



本号のカラム Shodex GPC KD-806M

本号のサンプル ポリビニルピロリドン

多角度光散乱検出器 (MALLS) でポリビニルピロリドン (K-90) の分離挙動の追跡を行いました。

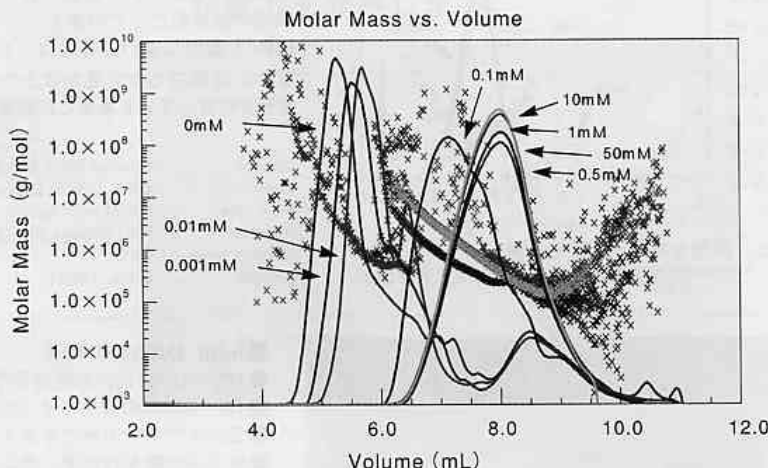


図1. PVP (K-90) の分子量～保持容量の関係と RI クロマトグラム

Column : Shodex GPC KD-806M
 Eluent : DMF, LiBr in DMF
 Flow rate : 1.0 mL/min
 Detector : [RI] Shodex RI-71, [MALLS] mini DAWN
 Column temp. : 40 °C
 Sample : 0.1%, 100 μL

DMF を溶離液として極性高分子を分析すると、ポリマー分子内のイオン性基同士が反発し合い分子の広がりが大きくなったり、会合を起こすため、見かけの分子サイズが大きくなります。この状態でサイズ排除クロマトグラフィー (SEC) での測定を行うと、溶出が極端に早くなったり、ピークの形状が乱れたりすることが知られています。

このような場合、臭化リチウム (LiBr) を溶離液に添加すると、イオン反発や会合が抑えられ、適正な SEC 分析を行うことができます。この場合の、LiBr の添加量については 10 mM 程度が適当と考えられていましたが、この点についての系統的な検討は行われていませんでした。

今回ポリビニルピロリドンおよび酢酸セルロースについて、溶離液中の LiBr 添加量の適正値に関する検討を行った結果、従来用いられてきた 10 mM の添加量が適正範囲内にあることが確認できました。上図のクロマトグラムは RI 検出器による検出結果を、×印は多角度光散乱検出器 (MALLS) による分子量を示します。(図が白黒のため多少見にくいかと思います。Shodex のホームページには、カラーで掲載しておりますので、ご興味のある方はホームページ <http://www.sdk.co.jp/shodex/japanese/dc0607> をご参照ください。)

本内容は、第3回高分子分析討論会 (1998・11・12～13 於 名古屋市工業研究所) で発表されたものです。

