

不具合解析に役立つ！

ここまでできる産業技術センターの測定・分析技術

環境・エネルギー係

樹脂の劣化評価に役立つ分子量分布測定

同じ種類のプラスチックでも重合度が違えば強度に違いが出てきます。

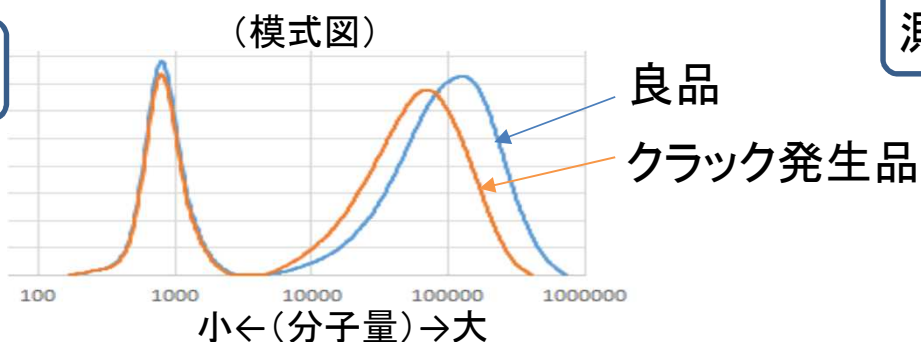
紫外線などの環境劣化や、薬品による分解などにより、分子量が低下することがあります。



GPC(ゲル浸透クロマトグラフィー)は
高分子材料の分子量および
分子量分布を測定できます。
(対象はTHF可溶樹脂)

また、フラクションコレクターによる
分子量分画も可能です。

測定例①



測定例②



◎クラックの発生した製品ロットを分析すると
分子量の低下が見られました。

◎分子量のピークは同様の原料でも
ロットにより分布のばらつきが異なりました。

不具合解析に役立つ！

ここまでできる産業技術センターの測定・分析技術

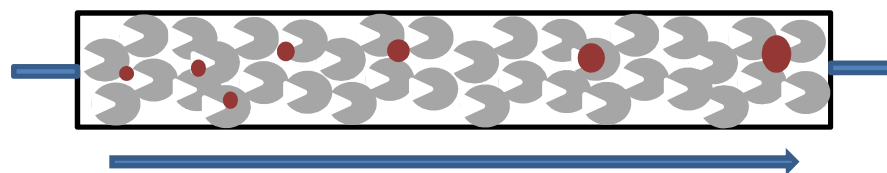
GPC(ゲル浸透クロマトグラフィー)とは

溶媒(THF) PDA検出器 RI検出器



コントロールPC オートサンプラー フラクションコレクター
送液ポンプ カラムオーブン

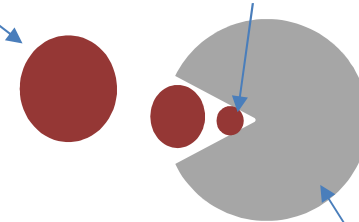
サイズ排除カラム
の模式図



溶媒、試料の流れ

分子サイズの
大きなポリマー

分子サイズの
小さなポリマー



カラム充填剤

測定したい高分子試料を液体クロマトグラフの手法でサイズ排除カラムを用いて分離、検出を行います。

分子サイズの小さなポリマーは充填剤の細孔に何度も入り込みながらカラムを通過するため遅く溶出されます。

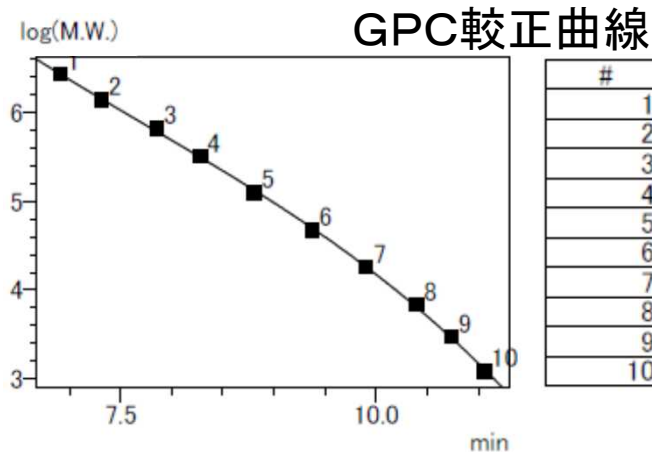
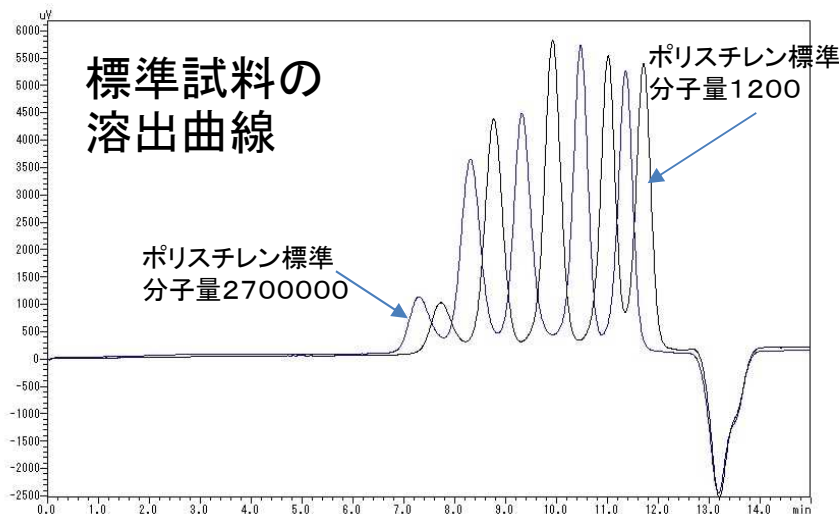
分子量既知の標準ポリマーの溶出時間を求めて、対象ポリマーの溶出時間を分子量に換算します。

不具合解析に役立つ！

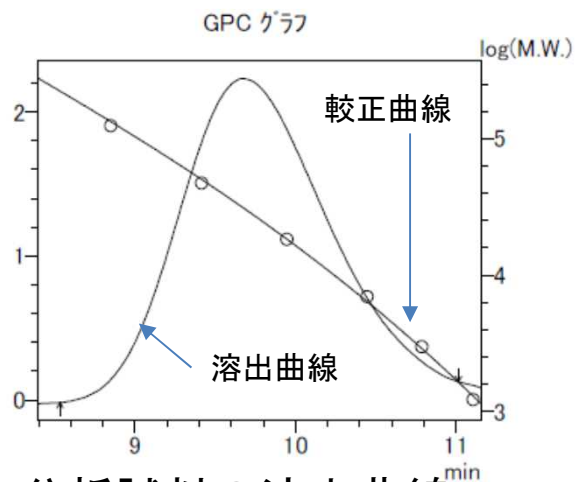
ここまでできる産業技術センターの測定・分析技術

分子量分布と平均分子量

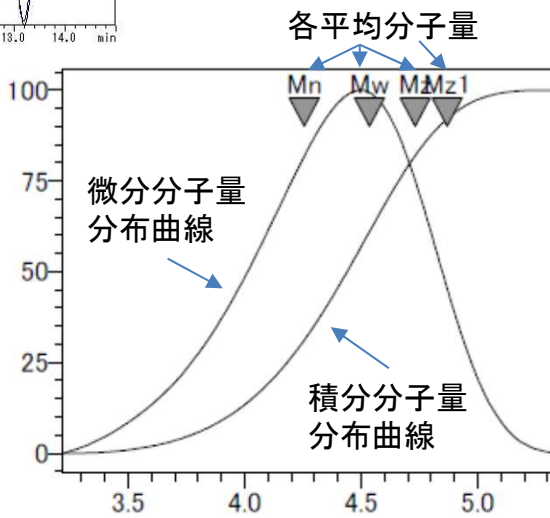
分子量分布測定では、分子量既知ポリスチレンの標準試料の溶出時間から分子量を換算する校正曲線を作成します。



#	時間(min)	分子量
1	6.909	2700000
2	7.311	1390000
3	7.854	661000
4	8.281	326000
5	8.809	124000
6	9.371	47200
7	9.901	18300
8	10.400	6940
9	10.736	2980
10	11.057	1220



分析試料の溶出曲線



分子量分布曲線

[平均分子量]
数平均分子量(Mn) 18039
重量平均分子量(Mw) 34368
Z平均分子量(Mz) 53995
Z+1平均分子量(Mz1) 74058
Mw/Mn 1.90521
Mz/Mw 1.57106

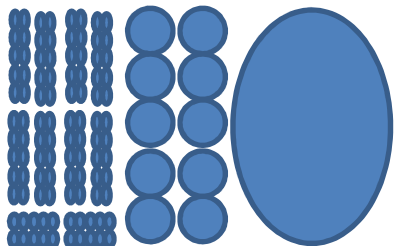
分析試料の溶出曲線より分子量分布、平均分子量が計算できます。

不具合解析に役立つ！

ここまでできる産業技術センターの測定・分析技術

各種の平均分子量

たとえば分子量100のポリマーが100
分子量が1000のポリマーが10
分子量10000のポリマーが1であったとき



数平均分子量 (Mn) の計算

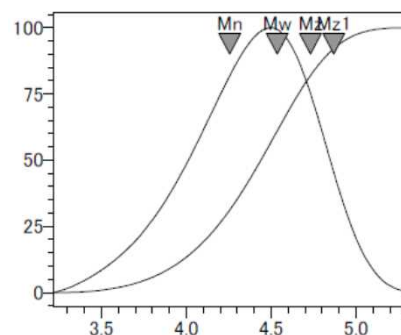
$$\frac{100 \times 100 + 1000 \times 10 + 10000 \times 1}{100 + 10 + 1} = 270$$

重量平均分子量 (Mw) の計算

$$\frac{(100 \times 100) \times 100 + (1000 \times 1000) \times 10 + (10000 \times 10000) \times 1}{100 \times 100 + 1000 \times 10 + 10000 \times 1} = 3700$$

数平均分子量は数の多いポリマーに引きずられ低めに計算されます。
重量平均分子量はポリマーの体積を考慮しており、物性値に反映します。

Mw/Mnが大きいほど、分子量のばらつきが大きくなります。



[平均分子量]	
数平均分子量(Mn)	18039
重量平均分子量(Mw)	34368
Z平均分子量(Mz)	53995
Z+1平均分子量(Mz1)	74058
Mw/Mn	1.90521
Mz/Mw	1.57106

不具合解析に役立つ！

ここまでできる産業技術センターの測定・分析技術

分子量分布、平均分子量測定の利用例

◎樹脂製品に割れが発生した

☆分子量が低いロット原料を用いていた？

➡ 正常品の原料と不具合品の原料を比較します。

☆紫外線など環境要因で劣化していた？

➡ 製品に耐候試験を行って分子量の低下を確認します。

☆水、アルカリ洗剤等が付着し加水分解していた？

➡ 付着再現試験を行います。



原因の究明のためにはGPC利用による
分子量分布や平均分子量の測定が有効です。

不具合解析に役立つ！

ここまでできる産業技術センターの測定・分析技術

対象となる樹脂の種類

THF(テトラヒドロフラン)に可溶性の樹脂が対象となります。

熱可塑性樹脂

ポリカーボネート(PC)
ポリスチレン(PS)
アクリル樹脂(PMMA)
ポリ塩化ビニル(PVC)
ポリ塩化ビニリデン(PVDC)

熱硬化性樹脂の 未硬化原料

エポキシ樹脂
フェノール樹脂

注 硬化後は測定できません。

センター保有カラム

GPC-80M(島津) 分子量1,000~20,000,000程度に対応します。

GPC KF-803L(Shodex) 分子量100~50,000程度に対応します。

お客様の持ち込みカラムでの分析も可能です。(要相談)

手数料・使用料

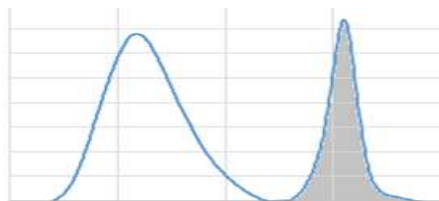
依頼試験手数料
19,000円/1件

機器開放使用料
2,160円/時間 (別途研修有り)

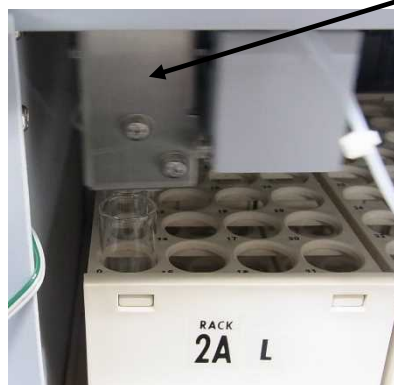
不具合解析に役立つ！

ここまでできる産業技術センターの測定・分析技術

フラクションコレクターの利用



複数のピークから
目的となる成分を



フラクションコレクターを用いて



分取することが可能です。

分取した試料はGC/MS等で
解析することが可能です。

