

Application News

No.L566K

High Performance Liquid Chromatography

컬럼 소형화에 의한 GPC 분석시간 및 용매 소모량 감소

Reduction of GPC Analysis Time and

Eluent Consumption by Column Downsizing

굴절률 검출기를 이용한 겔투과크로마토그래피(GPC) 분석은 합성 고분자의 분자량 분포 측정에서 수행됩니다. GPC 분석의 분리능 확보를 위해 일반적으로 내경 8mm의 컬럼을 사용하여 투과 한계까지의 용출량을 증가시킵니다. 하나의 컬럼으로 분리를 수행할 수 없는 경우 동일한 제품 시리즈의 두개 이상의 컬럼이 직렬로 연결되기도 합니다. 다만 최근 몇 년간의 분석시간 단축과 이동상 소비에 대한 수요를 충족시키기 위해 이동상량이 적으며 같은 분리를 실현하는 컬럼이 등장해 고속 분석이 가능해졌습니다.

SHIMADZU Nexera GPC 시스템은 기존 분석부터 UHPLC 분석까지의 모든 범위를 단일 설정으로 수행 할 수 있으며 컬럼오브의 사용이 가능하므로 충분한 컬럼 길이가 필요한 분석이 가능합니다. GPC 분석에 일반적으로 사용되는 길이 300mm의 최대 3개의 컬럼이 장착 가능합니다.

이 자료는 Nexera GPC 시스템을 사용하여 Polystyrene(PS) 분석에서 다양한 크기의 컬럼에 대한 분석시간과 이동상의 소비량의 비교를 소개합니다.

N. Iwata, Y. Watabe

■ Polystyrene GPC 분석에 있어서 분석시간 및 이동상 소모량 감소

여기에서 사용된 샘플은 Polydisperse PS(평균분자량수:약 30,000)이였습니다. Fig.1은 서로 다른 크기의 세가지 유형의 컬럼으로 PS(0.2w/v%)를 분석했을 때의 크로마토그램을 비교한 것이며, Table1은 분석 조건을 나타낸 것입니다. 기존 GPC분석의 경우, 내경이 8mm인 Shim-pack GPC-804, Shodex GPC LF-604(내경: 6mm, 다중접속형 패킹), 분석시간 단축을 위한 Shodex GPC-404L(내경: 4.6mm)이 사용되었습니다. 검출기는 광학부분과 플로우 셀에 온도 컨트롤러가 탑재된 RID-20A 굴절률 검출기였습니다. GPC HK404L 분석 컬럼을 사용할 때만 컬럼 외부 확산을 최소화하기 위하여 Shodex RI-504 semi-micro 굴절률 검출기를 사용하였습니다.

Table2는 다양한 컬럼을 사용할 때의 분석 시간과 사용된 용매량을 요약한 것입니다. 기존 GPC-804와 비교하여 GPC LF-604를 사용하면 분석 시간이 50%, 이동상 소모량이 70% 감소하였습니다. 또한, GPC HK-404L를 이용하였을 때, 분석시간과 이동상 소비량 모두 약 80% 줄어든 것을 확인 할 수 있었습니다.

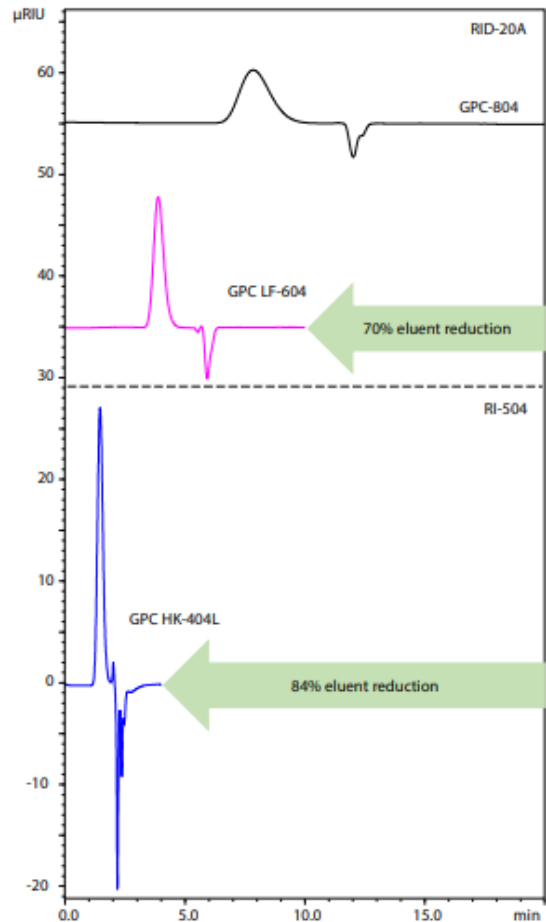


Fig. 1 Chromatograms of PS

Table 1 Analytical Conditions

System	: Nexera GPC system	<6 mm I.D. column>	<4.6 mm I.D. column>
Column	: Shim-pack GPC-804 ^{*1} (300 mm × 8.0 mm I.D.)	Shodex GPC LF-604 (150 mm × 6.0 mm I.D., 6 μm)	Shodex GPC HK-404L (150 mm × 4.6 mm I.D., 3.5 μm)
Flow rate	: 1.0 mL/min	0.6 mL/min	0.8 mL/min
Mobile phase	: THF (without stabilizer)	THF (without stabilizer)	THF (without stabilizer)
Column temp.	: 40 °C	40 °C	40 °C
Injection volume	: 20 μL	10 μL	5 μL
Vial	: SHIMADZU LabTotal for LC 1.5 mL, Glass ^{*2}	SHIMADZU LabTotal for LC 1.5 mL, Glass	SHIMADZU LabTotal for LC 1.5 mL, Glass
Detection(RI)	: RID-20A Cell temp. 40 °C	RID-20A Cell temp. 40 °C	Shodex RI-504 Cell temp. 40 °C

*1 P/N: 228-20807-91, *2 P/N: 227-34001-01

Table 2 Summary of Analysis Time and Eluent Consumption

Column	Analysis time	Reduction rate based on GPC-804	Eluent consumption	Reduction rate based on GPC-804
Shim-pack GPC-804	20 min		20 mL	
Shodex GPC LF-604	10 min	50%	6 mL	70%
Shodex GPC HK-404L	4 min	80%	3.2 mL	84%

■ 재현성(Repeatability)

Fig.2는 PS를 6회 반복 분석할 때 얻은 크로마토그램을 각 컬럼과 비교한 것입니다.

Table3은 Elution time과 평균분자량의 재현성(n=6)을 보여줍니다. 3개의 각 컬럼에서 좋은 재현성을 얻었습니다.

Table 3 Repeatability (%RSD, n = 6)

Column	Elution time	Mw
Shim-pack GPC-804	0.06	0.32
Shodex GPC LF-604	0.06	0.77
Shodex GPC HK-404L	0.12	1.15

■ 결론

PS는 Nexera GPC 시스템에 적용된, 다양한 GPC 컬럼을 사용하여 분석시간과 이동상 소비량을 비교하였습니다.

기존 GPC-804 컬럼과 비교하였을 때, GPC LF-604 컬럼에서는 분석 시간 및 이동상 소비량이 50%이상, GPC HK-404L에서는 80%이상 줄일 수 있었습니다.

PS의 용출 시간 및 무게 평균 분자량의 재현성에 대한 만족스러운 결과를 각 컬럼에서 얻었습니다.

(Notes)

- SUS parts were used for the piping and fittings downstream from the column outlet.
- An automatic rinsing kit was not used.

Nexera and Shim-pack are trademarks of Shimadzu Corporation in Japan and/or other countries.
Shodex is a trademark of SHOWA DENKO K.K.

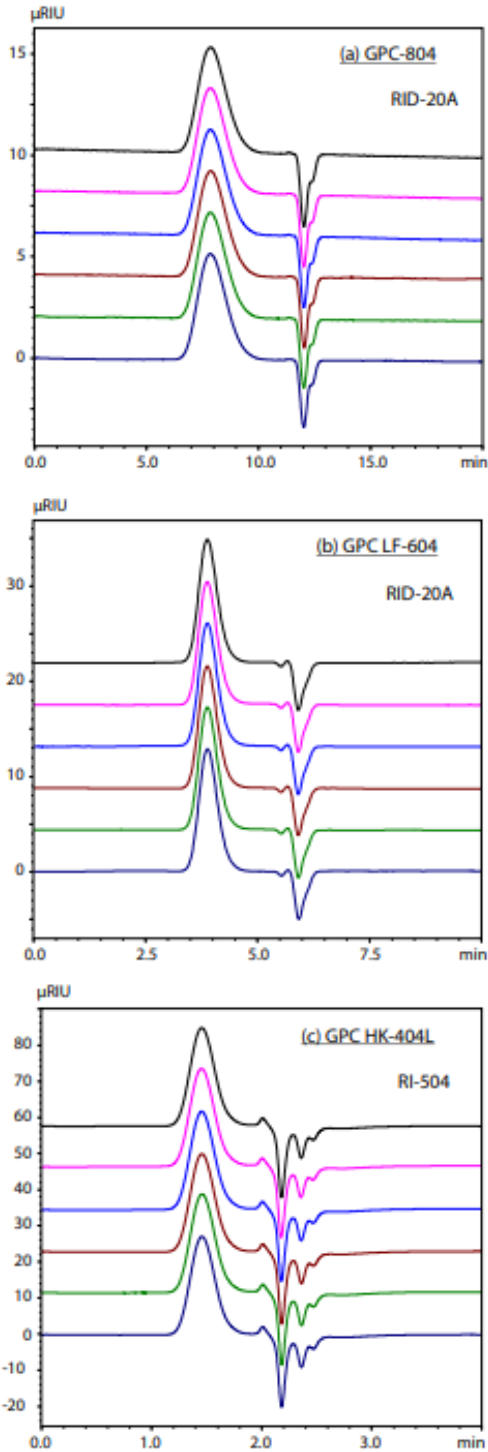


Fig. 2 Comparison of Chromatograms of PS