

[技術紹介] HPLC法によるスチレン-メタクリル酸メチル共重合体の分離

概要

HPLC(高速液体クロマトグラフィー)は、順相モード、逆相モード、サイズ排除モードなど、いくつかの原理に基づいた分離が行われています。ポリマーの分離については、サイズ排除モード(SEC)による分子量測定が中心となっています。しかし、一般の有機化合物と同様に、順相モードや逆相モードによる分離を用いることにより、様々な情報を得ることが可能となります。ここでは、溶媒グラジエント HPLC 法を用いたスチレン-メタクリル酸メチル共重合体(St-MMA 共重合体)の分離についてご紹介します。

内容のご紹介

St-MMA 共重合体(ランダム共重合体、ブロック共重合体)について、グラジエント HPLC 法による測定を行い、ランダム共重合体とブロック共重合体の溶出挙動の違いについて確認しました。

[分析条件]

カラム	: TSKgel ODS-100V (4.6mm φ × 15cm) (東ソー製)
移動相	: アセトニトリル/THF 移動相による溶媒グラジエント
検出器	: 蒸発型光散乱検出器(ELSD)
カラム温度	: 40°C
流速	: 1mL/min.
試料濃度	: 1mg/mL
注入量	: 10 μL

[試料]

共重合組成の異なる St-MMA 共重合体
・ランダム共重合体 5 種類 (試料 R1~R5)
・ブロック共重合体 6 種類 (試料 B1~B6)
ポリスチレン(PS)
PMMA

材料キーワード: スチレン-メタクリル酸共重合体

[結果]

得られたクロマトグラムを図 1(ランダム共重合体と PS、PMMA)、および図 2(ブロック共重合体と PS、PMMA)に示します。今回用いたグラジエント HPLC 法の測定条件では、まず PMMA が溶出し、ついでスチレン含有量の低い順に St-MMA 共重合体、最後に PS が溶出しました。

図 1~2 より得られる各ピークのピークトップ保持時間と、各試料中のスチレン含有量(mol%)との関係を図 3 に示します。図 3 より、保持時間とスチレン含有量(mol%)とは良好な相関が見られました。

一方、同じスチレン含有量でもランダム共重合体とブロック共重合体では保持時間が異なり、別の曲線となることが確認されました。この結果は、本法を用いると、同一のスチレン含有量を有するランダム共重合体とブロック共重合体であっても、明確に分離できることを示唆しています。

なお、図 1、図 2 でブロードなピーク(R-1、B-2)が見られますが、この理由は、これらの試料は組成分布を有しているためと考えられます。

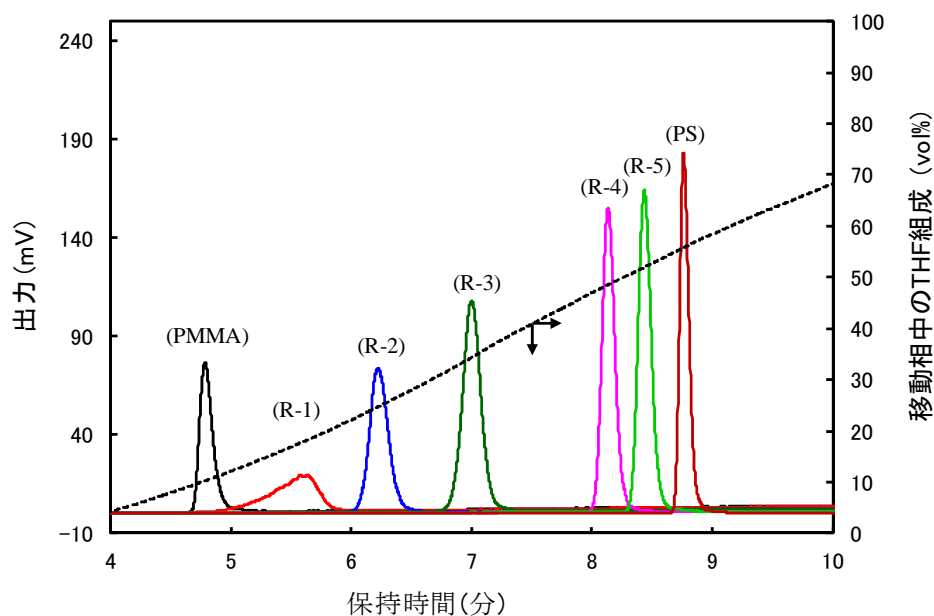


図1 溶媒グラジエント HPLC による St-MMA 共重合体のクロマトグラム
(ランダム共重合体)

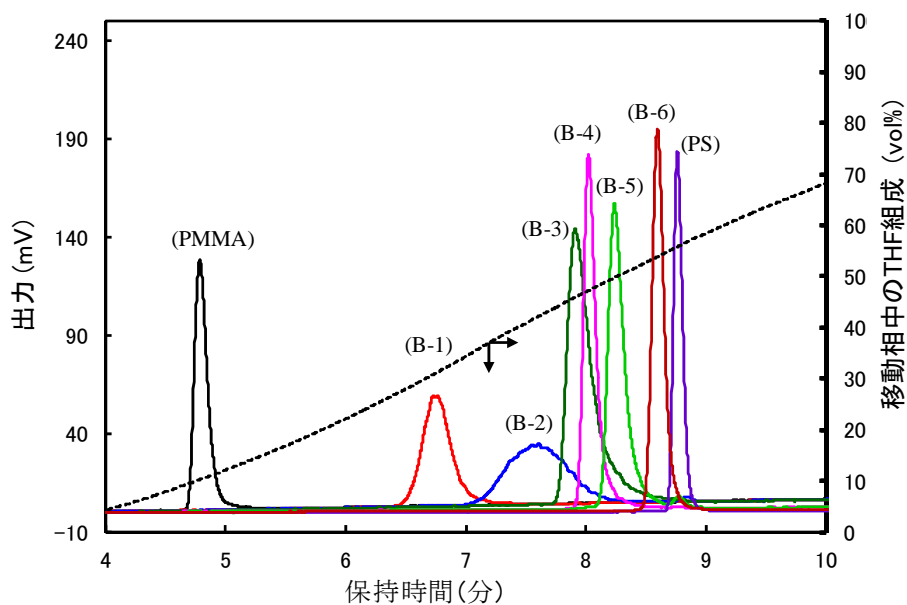


図2 溶媒グラジエント HPLC による St-MMA 共重合体のクロマトグラム
(ブロック共重合体)

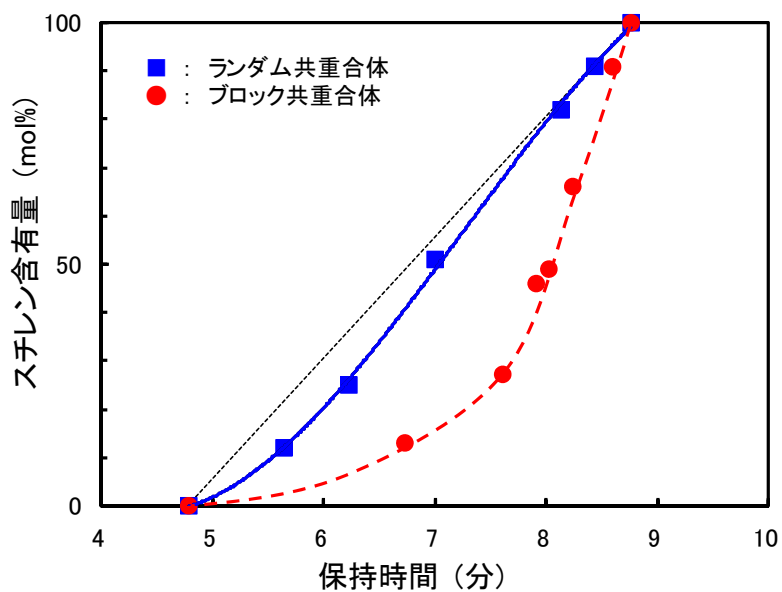


図3 St-MMA 共重合体のスチレン含有量と保持時間との関係

適用分野

プラスチック・ゴム