

# THF に含まれるオリゴマーと 低モル質量ポリマーの GPC/SEC 分析

Agilent SDV 3  $\mu\text{m}$  カラムでの高分解能

## 著者

Jasmin Preis and  
Mathias Glaßner  
Agilent Technologies, Inc.

## 概要

このアプリケーションノートでは、1 本の Agilent SDV 1,000 Å カラムで、サイズが 3、5、および 10  $\mu\text{m}$  の粒子を使用した場合の GPC/SEC 測定におけるオリゴマー分解能を比較します。また、3 本の SDV 3  $\mu\text{m}$  カラムセットを使って、ポリメタクリル酸メチル (PMMA) オリゴマーを分析し、その分離能力と達成可能な分解能を示します。

## はじめに

GPC/SEC カラムで小粒子を使用すると、間隙容量が減少し、バンドの拡大を抑えられるため、分解能が向上します。粒子のサイズが小さければ小さいほど、背圧が高まりますが、せん断劣化のリスクがあるため、超高分子量種の分析ではこれを考慮する必要があります<sup>1</sup>。

しかし、オリゴマーと低分子量サンプルの GPC/SEC 測定で、定義されたオリゴマーを高分解能で分離することが必要な場合は、3 μm 以下の小粒子のカラムを選択する必要があります。

## 結果と考察

分子量 564 Da のポリスチレン (PS) オリゴマーの GPC/SEC の固定相として、粒子サイズ 3、5、および 10 μm の SDV 1,000 Å カラムを使用しました。図 1 は、結果として得られた溶出図の重ね表示です。

予想どおり、SDV カラムの粒子サイズが大きくなるとともに、PS オリゴマーの分解能が向上しています。3 および 5 μm カラムの溶出図と比べると、分解能の向上がさらにはっきりしていて、分離されたオリゴマーの数も増えています。

## 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：1.0 または 0.5 mL/min 移動相：テトラヒドロフラン
注入システム	オートサンブラ 注入量：20 μL
カラム	SDV 3 μm 1,000 Å, 8 × 300 mm (p/n SDA0830031e3) SDV 5 μm 1,000 Å, 8 × 300 mm (p/n SDA0830051e3) SDV 10 μm 1,000 Å, 8 × 300 mm (p/n SDA0830101e3)  SDV 超低分子量コンビネーション： SDV 3 μm プレカラム, 8 × 50 mm (p/n SDA080503) SDV 3 μm 100 Å, 8 × 300 mm (p/n SDA0830031e2) SDV 3 μm 100 Å, 8 × 300 mm (p/n SDA0830031e2) SDV 3 μm 100 Å, 8 × 300 mm (p/n SDA0830031e2)
温度	23 °C
サンプル濃度	1.5 mg/mL
検出器	示差屈折率 (RI) 検出器
ソフトウェア	Agilent WinGPC

(SDV 3 μm カラムの数を増やして) 分離距離を延長し、流量を 0.5 mL/min に減らすと、オリゴマー分解能がさらに向上します。例えば、SDV 3 μm 100 Å カラム 3 本とガードカラム 1 本で構成される SDV 超低分子量コンビネーションを使って、低分子量 PMMA サンプル 4 個を分離すると図 2 のようになります。

す。モノマー単位 2、分子量 202 Da の単分散オリゴマー P2 が参照用として含まれています。PMMA サンプルでは、16 モノマー単位でオリゴマー分解能は最大 P16 に達しました。

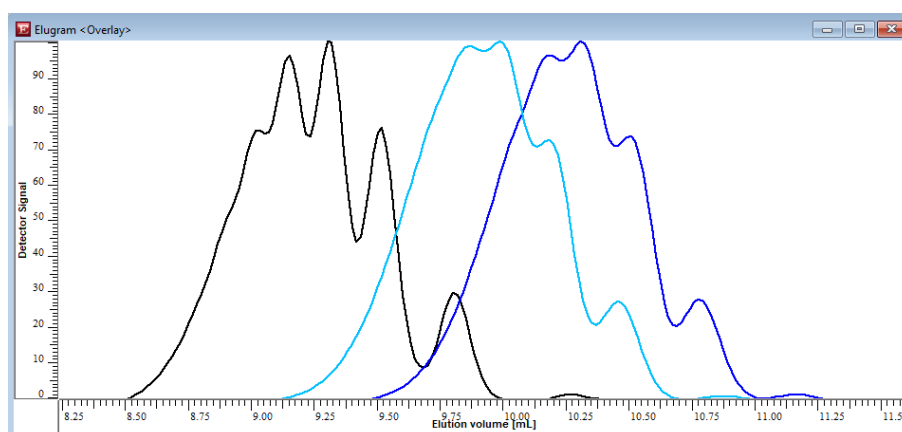


図 1. PS Mw 564 Da の重ね表示 (RI トレース、正規化後の検出器の反応) : SDV 3 μm 1,000 Å (黒色の線)、SDV 5 μm 1,000 Å (青色の線)、SDV 10 μm 1,000 Å (水色の線)

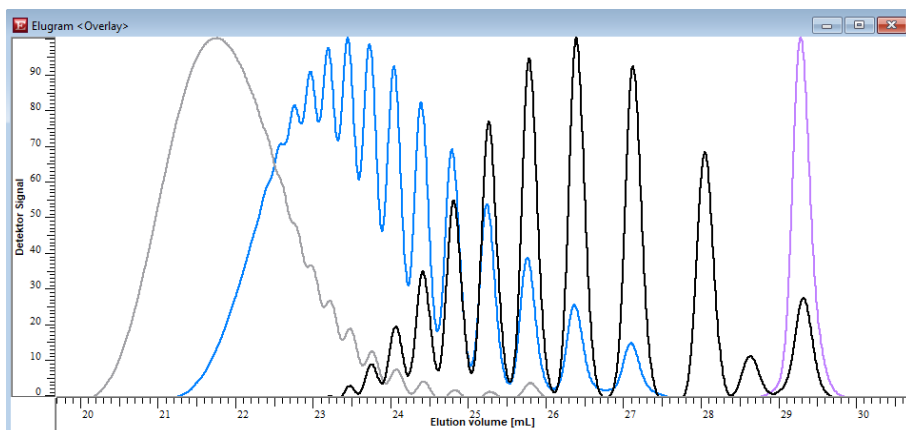


図 2. 4 種類の PMMA 標準の重ね表示 (RI トレース、正規化後の検出器の反応) : Mw 202 Da (紫色の線)、Mw 573 Da (黒色の線)、Mw 1,220 Da (青色の線)、Mw 2,180 Da (灰色の線)

## 結論

Agilent SDV 3  $\mu\text{m}$  カラムの使用により、分解能が大きく向上します。特に移動相として THF を使用し、オリゴマーと低分子量ポリマーを GPC/SEC 分離するときに顕著です。SDV 3  $\mu\text{m}$  を 3 本セットで使用し、流量を減らすことで、高解像度を達成できます。

## 参考文献

1. Striegel, A. M. *et al.* Modern Size-Exclusion Liquid Chromatography; Second Edition, Wiley & Sons Inc., **2009**.

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://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](mailto: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。

DE77417461

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020, 2023

Printed in Japan, March 2, 2023

5994-5722JAJP