

GPC/SEC を使ったポリスルホンと ポリエーテルスルホンの特性解析

著者

Thorsten Hofe
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、2 種類の技術的に重要なポリマー、ポリスルホン (PSU) とポリエーテルスルホン (PES) のモル質量分布の測定について説明します。GPC/SEC は、ポリマー材料のさまざまな物理的特性に影響を与える特性であるポリマーの分子量分布を評価する手法としてよく知られています。

はじめに

ポリスルホン (PSU) は高性能ポリマーに分類される非結晶の芳香族ポリマーで、温度安定性、高温での変形剛性、化学耐性、電気性能、難燃性、強靭性など卓越した特性を示します。逐次重合ポリマーの特性はモル質量とモル質量分布に大きく依存します^{1,2}。

PSU は、その傑出した特性により、生体試料群に属し、機械的および温度的に安定したメンブレンの生産に使用されます。難燃性に優れている (熱や煙の排出が少ない) ため、PSU は航空機などに使われます。用途によっては、PSU をより溶けやすくする必要があり、このような場合、エーテル結合基に基づいて、人工的な軟化を施します。これらのポリマーは PSU のサブクラスで、ポリエーテルスルホン (PES) と呼ばれます。優れた PSU 特性は一定に保たれますが、PES の剛性、ガラス転移温度 (Tg)、溶液粘度が低くなります。

実験方法

表 1. 機器およびサンプル条件

	条件
ポンプ	イソクラティックポンプ 流量：1 mL/min 移動相：ジメチルアセトアミド、臭化リチウム 5 g/L
注入システム	オートサンブラ 注入量：50 μ L
カラム	GRAM 高分子量コンビネーション： GRAM 10 μ m プレカラム、8 \times 50 mm (p/n AMA080510) GRAM 10 μ m 100 \AA 、8 \times 300 mm (p/n AMA0830101e2) 2 \times GRAM 10 μ m 3,000 \AA 、8 \times 300 mm (p/n AMA0830103e3)
温度	70 $^{\circ}$ C
サンプル濃度	2 ~ 3 mg/mL
キャリブレーション	Agilent ReadyCal キット ポリメタクリル酸メチル (p/n PSS-MMKITR1)
検出器	示差屈折率 (RI) 検出器
ソフトウェア	Agilent WinGPC

結果と考察

モル質量の微分分布情報は、ポリマー生産工程、およびポリマー材料のポリマー性能とモル質量特性の相関関係に対する深い知見をもたらします。信頼性と堅牢性を備えた GPC/SEC の結果を得るには、カラムと溶媒とポリマーのバランスが取れたシステムの提供が重要です。

図 1 は、GRAM カラムセットを固定相、0.5 % 臭化リチウムを含むジメチルアセトアミド (DMAC) を移動相として、70 $^{\circ}$ C で測定した PSU および PES サンプルの重ね表示を示します。

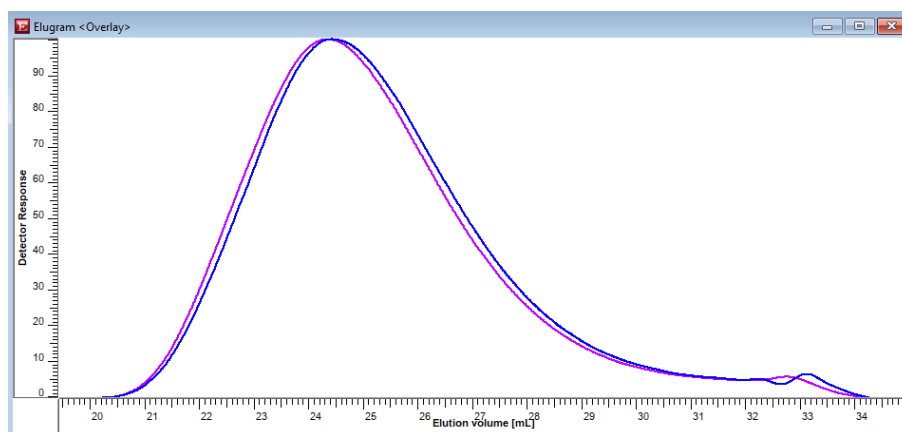


図 1. PSU (青) と PES (紫) サンプルの重ね表示 (RI トレース、正規化後の検出器の反応)

GRAM 高分子量コンビネーションは、GRAM 10 μm ガードカラムと、100 \AA カラム 1 本および 3,000 \AA カラム 2 本で構成されています。このコンビネーションは低分子量領域に妥当な分解能をもたらします。図 2 に対応する分子量分布 (MWD) を示します。どちらのサンプルも MWD は同等で、低分子量範囲から始まる広い分布を示しています。

結論

GPC/SEC は PSU と PES の全体的な分子量分布を決定する優れたツールです。ジメチルアセトアミドなどの疎水性極性有機溶媒で使用する固定相には GRAM カラムが推奨されます。

参考文献

1. Mark, J. E. Polymer Data Handbook; Oxford University Press, Inc. **2011**.
2. Ehrenstein, G. W. Polymere Werkstoffe; Carl Hanser Verlag, **2011**, p 325.

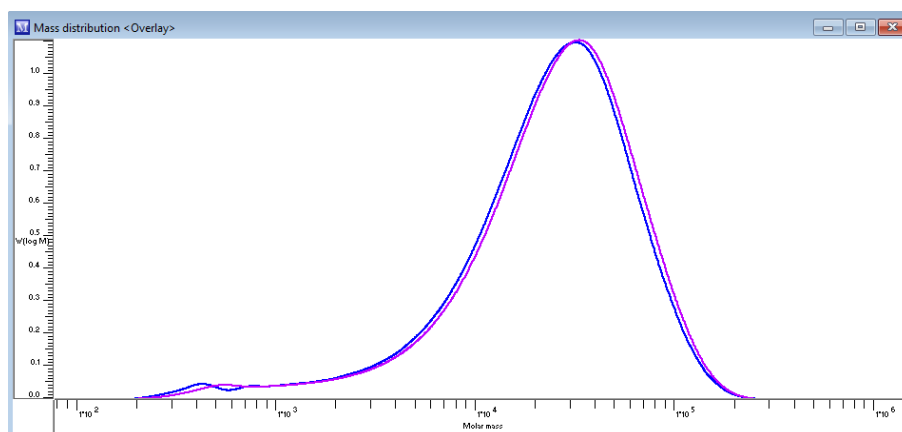


図 2. PSU(青)と PES(紫) サンプルの分子量分布の重ね表示 (PMMA 標準物質、ReadyCal キット PMMA [p/n PSS-MMK1TR1] を使ったキャリブレーションに基づく)

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おりません。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。

DE88636399

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020, 2023

Printed in Japan, February 17, 2023

5994-5725JAJP