

TSKgel MultiporeH_{XL}-M を用いたフェノール樹脂の分析

GPCの測定において、比較的分画範囲の広い試料を測定する場合、カラム系としては、ポアサイズの異なる種類の単品グレードを複数接続したもの、又は、ミックスグレードを複数接続したものが使用されます。

しかし、このようなカラム系によって得られた較正曲線において、次のような問題点が生じる可能性があります。まず第1に、較正曲線に十分な直線性が得られない点です。この結果、較正曲線の傾きが徐々に変化する付近において、その成分の分離の程度が変化してきます。第2に、各単品グレードの較正曲線の違いに起因した、各グレードの排除限界分子量付近に変曲点が認められる事です。この結果、クロマトグラムの異常や歪みが生じることになります。このような場合、クロマトグラム上のピーク形状の異常の原因が、試料由来か、カラムの接続法由来か不明確となります。

今回、多分散型細孔径GPCカラム TSKgel MultiporeH_{XL}-M を用いてフェノール樹脂の分析を行い、単品グレードを接続した時に得られるクロマトグラムとの比較を行いましたので、報告致します。試料としては、重量平均分子量5000程度のノボラック型フェノール樹脂を使用し、カラム系としては、TSKgel MultiporeH_{XL}-M x 4とTSKgel G4000+3000+25000+2000H_{XL}で比較致しました。

TSKgel MultiporeH_{XL}-M を使用した場合、単品グレードの接続によって得られるクロマトグラムに認められるような異常や歪みも現れず、また、極めて直線性の高い較正曲線が得られており、試料の品質管理等に極めて有用と考えられます。

測定条件

カラム	: TSKgel MultiporeH _{XL} -M x 4(7.8mmI. D. x 30cm x 4)
	: TSKgel G4000+3000+25000+2000H _{XL} (7.8mmI. D. x 30cm x 4)
溶離液	: THF
流速	: 1.0mlmin ⁻¹
注入量	: 100μl
温度	: 40°C
試料	: ノボラック型フェノール樹脂(1.0mgml ⁻¹)

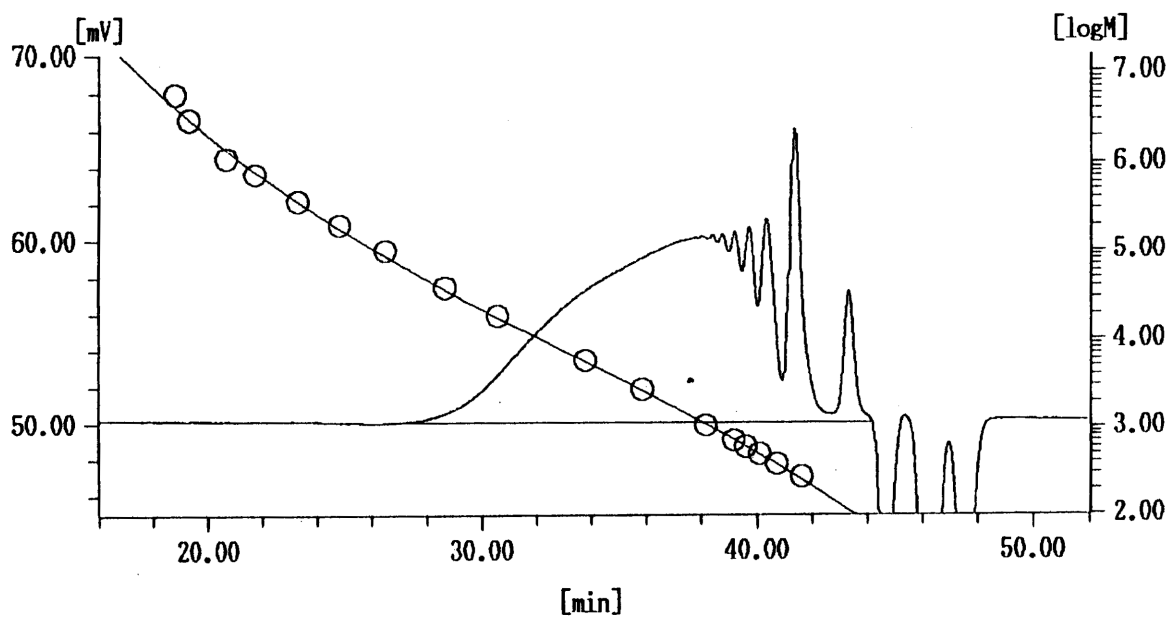


Fig.1 TSKgel MultiporeH_{xL}-M x 4

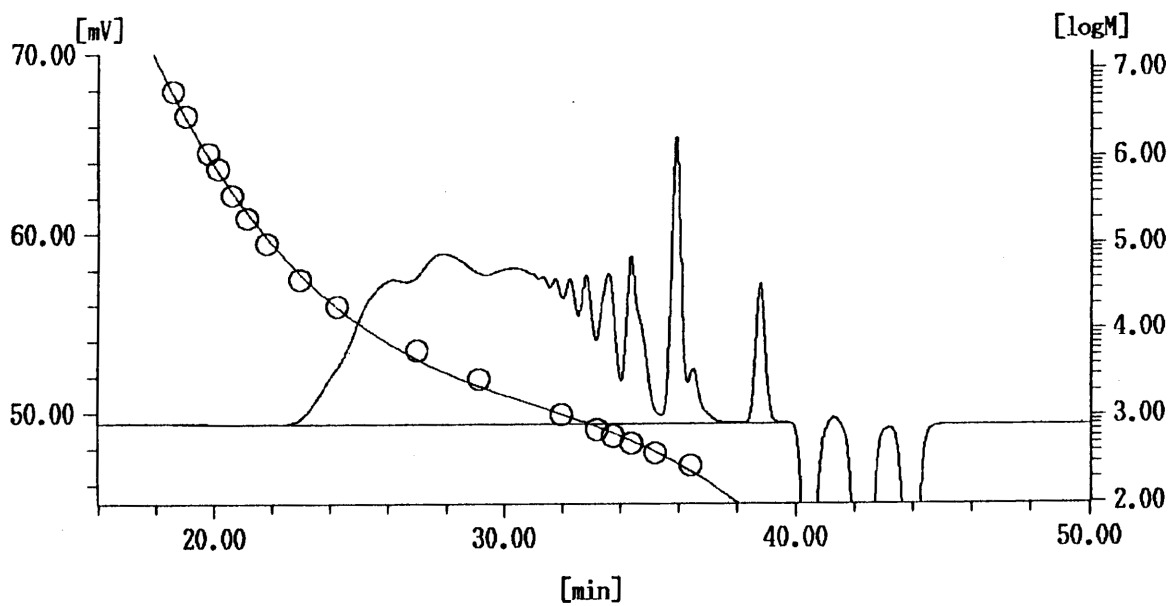


Fig.2 TSKgel G4000+3000+2500+2000H_{xL}