

OpenLAB CDS 2.x GPC/SEC アドオンソフトウェアを用いた GPC/SEC 解析



要旨

Author

内藤 厚子

アジレント・テクノロジー
株式会社

材料化学、高分子化学分野においてポリマーの分子量を測定することは重要です。GPC 法 (SEC 法) は、分子の立体的な大きさの差を利用して分離するクロマトグラフィーであり、ポリマーの分子量測定法として広く用いられています。

このアプリケーションノートでは、Agilent OpenLab CDS 2.x GPC/SEC アドオンソフトウェアを使用した GPC 解析を紹介します。標準サンプル測定結果からの Narrow Standard 較正曲線の作成、数平均分子量 (M_n)、重量平均分子量 (M_w)、 z 平均分子量の解析 (M_z)、分子量分布曲線 (Distribution Plot) の表示といった基本的な GPC/SEC 解析のほか、MW Ranges 解析、Percentage Fraction 解析といった解析を行うことが可能です。

Key words : GPC, SEC, ポリマー, 高分子, ポリスチレン

システム

Agilent 1260 Infinity II LC システム
 1260 Infinity II クォータナリポンプ (G7111A)
 1260 Infinity II マルチサンプラ (G7167A)
 1260 Infinity II カラムコンパートメント (G7116B)
 1290 Infinity II 示差屈折率検出器 (G7162B)

分析条件

カラム：PLgel MiniMIX-A, 4.6×250 mm 20 μm (PL1510-5200)
 PLgel MiniMIX-C, 4.6×250 mm 5 μm (PL1510-5500) 2本連結
 移動相：テトラヒドロフラン
 流速：0.3 mL/min
 カラム温度：40 °C,
 サンプル注入量：10 μL
 検出：RID (光学ユニット温度 35 °C)

EasiVial PS-Hキット (PL2010-0201) を測定して較正曲線を作成しました。分析対象ポリマーとして以下のPS (ポリスチレン) サンプルをTHFに溶解し、測定に供しました。

- PS 30k (PL2013-2001)
- DOW 1683 (Mn=100k, Mw=250k)

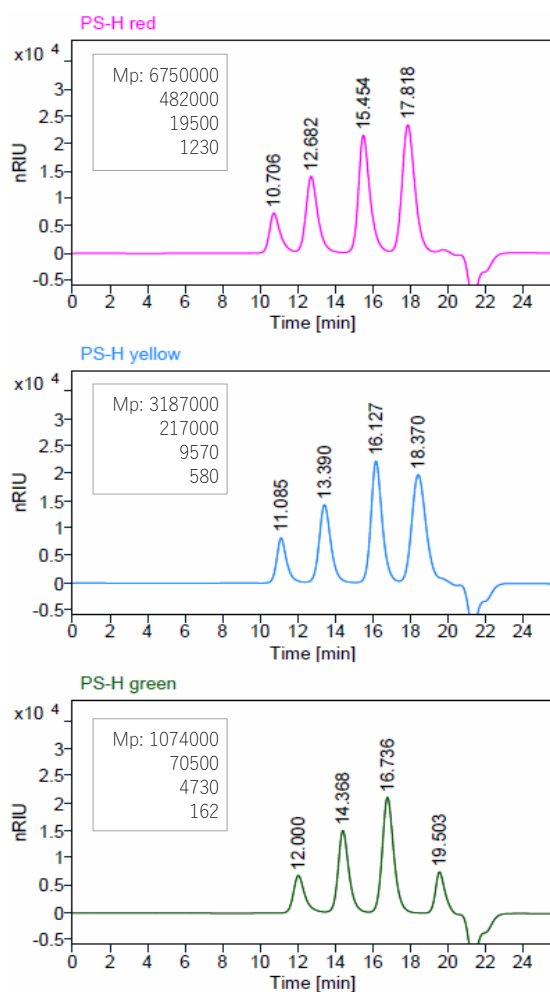


図1 EasiVial PS-H のクロマトグラム

GPC/SEC アドオンによる解析

1. 較正曲線の作成

EasiVial キットは、3つのバイアルの前処理済み標準ポリマーのセットです。バイアルに溶媒を追加するだけで、混合標準ポリマーとして使用できます。EasiVial PS-Hのクロマトグラムを図1に示します。クロマトグラム上の溶出時間をピーク同定テーブルにインポートし各標準ポリマーの分子量を入力することで、較正曲線 (図2) を作成しました。較正曲線のタイプはNarrow Standard、次数は4次式を選択しました。

GPC/SEC アドオンは Narrow Standard、Broad Hamielec、Broad Integral の較正曲線タイプに対応します。また 標準およびサンプルのMark-Houwink定数の使用や流速マーカーを用いた流速補正に対応します。

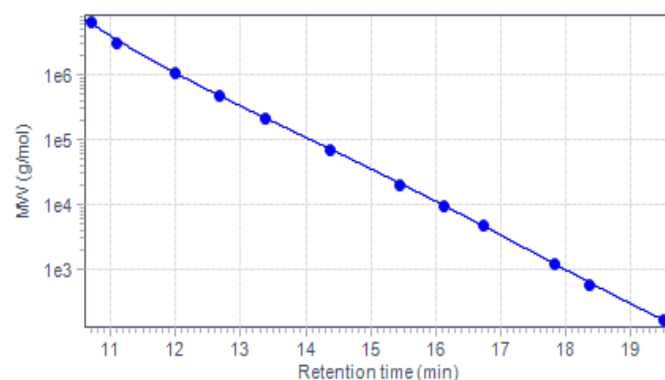
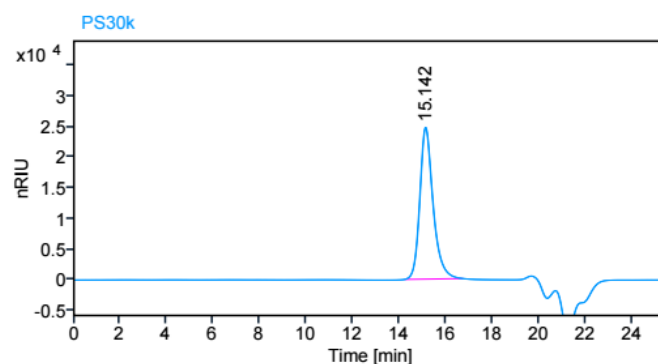


図2 較正曲線

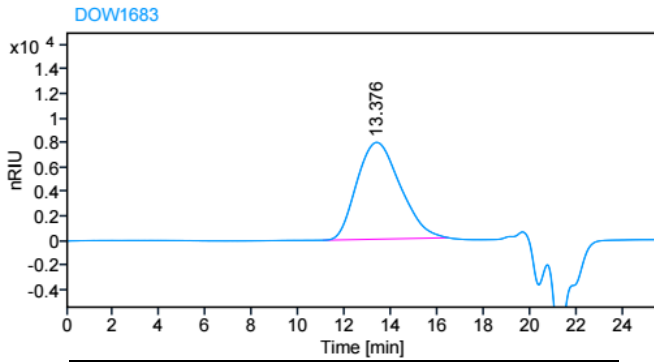
2. サンプルの解析

作成した較正曲線によりサンプルのGPC解析を行いました。PS 30k、DOW 1683サンプルのクロマトグラムおよび解析結果、分子量分布曲線を図3~5に示します。



	結果
ピークトップ時間 (min)	15.142
Mp	29980
Mn	25397
Mw	28896
Mz	32011
PD (Mw/Mn)	1.14

図3 PS 30k サンプルのクロマトグラムおよび解析結果



	結果
ピークトップ時間 (min)	13.376
Mp	215020
Mn	109189
Mw	272795
Mz	529000
PD (Mw/Mn)	2.50

図4 DOW 1683 サンプルのクロマトグラムおよび解析結果

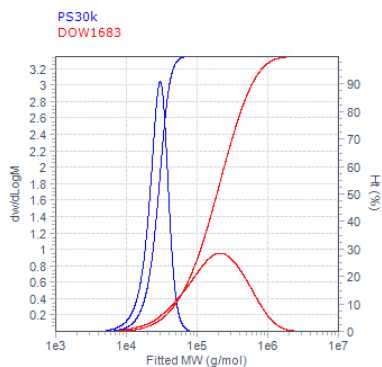


図5 各サンプルの分子量分布曲線

4. MW range 解析

MW range 解析では、積分されたピークにおける、任意の特定の分子量範囲の割合(%)を求めることができます(図7)。ここでは、High MW limit を50000、Low MW limit を1と設定し、分子量50000以下の割合を計算しました。DOW 1683サンプルおよびDOW 1683サンプルにPS30kを一定の割合で混合したサンプルについて解析を行ったところ、PS30kの混合量に応じ、分子量50000以下のポリマーの割合が異なっていることが示されました(図8)。

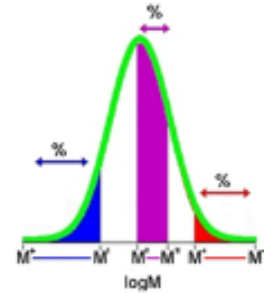
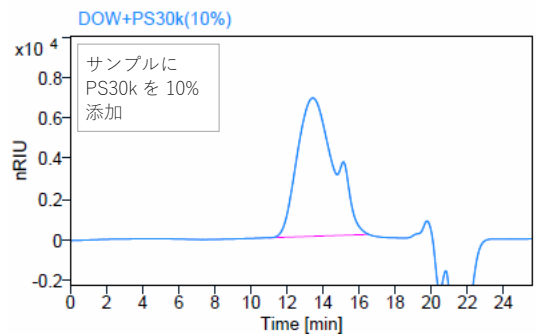
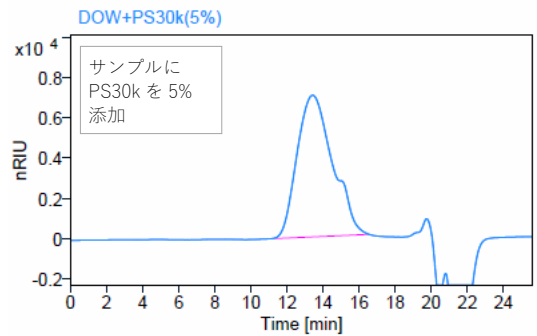
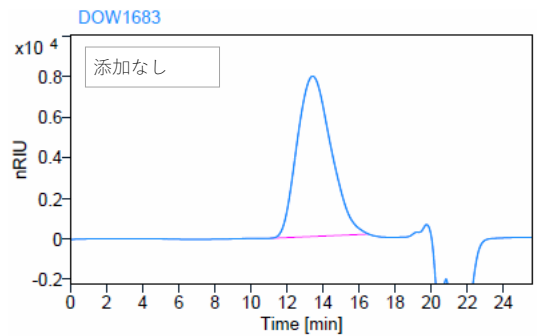


図7 MW Range 解析 イメージ



	分子量50k以下の割合(%)
添加なし	10.16
PS 30kを5%添加	14.06
PS 30kを10%添加	17.98

図8 DOW1683 および添加サンプルのクロマトグラム、MW Range 解析結果

3. GPC/SEC レポート

Agilent OpenLab CDS 2.x GPC/SECアドオンソフトウェアを使用したGPC解析結果は、OpenLab CDS 2.x ソフトウェアの標準機能であるインテリジェントレポートで出力することができます。本アドオンソフトウェアに標準で搭載されているGPC/SECレポートの他、表示項目や形式をカスタマイズすることが可能です(図6)。

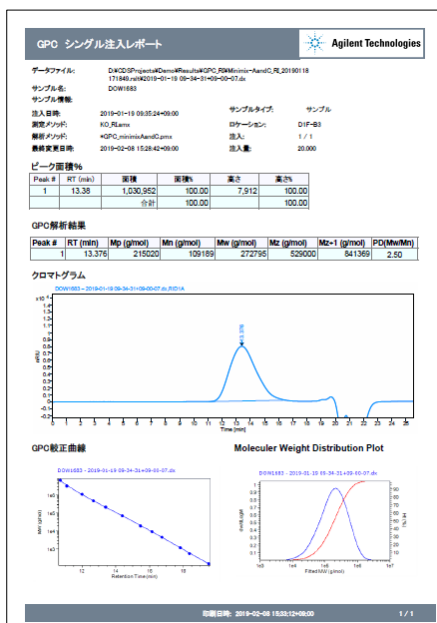


図6 GPC/SEC レポート例

5. Percentage Fraction 解析

積分されたピークにおける、任意の面積割合の部分の分子量範囲を求めることができます。ここでは、High Fraction 10%および Low Fraction 10% と設定し、DOW1683 サンプルについて、分子量の大きい（溶出容量の早い）ほうから10%および分子量の小さい（溶出容量の遅い）ほうから10%のピーク面積部分に相当する分子量範囲を計算しました（図9,10）。

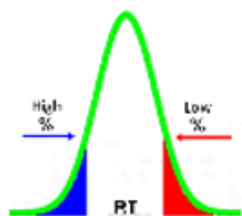


図9 Percentage Fraction 解析 イメージ

サンプル名	DOW1683
High fraction percent	10 %
High fraction RT (min)	12.472
MW at high fraction (g/mol)	599555
High fraction Mn (g/mol)	820339
High fraction Mw (g/mol)	888989
Low fraction percent	10 %
Low fraction RT (min)	14.696
MW at low fraction (g/mol)	49451
Low fraction Mn (g/mol)	26804
Low fraction Mw (g/mol)	32118

図10 DOW1683 Percentage Fraction 解析例

まとめ

Agilent OpenLab CDS 2.x GPC/SECアドオンソフトウェアを使用しGPC/SEC 測定および解析（分子量解析、レポート出力、MW Range 解析、Percentage Fraction 解析など）を行いました。

Agilent 1260 Infinity II LC システムの高い流量精度と優れた温度安定性が、分子量の測定に最高の確度と精度をもたらします。今回使用したPLgel MiniMIXカラムは、従来のGPCカラムと比較して溶媒消費量を約70%削減、分析時間を約1/3に短縮することが可能です。また、バイアルに溶媒を追加するだけで混合標準ポリマーが調製可能なEasiVialキットを用いることで、作業時間の短縮も期待できます。これらのハードウェア、カラム、混合標準ポリマーと併せてAgilent OpenLab CDS 2.x GPC/SECアドオンソフトウェアを使用することで、非常に簡便に信頼性の高い結果が得られます。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Printed in Japan, February 21, 2019

LC-201902NA-001