

## 【技術資料】 HFIP 系 GPC 測定における信頼性

### 概要

技術資料(1)および(2)記載のポリアミド類や技術資料(3)記載のポリエステル類の分子量および分子量分布測定には、HFIP 溶離液を用いた常温 GPC が用いられています。

#### 技術資料

- (1) T1914 GPC によるエンジニアリングプラスチックの分子量測定① ~ポリアミド系樹脂~
- (2) T2102 GPC によるエンジニアリングプラスチックの分子量測定④ ~各種ポリアミド系樹脂~
- (3) T1915 GPC によるエンジニアリングプラスチックの分子量測定②  
~芳香族ポリエステル(PET、PBT、PEN、PBN)~

HFIP 系 GPC 測定においては、長期の再現性において懸念点があると言われています。本報告では、弊社からご提供する HFIP 系 GPC 測定データの信頼性をより深くご理解いただくため、日内での変動(同時再現性)、および長期間の変動(6 ヶ月間の月差再現性)を検証しました。

1. 試料 : PA6(ナイロン 6)および PA6T(ナイロン 6T)

### 2. 分析条件

- 装置 : HLC-8420GPC (東ソー製)
- カラム : TSKgel Super HM-H (6.0 mmI. D. × 15 cm) × 2 本 (東ソー製)
- 溶離液 : HFIP (1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロ-2-プロパノール) + 10mM-CF3COONa

### 3. 結果

#### 3-1. 同時再現性

表 1 および表 2 に日内変動データである、同時再現性を示します。

CV(変動係数)は R.Time(溶出時間)で 0.05%以内、ピークの高さで 0.6%以内、Mw(重量平均分子量)で 0.3%以内と、日内で n=5 の測定において良好な値が得られております。

表1 PA6の同時再現性確認

日内推移	R.Time (min)	高さ (mV)	面積 (mV*s)	Mw
1	13.585	141.492	11506.6	51179
2	13.588	142.097	11584.0	51282
3	13.582	144.252	11734.4	51083
4	13.597	142.479	11606.1	51125
5	13.585	143.095	11634.3	51129
MEAN	13.587	142.683	11613.1	51160
S. D	0.005	0.86	67.6	62
CV (%)	0.03	0.60	0.58	0.12

表2 PA6Tの同時再現性確認

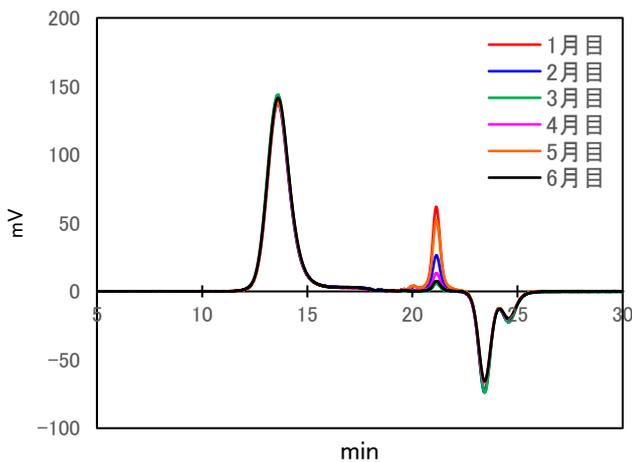
日内推移	R.Time (min)	高さ (mV)	面積 (mV*s)	Mw
1	13.918	55.589	5480.2	34181
2	13.915	56.122	5505.9	33898
3	13.917	56.665	5579.1	34029
4	13.917	55.890	5497.5	33922
5	13.915	56.163	5523.9	34054
MEAN	13.916	56.086	5517.3	34017
S. D	0.001	0.32	31.0	93
CV (%)	0.01	0.58	0.56	0.27

### 3-2. 月差再現性

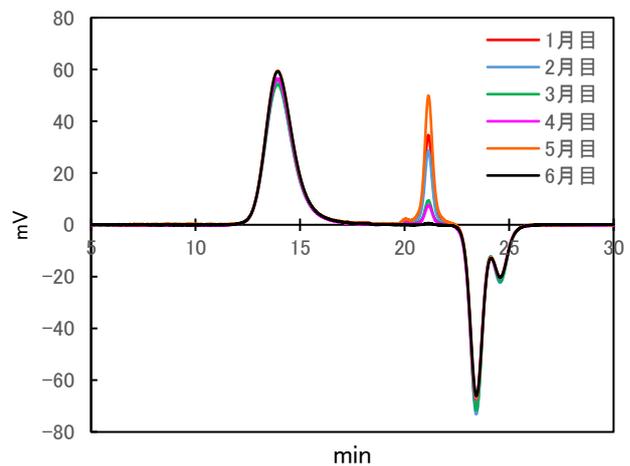
図1および図2に、期間変動(月差再現性)を6か月間追跡したクロマトグラムの重ね書きを示します。

また、表3および表4に月差再現性の変動データを示します。

R.Time(溶出時間)で0.1%、ピークの高さ、面積およびMw(重量平均分子量)の変動が5%以内であり、6か月の測定においても良好な精度が得られております。



【図1】クロマトグラムの重ね書き (PA6)



【図2】クロマトグラムの重ね書き (PA6T)

表3 PA6の月差再現性確認

月次推移	R.Time (min)	高さ (mV)	面積 (mV*s)	Mw
1月目	13.585	141.492	11506.6	51179
2月目	13.587	137.345	11130.4	51363
3月目	13.590	143.663	11708.2	51314
4月目	13.618	137.542	11219.6	50900
5月目	13.618	137.299	11124.6	49842
6月目	13.613	141.092	11513.7	50691
<b>MEAN</b>	<b>13.602</b>	<b>139.74</b>	<b>11367.2</b>	<b>50882</b>
<b>S. D</b>	<b>0.014</b>	<b>2.29</b>	<b>204.9</b>	<b>482</b>
<b>CV (%)</b>	<b>0.10</b>	<b>1.64</b>	<b>1.80</b>	<b>0.95</b>

表4 PA6Tの月差再現性確認

月次推移	R.Time (min)	高さ (mV)	面積 (mV*s)	Mw
1月目	13.918	55.589	5480.2	34181
2月目	13.917	54.700	5375.0	34628
3月目	13.922	54.085	5338.6	34420
4月目	13.917	56.579	5562.6	35084
5月目	13.923	59.129	5750.6	33645
6月目	13.912	59.189	5820.1	34106
<b>MEAN</b>	<b>13.918</b>	<b>56.55</b>	<b>5554.5</b>	<b>34344</b>
<b>S. D</b>	<b>0.003</b>	<b>1.85</b>	<b>166.2</b>	<b>415</b>
<b>CV (%)</b>	<b>0.02</b>	<b>3.28</b>	<b>2.99</b>	<b>1.21</b>

弊社が提供する HFIP 系 GPC 測定では、日内変動データである同時再現性および月差再現性のいずれの結果においても、Mw 値の変動は 2%以下であり、信頼性の高いデータが得られます。

本技術資料で示した弊社の高精度かつ良好な再現性により、材料の品質管理、素材の劣化追跡およびトラブル解析に、納得いただける結果を、自信をもってご提供いたします。

適用分野：GPC、SEC、高分子、分子量測定

キーワード：ポリアミド、ナイロン、ポリエステル、熱可塑性樹脂