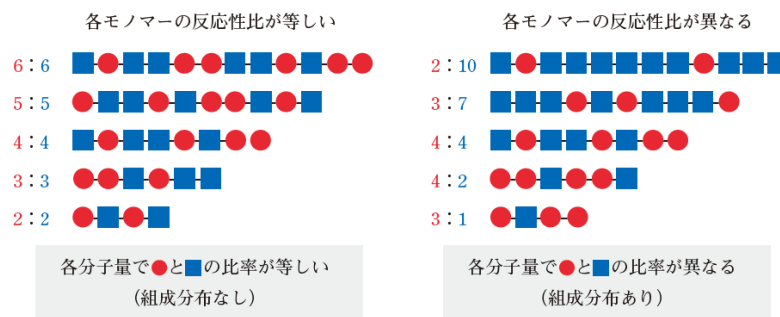


## 【技術資料】分取用 GPC 装置を用いた高分子の分別・精製

### 概要

分取用 GPC 装置を用いた分別・精製事例を紹介します。高分子中の特定成分を構造解析するためには分取が有効です。

一般的に高分子の分子量は均一ではなく、分布を持っています。近年、高機能化を目的として、複数種の成分から構成される共重合体が盛んに研究されています。共重合体の場合、各種性質に影響する分子量、分子量分布に加え、組成分布やその分子量依存性も重要であり、分析するうえで特定成分の分離・精製が必要となっています。図 1 に共重合体の組成分布のイメージ図を示します。



【図 1】 高分子共重合体における組成分布のイメージ

分取の実例として PHS (Polyhydroxystyrene) の高分子量成分を分取用 GPC 装置にて分別・精製し、大量の単分散試料を分取した事例を紹介いたします。

今回用いた PHS はホモポリマーですが、共重合ポリマーでも同様に分取を行うことが可能です。

### 分析条件

試料	: PHS (Polyhydroxystyrene、Aldrich 製, 436225-5G)
分取置	: LaboACE LC-7080 (日本分析工業製)
カラム	: TSKgel G2000H <sub>HR</sub> (21.5mmI.D. × 30cm) × 2 本 (東ソー製)
溶媒	: THF (安定剤不含)
流速	: 6.0mL/min
試料濃度	: 0.5 mg/mL

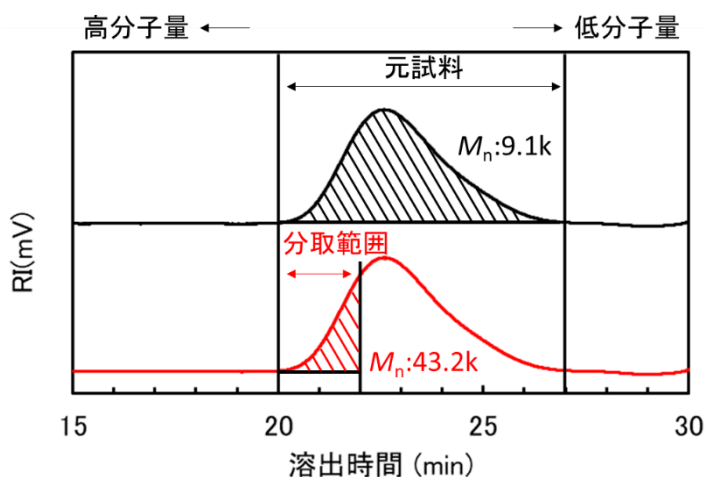
表 1 に一般的な分析用 GPC①と本技術資料で用いた分取用 GPC②の測定条件の比較を示しました。分取用 GPC②は分析用 GPC①の 25 倍以上の試料を注入できるため、目的成分を大量に回収することができます。一方で、検出器の S/N は分析用 GPC①に対して低いため、分取した試料の正確な分子量を求めるためには分析用 GPC①で評価する必要があります。

【表 1】各 GPC の測定条件

装置	カラムサイズ	溶液濃度 mg/mL	溶液注入量 mL	ポリマー注入量 mg
分析用 GPC①	7.8mmI.D. × 30cm	1.0	0.1	0.1
分取用 GPC②	21.5mmI.D. × 30cm	5.0	5.0	25

## 測定結果

図 2 に分取用 GPC②の RI クロマトグラムを示します。



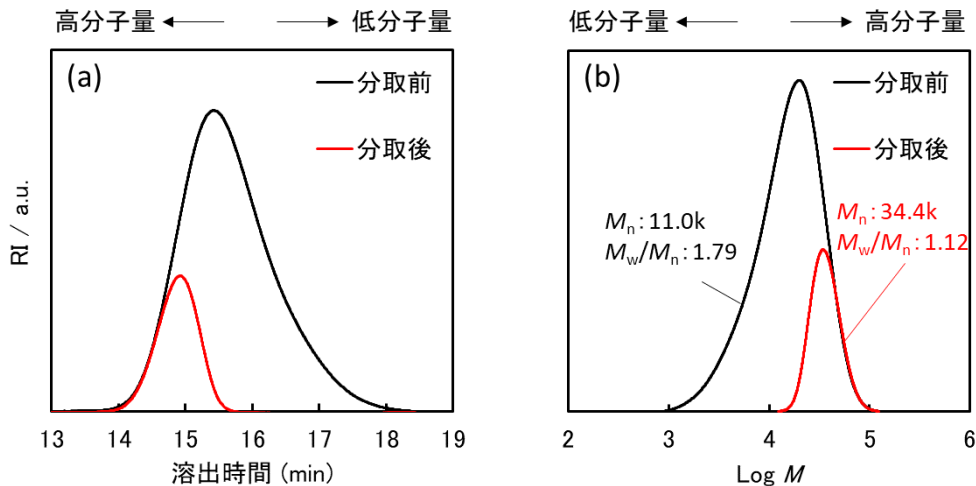
【図 2】分取用 GPC②の RI クロマトグラム

今回の試薬は 20～27 分の範囲(黒の網掛け部)で溶出しました。分取用 GPC②で分子量を求めた結果を表 2 に示します。このうち、赤の網掛けの範囲(高分子量成分)を狙って分取しました。計算上、分取される成分の  $M_n$  は  $4.3 \times 10^4$  となります(表 1)。しかし、先に述べたように、分取用 GPC②の検出器の S/N は分析用 GPC①と比較して低いため、分析用 GPC①にて正確な分子量を評価し、狙った分子量成分が分取できているか、確認する必要があります。

【表 2】分取用 GPC②による分子量評価と分取成分

	黒の網掛け部分(実測値)	赤の網掛け部分(計算値)
数平均分子量( $M_n$ )	$9.1 \times 10^3$	$4.3 \times 10^4$
重量平均分子量( $M_w$ )	$2.0 \times 10^4$	$4.7 \times 10^4$
分子量分布指標( $M_w/M_n$ )	2.2	1.1

図3(a)および(b)に分析用GPC①の測定による分取前後のRIクロマトグラムおよび微分分子量分布曲線を示します。分析用GPC①で評価した分取成分の $M_n$ は $3.4 \times 10^4$ で、ほぼ目的通りの分子量成分を分取できました。更に、低分子量成分が除去されたことで $M_w/M_n$ が小さくなりました。 $M_w/M_n$ が1に近づくと試料は単分散であるといえます。このように分取用GPC②を用いることで、目的とした分子量を単分散に近い状態で回収することができます。



【図3】分取前後の分析用GPC①の(a)RIクロマトグラムおよび(b)微分分子量分布曲線

今回の条件では、一回の分取で目的分子量の成分が3~5 mg 得られました。これは、 $^1\text{H}$  NMR や、赤外分光、ガスクロマトグラフィーなどが実施できる量です。本装置を使用すれば短時間で目的とする分子量成分を単分散に近い状態で分取し、構造解析を行うことが可能です。

#### 主な適用分野

- 合成物の分離・精製
- 目的成分の分別

当社では、高分子材料の大量分取をはじめとした各種分析を受託しており、皆様の研究開発のお役に立ちたいと考えております。

適用分野：合成高分子、天然高分子

材料キーワード：共重合体、プラスチック、高分子、精製、合成、分別、単分散