

【技術資料】溶液 NMR によるタンパク質の側鎖解析

概要

熱可塑性プラスチックの分子量や分子量分布は成形加工性に影響を与えるため、重要です。分子量や分子量分布は通常は GPC (SEC) で測定・評価されています。一方、線形粘弾性は、分子量・分子量分布といった分子の一次構造を反映しているため、線形粘弾性から分子量・分子量分布を評価する試みも良く行われています。しかしながら、様々な理由から、GPC と線形粘弾性から評価した分子量分布は必ずしも一致しません。そのため線形粘弾性を GPC 測定 の代替として使うことはできませんが、GPC で測定しにくい樹脂の評価や、試料間の相対的な違いを評価する(例えば、ロット管理など)には有効です。

本技術資料では、粘弾性測定結果から分子量分布を評価し、GPC による評価結果と比較した事例を紹介します。

分析事例

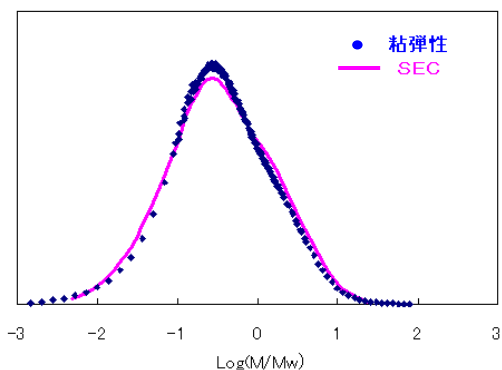
線形粘弾性から分子量分布を評価する様々な手法が提案されていますが、ここでは Wood ら¹⁾によって提案されている複素粘度(η)を用いた方法(式 1)を用いました。

$$w(\log m) = \left[\frac{-\text{Ln}(10)}{m \nu^2} \right] \left[\frac{\eta}{\eta_0} \right]^{\frac{1}{\alpha}} \left[\alpha \frac{d^2 \text{Ln}(\eta)}{d \text{Ln}(\omega)^2} + \nu \frac{d \text{Ln}(\eta)}{d \text{Ln}(\omega)} + \left(\frac{d \text{Ln}(\eta)}{d \text{Ln}(\omega)} \right)^2 \right] \quad \text{式 1}$$

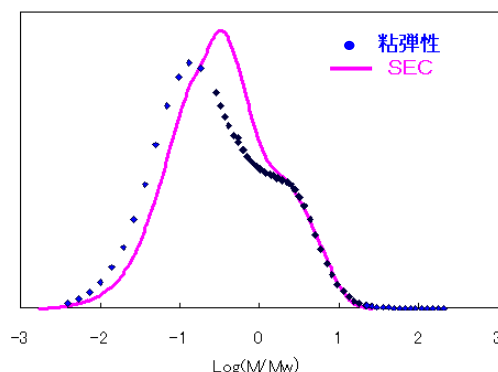
$$m = \left[\frac{\omega_c}{\omega} \right]^{\frac{\nu}{\alpha}}$$

$w(\log m)$: 評価した分子量分布、 m : 換算分子量、 η : 複素粘度、 η_0 : ゼロずり粘度、 ω : 角速度、 ν : 高 ω 側の η の傾き、 α : 3.4、 ω_c : 高角速度側の粘度を低角速度側に外挿した際のゼロずり粘度と交点

式 1 を高密度ポリエチレン、低密度ポリエチレンに適用した結果を図 1、2 に示します。検討した結果、直鎖構造の高密度ポリエチレンに対しては、比較的単純な分子量分布であれば、式 1 は有効であることが分かりました。一方、分岐構造をもつ低密度ポリエチレンでは、形状が GPC とは異なっており、分岐の影響があることが分ります。同種の試料について検討したところ、GPC の結果と一致するものはなかったものの、試料間の違いは GPC と同様の傾向になり、定性的な評価には有効であることが分かりました。



【図 1】高密度ポリエチレン測定結果



【図 2】低密度ポリエチレン測定結果

参考文献 1) Wood-Adams et.al., Macromol., 33, 7481 (2000)