

【装置紹介】 溶媒蒸発型 GPC を用いた GPC ハイフナーテッド技術②

概要

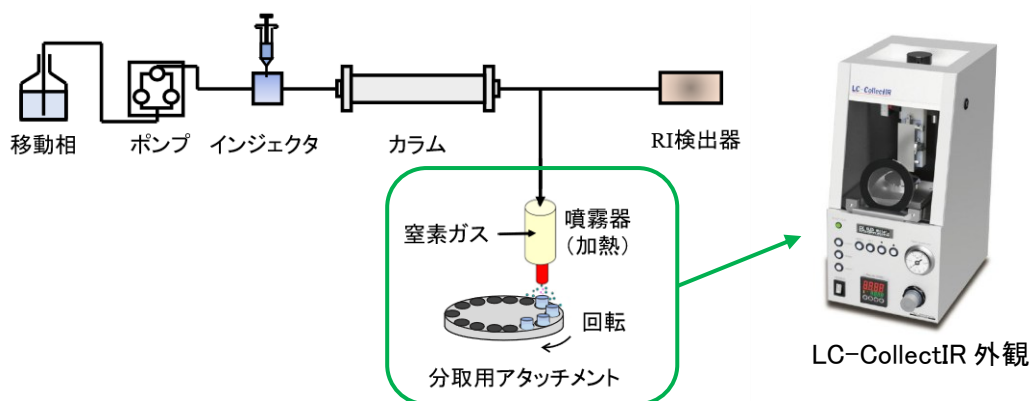
GPC 装置に専用の分取ユニット(LC-CollectIR)を接続することで、迅速分取が可能になります。従来の分取 GPC 装置との比較を【表 1】に示します。当社では両方とも対応しておりますので、目的に応じたご提案が可能です。

【表 1】 分取装置の比較

	迅速分取ユニット	分取 GPC 装置(大量分取)
分取イメージ	分析 GPC の結果をそのまま実際の分取に反映できる	分析 GPC からのスケールアップ検討後、分取
対応カラム種類	多い	少ない
分取物の分析例	LC 全般、Py-GC/MS、MADLI-TOF MS、 ¹ H-NMR	左記全般、 ¹³ C-NMR
回収量	~数十 μg	~数百 mg
分取物の分子量分布	$M_w/M_n \leq 1.1$	$M_w/M_n \leq 1.5$ (目安)

測定例

ここでは迅速分取ユニットを用いて、分子量分布の広い(多分散)試料の分子量分布を狭めた例を紹介します。使用装置の模式図と装置外観を【図 1】に示します。



【図 1】 迅速分取用ユニット模式図と装置外観

試料

ポリメタクリル酸メチル(PMMA)多分散試料 $M_w/M_n = 1.8$

※公称分子量 3,000~30,000 を混合[Agilent Technologies 製]

GPC 及び分取

[GPC 測定条件]

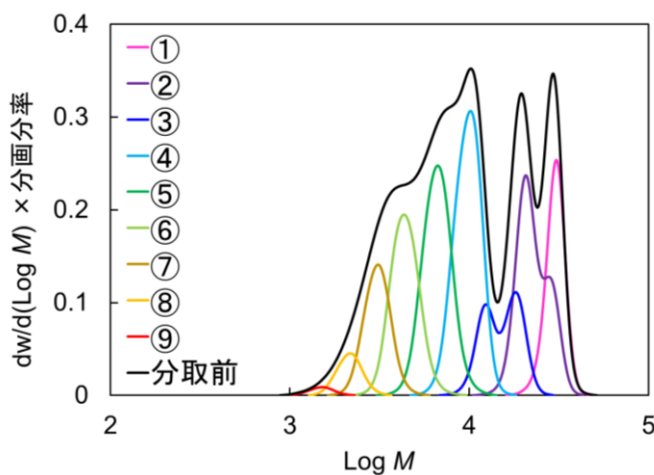
装置 : Nexera lite (島津製作所製)
 LC-CollectIR (エス・ティ・ジャパン製)
 カラム : TSKgel GMH_{HR}-N (7.8 mmI.D. × 30 cm) 2 本[東ソー製]
 溶離液 : THF
 カラム温度 : 40°C
 流速 : 1 mL/min
 流速濃度 : 2 mg/mL
 注入量 : 100 μL

GPC カラムにて分離後、熱分解 GC/MS 用サンプルカップにサンプリング

結果

PMMA 多分散試料を GPC 分取し、得られた成分の微分分子量分布曲線を【図 2】に、回収量および平均分子量を【表 2】に示します。なお【図 2】は、通常の微分分子量分布に分取成分の分取割合を乗じた値をプロットしたものであり、分取成分の分子量とその割合を直感的に把握できます。

分子量 30,000~1,500 の全範囲で良好に回収できています。また【表 2】より、分取物はいずれも分子量分布 1.1 以下と狭分散であることがわかります。



【図 2】 GPC 分取前後の微分分子量分布曲線

【表 2】 分取物の回収量と平均分子量

分画No.	回収量 (μg)	M_w	M_w/M_n
①	27	30,000	1.02
②	40	23,000	1.04
③	24	16,000	1.06
④	50	9,900	1.03
⑤	43	6,700	1.04
⑥	35	4,400	1.03
⑦	24	3,100	1.03
⑧	7.3	2,200	1.03
⑨	1.4	1,500	1.02

適用分野 : 合成高分子、天然高分子

キーワード : SEC、サイズ排除クロマトグラフィー、分画