【技術資料】 GPC(SEC)-MALS 法による 各種高分子の絶対分子量と回転半径の測定

概要

GPC(SEC)に光散乱検出器を接続することにより、ポリマーの絶対分子量を求めることが可能となります。また、光散乱検出器の中でも、複数の方向の散乱光を同時に測定できる多角度光散乱検出器(MALS)を用いれば、ポリマーの回転半径も同時に求めることができます。ここでは、4 種類のポリマーについて得られた絶対分子量と回転半径について、測定例を示しました。

分析事例の紹介

ポリスチレン(PS)、ポリカーボネート(PC)、ポリ塩化ビニル(PVC)、およびポリイソブチレン(PIB)について、GPC-MALS を用いた絶対分子量、回転半径の測定を行いました。測定条件は下記に示す通りです。

[分析条件]

カラム	: TSKgel GMH$_{HR}$-H (7.8mmφ×30cm) 2 本 (東ソー製)
溶離液	: THF
カラム温度	: 40℃
流速	: 1mL/min.
試料濃度	: 1mg/mL
注入量	: 100μL

[結果]

各試料の GPC-MALS により得られたクロマトグラムと絶対分子量の重ね書きを図 1 に示します。

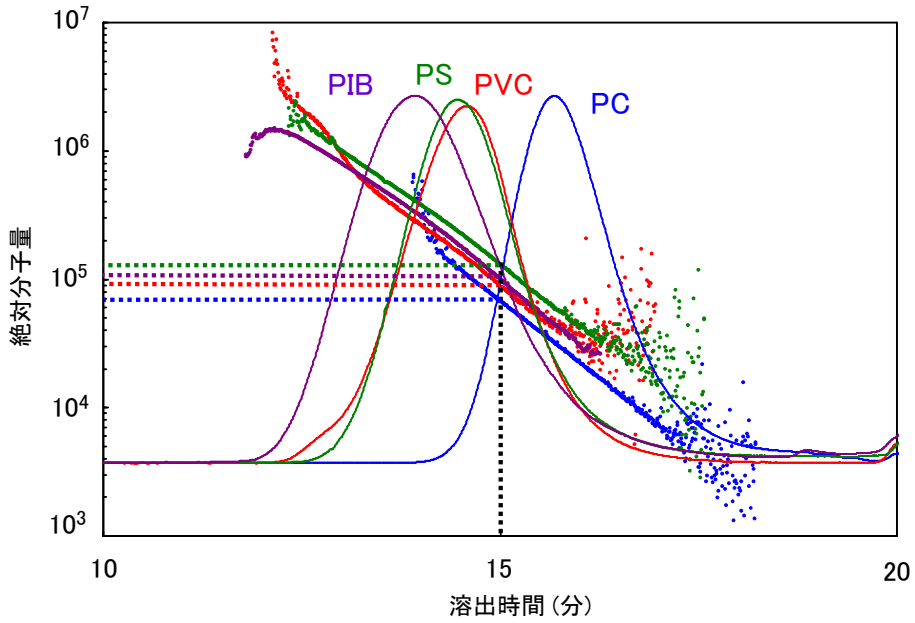
各試料とも、分子量の大きな成分から小さい成分へ連続的に溶出していることがわかります。また、同一の溶出時間での分子量は、試料によって異なっていることが分かります。

弊社技術資料「GPC 法 (SEC 法)入門講座」の「2. 分離の原理」に記載したように、GPC 法におけるカラムでの分離は、分子サイズの違いによって生じますが、分子量が同一であっても分子鎖の屈曲性や溶離液との親和性が異なるため、分子サイズが異なります。従って、同一の溶出時間に溶出したポリマーでも分子量が異なることがあります。図1はその結果を示しています。もしこのクロマトグラムから標準ポリマー(たとえば PS)による較正曲線(PS の絶対分子量のプロットが較正曲線と同じものです)を用いて PS 以外のポリマーの分子量を求めると、絶対分子量とは異なることが分かります。

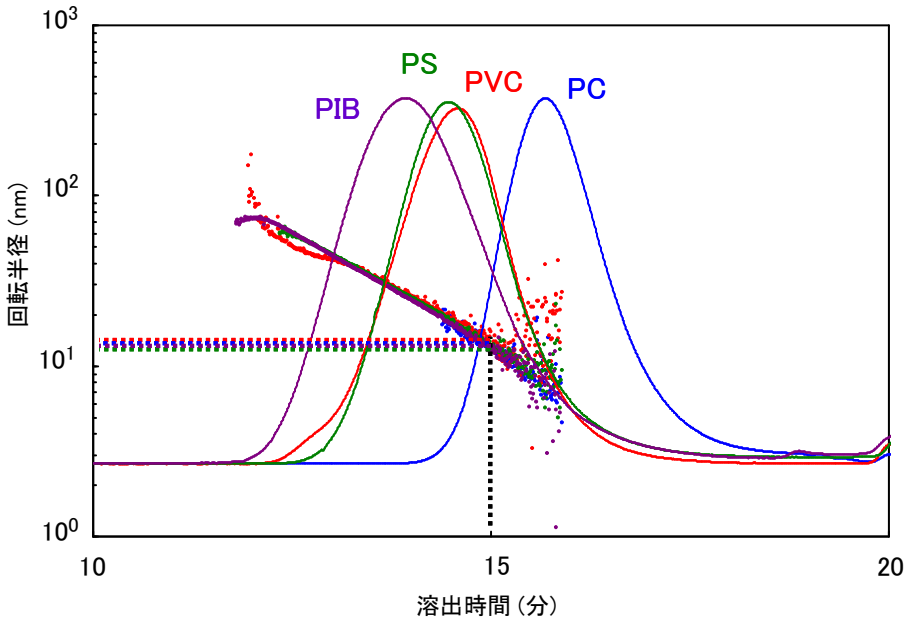
一方、クロマトグラムと回転半径の重ね書きを図 2 に示します。ここでは分子サイズの大きな成分から小さい成分へ連続的に溶出していることが示されています。なお、同一溶出時間での回転半径は、ポリマーの種類によらず等しいことがわかります。このことは、GPC における分離が、分子量の違いではなく、分子サイズの違いによって行われていること(サイズ排除機構)を示しています。

以上のように、GPC-MALS 法は、較正曲線を用いた換算分子量とは異なり、対象ポリマー本来の分子量である絶対分子量が求められるという点で、優れた方法と言えます。

株式会社 東ソー分析センター
お問い合わせ tarc_toiawase@tosoh-arc.co.jp



【図 1】SEC-MALS による絶対分子量測定例



【図 2】SEC-MALS による回転半径測定例

適用分野：プラスチック・ゴム、医薬品、化粧品、農薬
キーワード：ヒアルロン酸、でんぷん、生体材料