

LC/MS Application News No.43

ポリエチレングリコールの分析(No.2)

ポリエチレングリコール (PEG) は工業的に重要な原料のひとつです。脂肪酸とのエステルである非イオン性界面活性剤はPEGの需要の中心で、乳化剤や分散剤などとして広く利用されています。既に、PEGのサイズ排除クロマトグラフィ (SEC) 用カラムとエレクトロスプレーイオン化法 (Positiveモード) とを組み合わせたLC/MSを用いた分析については、LC/MSアプリケーションニュースNo. 42(TI 16B2G1-042) で報告しました。しかし、SECでは分子種毎の情報が得られないため、逆相分配クロマトグラフィ (RP) 用カラムを用いてn数の異なる分子種毎に分離し、分子種毎のマスペクトル測定を行いました。また、SEC用カラムを用いて分配 (PA) モードでの測定も併せて行いました。本法はポリオキシエチレン構造などを持つ非イオン性界面活性剤の分子種分析にも応用可能です。

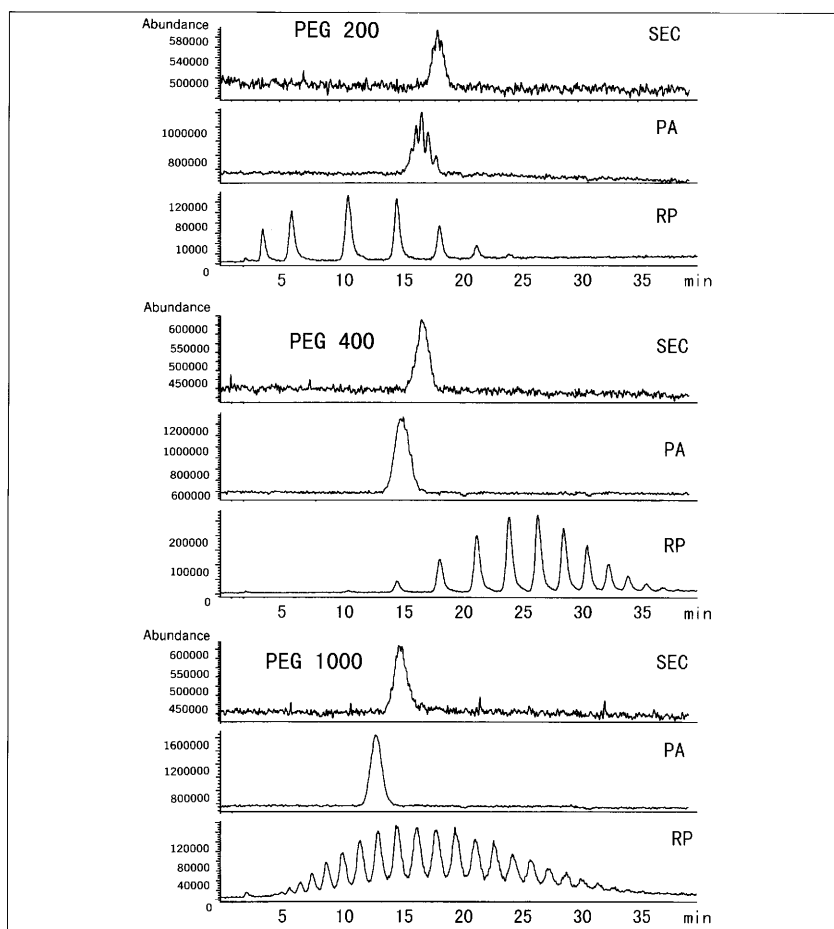


Fig. 1 TIC of PEG 200, PEG400 and PEG1000 in SEC, PA and RP Mode (100 μ g/ml)

Table 1 HPLC and MS conditions

HPLC		MS	
Instrument	: HP1100	Instrument	: HP1100MSD
Column (SEC,PA)	: Excelpak SEC W12 (i.d. 7.8x300mm)	Mass range	: 100 ~ 1500m/z
Column (RP)	: Shodex Asahipak ODP-50 2D (i.d. 2.0 x 150mm)	Ionization	: Electrospray
Mobile phase A	: 20mM CH ₃ COONH ₄ (pH4.1)	Fragmentor	: PEG200; 60V
Mobile phase B	: CH ₃ OH		: PEG400,1000; 100V
	SEC; A(100%)	Nebulizer	: N ₂ (50psi)
	PA ; A/B(70/30)	Drying gas	: N ₂ (13 l/min, 350°C)
	RP ; PEG200,400	Mode	: Positive
	B(0%) - B(40%) 0 - 40min		
	PEG1000		
	B(30%) - B(46%) 0 - 40min		
Flow rate	: 0.2ml/min		
Oven temp.	: 40°C		
Injection vol.	: 10 μ l		

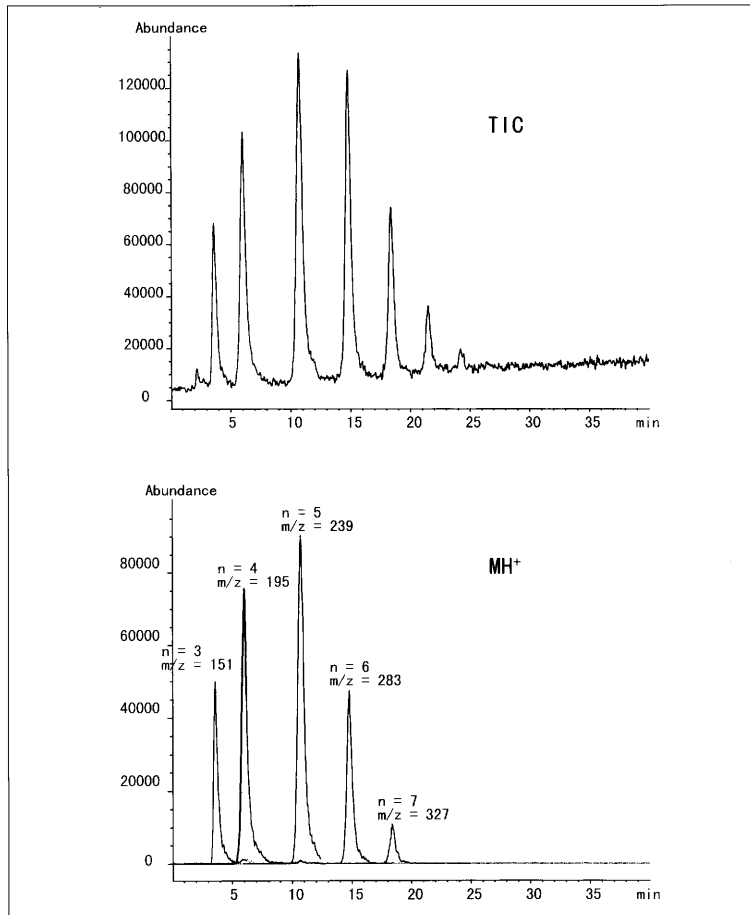


Fig. 2 TIC and Masschromatograms of PEG 200 in RP Mode (100 µg/ml)

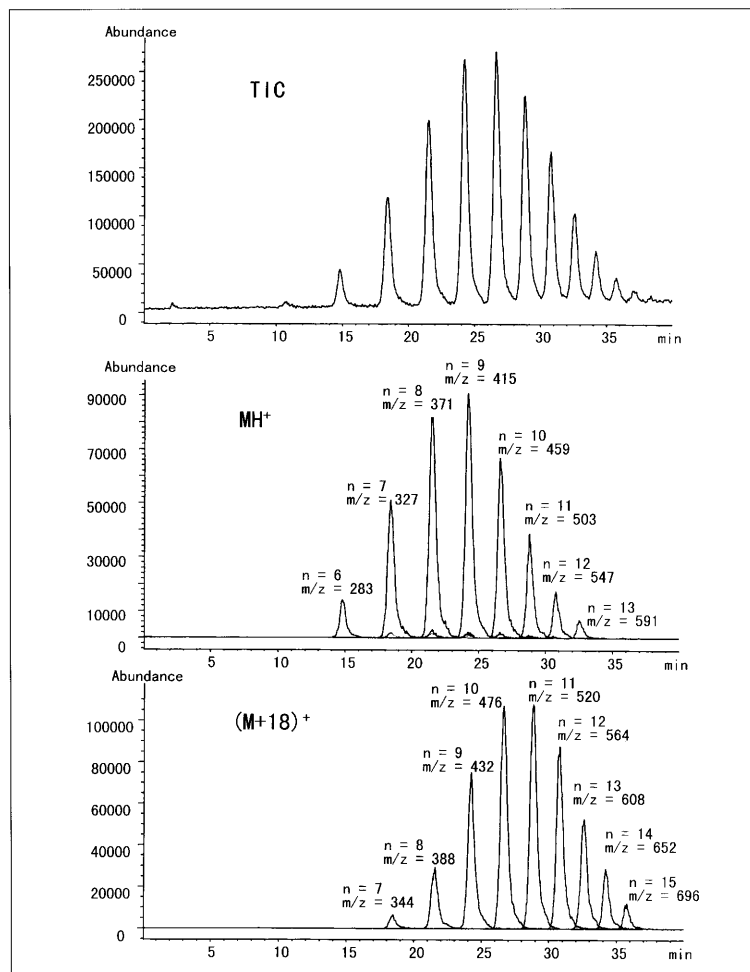


Fig. 3 TIC and Masschromatograms of PEG 400 in RP Mode (100 µg/ml)