

●サイズ排除クロマトグラフィーを用いた 高分子材料の分子量評価

TN536

Molecular Weight Evaluation of Polymer Materials by Size Exclusion Chromatography

[概要]

高分子の材料や製品を扱う際、品質管理や研究開発においてその物性を把握するために分子量を測定することがとても重要です。高分子材料の分子量測定法には粘度法や浸透圧法、光散乱法、サイズ排除クロマトグラフィー（SEC：Size Exclusion Chromatography）法※などがあります。その中でも SEC 法は分子量と分子量分布の両方を同時に測定できるため、高分子分野で広く利用されている手法です。

当社は固体、液体、粉体、粘着物など、さまざまな形状の試料を分析できます。試料の化学構造と様々な材料の評価で培った分析ノウハウを活用し、通常では評価が難しい材料でも検討可能です。以下に SEC 法の測定原理および評価事例を紹介します。

※ 別名 GPC：Gel Permeation Chromatography：ゲル浸透クロマトグラフィー

Keywords: ポリマー、樹脂、分離分析、劣化評価、受託分析

[測定原理]

SEC は高速液体クロマトグラフィーの分離モードの 1 つで、物質を分子サイズによって分離する手法です。試料の分離はカラムの充填剤の細孔の大きさに影響を受けます。分子サイズが細孔径より大きい分子は細孔に入ることができず、最も早くカラムから溶出します。一方、分子サイズの小さいものは細孔の奥まで入り移動距離が長くなるため、それだけカラムからの溶出が遅れます（Fig. 1）。

実際の分析では分子量既知の標準物質を RI（Refractive Index：示差屈折率）検出器で測定し、溶出時間と分子量の関係から求めた校正曲線を用いて、試料の相対分子量を求めます。

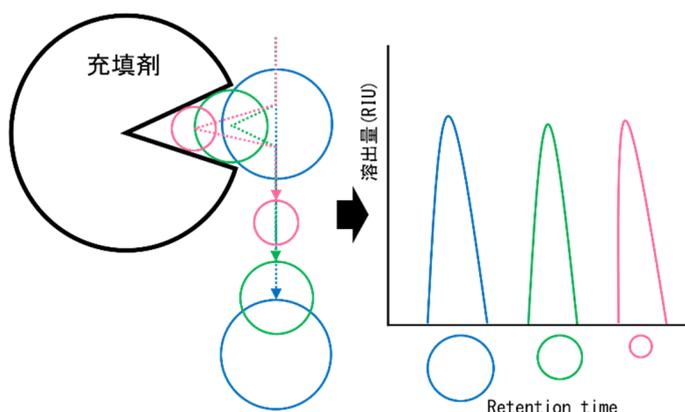


Fig.1 Separation mechanism of SEC

[測定条件]

試料を溶媒に溶解させた後、ろ過した溶液を測定します。また、単純な溶解・ろ過だけでなく多様な前処理を行うことで試料を測定することができます（Table1）。

Table1 Sample preparation methods

処理	方法
乾燥	真空乾燥、凍結乾燥、窒素吹き付けによる乾燥
分離・精製	超遠心分離、再沈精製、限外ろ過、吸引ろ過
その他	不活性ガス下での操作、凍結粉砕

Table2 に対応可能な測定条件の一例を示します。

Table2 Suitable solvent for SEC

溶媒		分析対象例
プロトン性極性溶媒	水系、有機溶媒を含む水	多糖類、ポリアクリル酸
非プロトン性極性溶媒	DMF、NMP	ポリフッ化ビニリデン、ポリアミド
無極性溶媒	THF、クロロホルム、トルエン	フェノール樹脂、ポリスチレン

[事 例]

SEC を用いて 3 種のカルボキシメチルセルロース (CMC) を測定した事例を紹介します。CMC は蓄電池、食品、化粧品などの幅広い分野で、増粘剤や分散剤として利用される高分子材料です。CMC は天然のセルロースから半合成して製造されるため、分子量にばらつきが生じることがあり、それが性能の安定性に影響を及ぼすことがあります。

本事例では、標準物質として CMC と同じ多糖類であるプルランを用い、メーカーの異なる CMC を評価しました。Fig.2 は横軸に「LogM (分子量の対数)」、縦軸に「単位 LogM 当たりの重量分率」を示した分子量分布のグラフです。市販品 A と B は分布の中心はほぼ同じですが、B の方により低分子が多く存在することがわかります。また、C は A および B と比較して、分布が広く全体的に低分子が多く存在することが確認できます。このように、SEC を用いて分子量分布を測定することで、試料の差を視覚的に評価することができます。

さらに、Table3 のように平均分子量や分散比を数値化することもできます。このような解析を用いれば、同一材料の経時的な測定から、品質異常を早期に発見できることが期待できます。

高分子材料を扱う際に何かお困りごとがございましたら、お気軽にご相談ください。お客様の課題解決に貢献いたします。

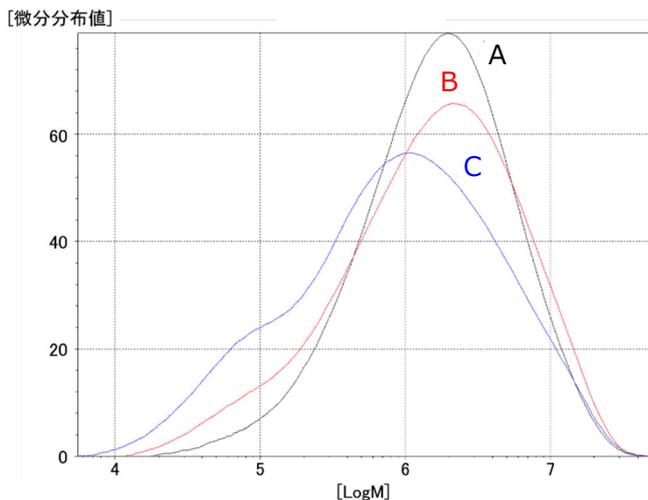


Fig.2 Molecular weight distribution of CMC

Table3 Average molecular weight of CMC

市販品	Mn 数平均分子量	Mw 重量平均分子量	Mw/Mn 分散比
A	710,000	3,000,000	4.2
B	440,000	3,200,000	7.3
C	220,000	2,400,000	11