

## 特徴

- 高速、正確、再現性
- サンプル前処理なし
- 危険な溶剤や高温はありません
- シンプルな線形校正
- シンプルで信頼できる技術、未熟練者に適しています

## アプリケーション

分子量 (MW) は、ポリマーの重要な特性の1つです。それは、高分子の構造的特徴 (ポリマー鎖長、分岐、共重合変換) と相互に関連しており、材料やポリマーベースの製品の物理的特性に影響を与えます。分子量測定は、特に品質管理のためだけでなく、新しい材料の研究開発においても、ポリマー製造のさまざまなステップで「必須」と見なされています。

## NMR法の利点

ポリマーの分子量を決定するために使用されるいくつかの手法があります。

- ゲル浸透クロマトグラフィー (ASTM D5296)
- 粘度測定 (ASTM D1601、ASTM D4603およびASTM D1243)
- 光散乱 (ASTM D4001)

これらすべての方法では、有機溶媒へのポリマーの溶解が必要です。

温度は、どちらも作業環境に望ましくないリスクをもたらす、消耗品と高エネルギー消費にかなりのコストがかかります。これらの湿式化学法とは対照的に、時間領域核磁気共鳴 (NMR) では、溶解ステップや高温の使用は必要ありません。

MQC+ベンチトップ核磁気共鳴 (NMR) アナライザーは、迅速かつ簡単に実行でき、キャリブレーションが簡単で、最小限のサンプル前処理を必要とする代替メソッドを提供します。そのため、追加の化学物質や専門オペレーターのトレーニングを必要とせず、実験室または生産環境での日常的な操作に最適です。



## 手法

NMR手法は、ポリマーサンプル全体 (粉末またはペレット) からのNMR応答の測定に基づいています。MWは、NMRデータと既知のMWを持つ一連のポリマーサンプルからの参照値の間の線形関係 (キャリブレーション) を使用して定量化されます。

## キャリブレーション

最終的に、キャリブレーションは線形であるため、機器のキャリブレーションには2つの既知の標準のみが必要です。ただし、最初に、機器を既知の分子量の値が対象範囲に均一に広がる3~6個、できればそれ以上の標準で校正することをお勧めします。

NMRは比較手法であるため、比較対象の参照手法よりも正確にすることはできません。より多くの参照サンプルを分析することにより、エラーが減少します。

## 測定

ポリマーサンプルは、18 mmガラスNMRチューブに所定のマークまで注がれます。この測定では、サンプルの計量は必要ありません。分析の前に、サンプルチューブを温度管理されたコンディショニングブロックに40℃で20分間置きます。測定時間は1サンプルあたり40秒です。



The Business of Science®

## 結果

図1は、MW値が864~9360 kg / molのポリオレフィンの分子量のキャリブレーションの例を示しています。この図に示すように、NMRは、NMR応答と参照MW値の間に優れた線形相関を与えます。

機器の再現性は、2つのサンプルを5回測定することによってテストされました。

表1に再現性試験の結果を示します。

Table 1. MW measurement repeatability results

Sample ID	Reference MW, kg/mol	Repeat	MW by NMR, kg/mol	Average MW for 5 repeat NMR measurements, kg/mol	Standard deviation for 5 repeat NMR measurements, kg/mol	Relative standard deviation for 5 repeat NMR measurements, %
Sample 1	864	1	803	800	24	3
		2	786			
		3	771			
		4	844			
		5	797			
Sample 2	8980	1	8548	8543	179	2
		2	8660			
		3	8554			
		4	8215			
		5	8738			

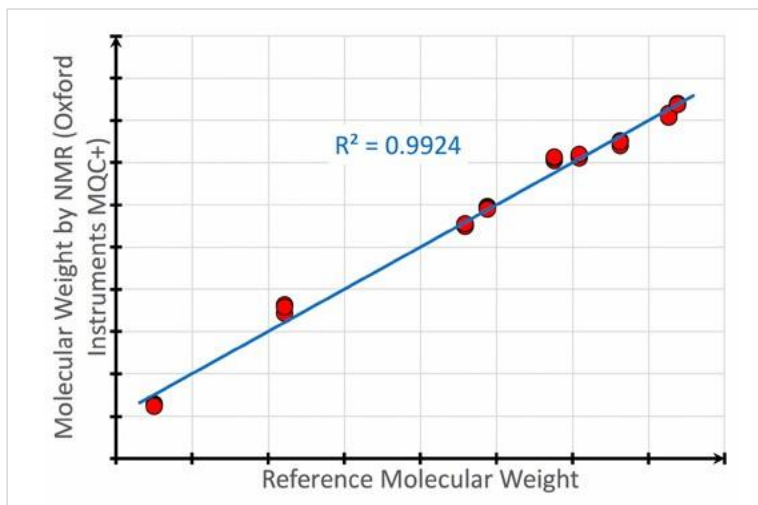


Figure 1. Calibration for measuring MW in polyolefin samples. Correlation coefficient  $R^2=0.9924$ , standard deviation 0.0956, variance 0.0091.

## まとめ

- NMRは長期間にわたって非常に安定しており、キャリブレーションの調整はほとんど必要ありません。
- NMRは、ペレットまたは粉末の粒子間の空隙に影響されません。
- 測定精度は従来の方法と比較して優れています。
- サンプル測定時間は迅速です。
- NMR手法は非破壊的であるため、同じサンプルを他の手法で分析する前に数回測定する場合があります。
- NMR装置は、他のポリマー品質管理特性の測定に使用できます。



visit [www.oxinst.com/mqc](http://www.oxinst.com/mqc) for more information or email: [magres@oxinst.com](mailto:magres@oxinst.com)

This publication is the copyright of Oxford Instruments plc and provides outline information only, which (unless agreed by the company in writing) may not be used, applied or reproduced for any purpose or form part of any order or contract or regarded as the representation relating to the products or services concerned. Oxford Instruments' policy is one of continued improvement. The company reserves the right to alter, without notice the specification, design or conditions of supply of any product or service. Oxford Instruments acknowledges all trademarks and registrations. © Oxford Instruments plc, 2019. All rights reserved. Part no: MR/217/0619



The Business of Science®

