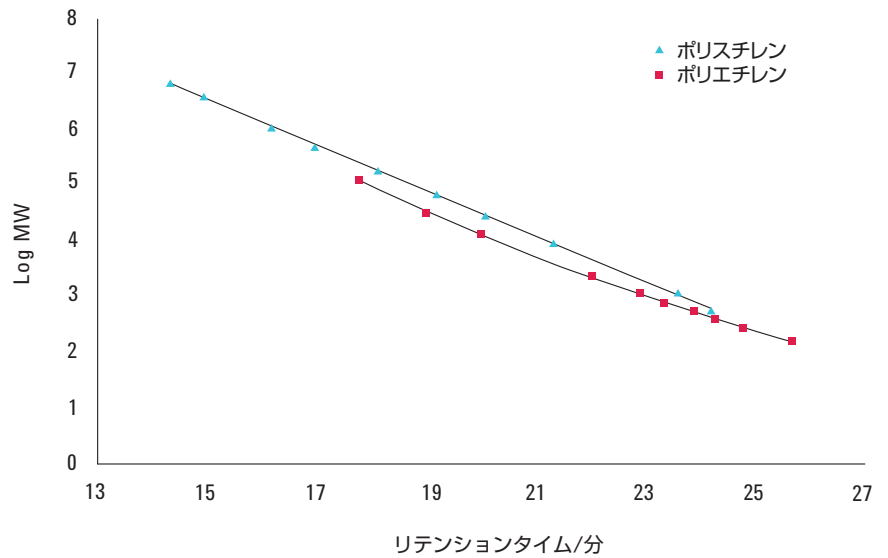


図 1. Agilent PLgel 10 μm MIXED-B の 3 カラムセットを用いて 160 °C で得られた TCB 中ポリスチレンおよびポリエチレンナロー標準検量線の比較

GPC では、溶液中の大きさ、または固有粘度 $[\eta]$ と分子量の和として定義される流体力学的容積に応じて、ポリマーが分離されます。リテンションタイムの関数として $\log(M^*[\eta])$ をプロットすると、溶液中の大きさをもとにしたユニバーサルキャリブレーションが得られます。この結果は、あらゆるポリマーに有効です。ポリスチレンおよびポリエチレン標準のユニバーサルキャリブレーションは、オンライン粘度計を用いて導出します。粘度計がない場合、 K と α が既知なら、マルク-ホウインクの関係式を使用できます。ポリエチレンの場合、パラメータ K および α は次のとおりです。

$$[\eta] = KM^\alpha$$

IUPAC では、以下が推奨されています。

TCB 中ポリスチレン - $K = 12.1 \times 10^{-5} \text{ dL/g}$
 および $\alpha = 0.707$

TCB 中ポリエチレン - $K = 40.6 \times 10^{-5} \text{ dL/g}$
 および $\alpha = 0.725$

図 2 は、2 つのナロー標準について得られたユニバーサルキャリブレーションプロットを示しています。ポリスチレン標準および高分子量のポリエチレン標準は、直線の検量線上に収まっています。このことは、これらの標準がユニバーサルキャリブレーションの法則に従っていることを示しています。しかし、低分子量のポリエチレン標準は、TCB におけるユニバーサルキャリブレーションに従っていません。また、サイズ排除による分離も完全ではありません。このことは、TCB 中ポリスチレンおよびポリエチレン標準から得られた従来の検量線で差異が見られる理由を説明しています。

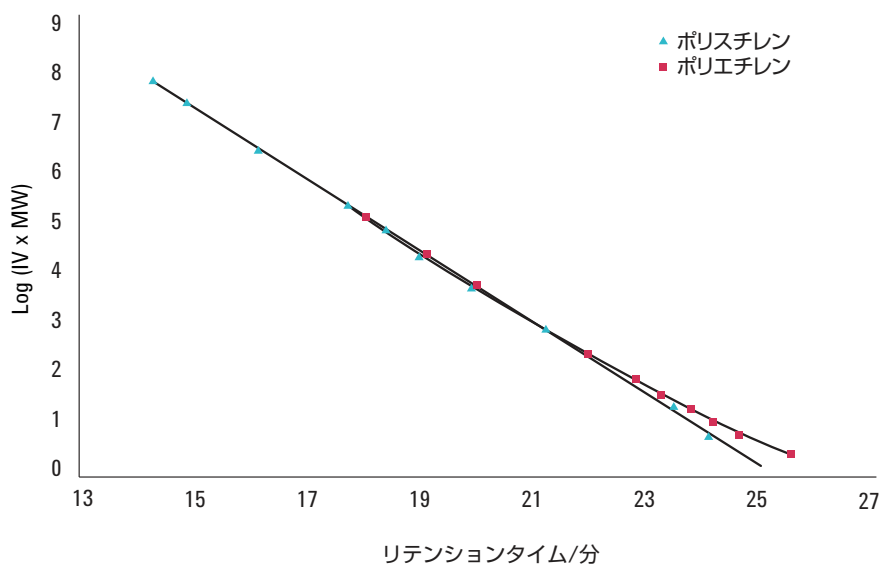


図 2. ポリスチレンおよびポリエチレンナロー標準のユニバーサルキャリブレーション

アジレントの GPC/SEC 用カラムおよびキャリブ rant

アジレントでは、溶液中の分子サイズにもとづく高性能分離に対応する幅広い GPC/SEC カラムとキャリブ rant を提供しています。また、GPC/SEC によるポリマーの分析および分離のためのソリューションを提供し、正確なポリマー分析を実現するためのあらゆる製品を製造しています。

アジレントの文献ライブラリ (www.agilent.com/chem/gpc-sec) では、アジレントの GPC/SEC 用カラムや機器の活用に役立つ幅広いアプリケーションノートや技術概要がご覧いただけます (英文)。

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
June 17, 2011
5990-8425JAJP



Agilent Technologies