

超高分子のGPC (カラムの選択)

重量平均分子量 (Mw) が数百万を越える様な高分子のGPC測定では、分子鎖切断 (shear; シア, 「切る」の意) に十分留意しなければなりません。この原因については、ゲル微粒子間隙、焼結フィルター (ステンレスフリット) などが挙げられ、さらに線速、試料濃度そして注入量も影響を及ぼします。

下図は、重量平均分子量 (Mw) 約 5×10^6 (カラム: TSKgel GMH_{HR}-H(S) x 2, 溶離液: THF, 流速: 0.5ml/min 測定時) のアクリルポリマーを、各種カラム系 (TSKgel SuperHM-Hについては、流速も変化) にて測定して得られたクロマトグラムです。

超高分子測定用カラムであるTSKgel GMH_{HR}-H (S)を用いた場合に比べ、GMH_{HR}-HあるいはSuperHM-Hでは対称性の悪いピーク形状となっており、ポリマーの分子鎖切断が起こっていることが示唆されます。従って、このような超高分子のGPC測定でSuperHM-H (あるいは、GMH_{HR}-H)を用いる際は、通常設定している流速以外に遅い状態で、いくつか試料濃度を変化させて測定し、ピーク形状、Mw、微分分子量曲線に変化の無いことを確認する必要があります。

測定条件

カラム: ① TSKgel GMH_{HR}-H (S) x 2 (7.8mm i.d. x 30cm x 2本)
② TSKgel GMH_{HR}-H x 2 (7.8mm i.d. x 30cm x 2本)
③ TSKgel SuperHM-H x 2 (6.0mm i.d. x 15cm x 2本)

溶離液: THF

流速: ① 0.5 ml/min
② 0.5 ml/min
③ 0.6, 0.3, 0.15 ml/min

温度: 40 °C

注入量: ① 50ul, ② 50ul, ③ 10ul

試料: アクリルポリマー

濃度: 0.05 %w/v

検出: 示差屈折計

装置

HLC-8120GPC

SC-8020

