

# ポリ乳酸を主成分とする合成樹脂製容器の GPC分析

岩田 奈津紀

## ユーザーベネフィット

- ◆ ポリ乳酸 (PLA) を主成分とする合成樹脂製容器のGPC分析が可能です。
- ◆ ミックスゲルカラムを使用することで、分析時間、溶媒消費量を削減できます。

## ■はじめに

生分解性プラスチックなど合成高分子の分子量分布測定には、示差屈折率検出器を用いたGPC分析法が汎用されています。GPC分析においては、カラムの長さが長くなるほど分離は良くなりますが、比例して分析時間は長くなり、溶媒の消費量も増えます。

低分子から高分子まで幅広い分子量範囲の試料を分析する場合、一般に、その分子量範囲をカバーする低分子分析用のカラムと高分子分析用のカラムを連結して使用します。一方で、ミックスゲルカラムは、幅広い分子量範囲をカバーすることができるように設計されています。これにより、分析時間と溶媒消費量を削減可能です。

ここでは、Nexera GPCシステムと較正曲線が直線となるShodex GPC KF-805Lカラムを用いたPLAを主成分とする容器の分析例をご紹介します。

## ■PLA製カップの分析

一般に、生分解性プラスチックは、通常のプラスチックと同様の耐久性を持ち、使用後は自然界に存在する微生物の働きで最終的に二酸化炭素と水にまで完全に分解されるプラスチックと定義されています。中でも、PLAは植物由来のデンプンや糖を原料とするサステナブルな素材です。

試料は市販のPLA製のカップを用いました。図1にPLA製カップ (0.2%、溶離液で調製) のクロマトグラムを、表1に分析条件を示します。GPC KF-805Lカラムは、出荷時封入溶媒がテトラヒドロフランであるため、クロロホルムに置換して使用しました。置換方法は、次頁の[注意事項]をご参照ください。

表1 分析条件

System	: Nexera GPC
Column	: Shodex GPC KF-805L (300 mm×8.0 mm I.D.)
Flow rate	: 1.0 mL/min
Mobile phase	: Chloroform
Column temp.	: 40 °C
Sample	: 0.2% PLA solution
Injection volume	: 50 µL
Vial	: SHIMADZU LabTotal™ for LC 1.5 mL, Glass*1
Detection	: Refractive index (RID-20A) Cell temp. 40 °C

\*1 P/N: 227-34001-01

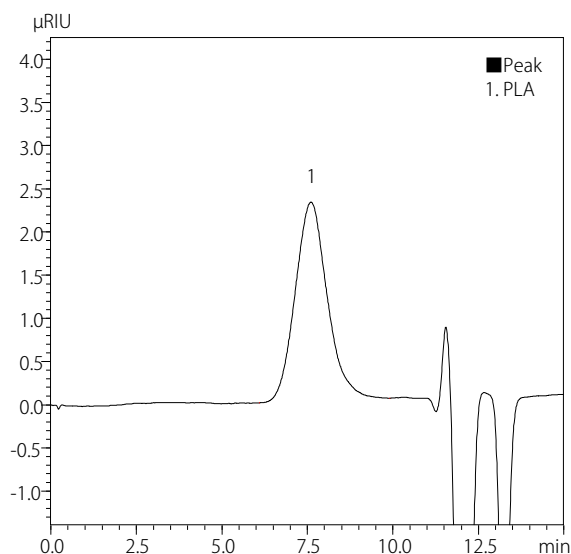


図1 PLA製カップのクロマトグラム

## ■較正曲線

ポリスチレン (PS) の標準マーカーを用いて、580~3,730,000の分子量範囲で較正曲線を作成しました。図2に較正曲線を示します。なお、解析には、当社ワークステーションLabSolutions™ GPCオプションソフトウェアを使用しました。

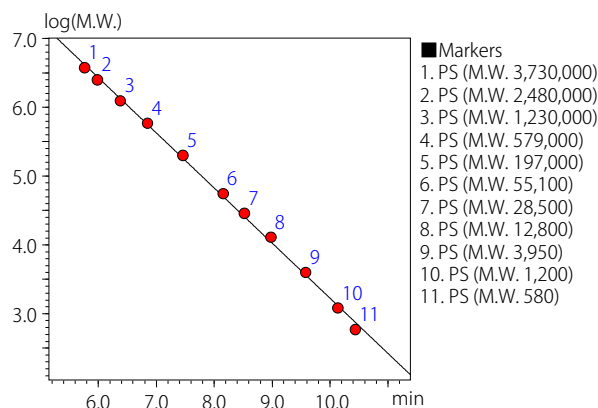


図2 較正曲線

## ■分子量分布

表1の条件で分析したPLA製カップの分子量分布を計算しました。表2に数平均分子量（Mn）、重量平均分子量（Mw）、分子量分布（多分散度：Mw/Mn）を示します。これらの計算結果はポリスチレン換算分子量となります。

また、本稿で使用した試料は、分子量範囲が2千～230万と分布が大きく、汎用GPCカラムでは、低分子分析用のカラムと高分子分析用のカラムの2本を連結して分析することになります。これに対して、本稿で使用したGPC KF-805Lカラムは、この分子量範囲を1本でカバーできるため、カラム1本分の分析時間と溶媒消費量をそれぞれ50%削減可能でした。

表2 GPC計算結果

Mn	Mw	Mw/Mn
81,900	179,600	2.19

## ■まとめ

PLAを主成分とする合成樹脂製容器のGPC分析を行いました。低分子から高分子まで幅広い分子量範囲の試料を分析する際、幅広い分子量範囲をカバーするミックスゲルカラムを用いることで、分析時間と溶媒消費量を削減することができました。

### [注意事項]

- カラム出口以降の配管、および、フィッティングはSUS製を用いました。
- 自動洗浄キットは使用していません。
- GPC KF-805Lカラムの出荷時封入溶媒はテトラヒドロフラン（THF）です。THFからクロロホルムへ置換する場合は、下記に示す手順で置換して下さい。
  - THFを常用流量の半分以下の流量で通液しながら、カラムを加熱します。
  - THFとクロロホルムの1:1の混合溶媒を45～75 mL通液します。

流量：常用流量の半分以下の流量  
カラム温度：加熱
  - クロロホルムを45～75 mL通液します。

流量：常用流量の半分以下の流量  
カラム温度：加熱
  - 流量、カラム温度を分析条件に変更し、ベースラインが安定したら分析を開始します。
- 詳しい情報につきましてはKF-805Lカラムの製造元の昭和電工株式会社へご確認ください。

Nexera、SHIMADZU LabTotalおよびLabSolutionsは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。