

## ハイレゾサンプリング 2D-LC による ポリマー中の添加剤の分析



### Author

熊谷 浩樹

アジレント・テクノロジー  
株式会社

### 要旨

ポリマー中の添加剤の分析では、GPCによりポリマーと添加剤を分離・分取し添加剤が含まれるフラクションの溶媒を除去した後、逆相クロマトグラフィー (RPC) で分析する方法が一般的です。しかし、この方法は煩雑で時間がかかるという問題点があります。最近では、GPCの検出器にMSを使う方法も行われていますが、THFのイオン化の問題などが知られています。

近年、分離条件の異なるLCを組み合わせて分離の改善を図る手法である2D-LCが、天然物の精密な分離やポリマーの分子量-組成の同時解析など様々な分野で利用されています。

2D-LCには、コンプリヘンシブとハートカットの2つの手法がありますが、サンプリンググループを増やしたマルチハートカット (MHC)/ハイレゾサンプリング (HRS) 2D-LCは、コンプリヘンシブとハートカットの利点を兼ね備えた手法で使い勝手が良く広い分野で利用できます。そこで、今回はHRS 2D-LCによるポリマー中の添加剤の分析をご紹介します。

Key words : 2D-LC、ハートカット、GPC、GPEC、共重合体

## システム

Agilent 1290 Infinity II 2D-LC Solution  
マルチハートカットシステム  
1290 Infinity II フレキシブルポンプ (G7104A)  
1290 Infinity II ハイスピードポンプ (G7120A)  
1290 Infinity II マルチサンプラ (G7167B)  
1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット (G7116B)  
1290 Infinity II バルブドライブ (G1170A)  
+ ASMバルブ (G4243A)  
+ MHCバルブキット (G4242A)  
1290 Infinity II DAD (G7117B)

## 分析条件

1D : GPC  
カラム : PLgel MiniMIX A, 4.6 × 250 mm (PL1510-5200)  
(分子量範囲2,000 - 40,000,000 Da)  
移動相 : THF  
流速 : 0.2 mL/min  
カラム温度 : 40 °C

2D : RPC  
カラム : Pursuit XRs 3 C18, 4.6 × 150 mm  
(A6001150X046)  
移動相 : A: アセトニトリル B; THF  
グラジエント : 20%B (0 min) → 80%B (5 min) →  
100%B (5.1 min) → 100%B (10 min)  
流速 : 1.0 mL/min  
サンプルループ : 40 μL  
ハイレゾリューションサンプリング (9.7秒 × 8)  
検出 : UV、260 nm

試料 : 標準ポリスチレン (30 kDa) (PL2013-2001) に  
Irganox 1010と1076を添加しTHFに溶解しました。

## 結果

図1に<sup>1</sup>Dのクロマトグラム (GPC) を示します。ポリスチレン (以下PS) の後に溶出している部分が添加剤 (Irganox 1010と1076) のピークです。添加剤はポリマーと未分離で、しかも添加剤同士も分離していません。一般的にGPCで添加剤を相互分離することは困難です。

図2に図1で示した添加剤の部分をハイレゾサンプリングしてRPCで分析した<sup>2</sup>Dの結果を示します。9.7秒毎に10フラクションを連続してサンプリングし、順次、<sup>2</sup>DのRPCで分析しました。Irganox 1010とIrganox 1076はPSの影響を受けることなく良好に分離することができました。

図3は、<sup>2</sup>DのRPCで分離したIrganox 1010のUVスペクトルです。UVスペクトルの照合により同定も容易です。

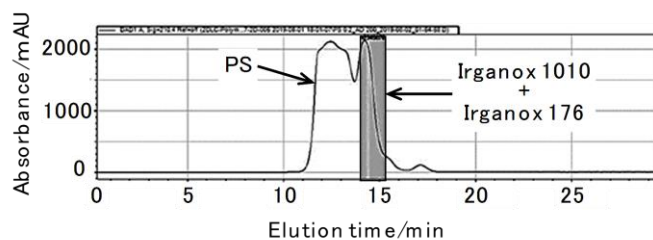


図1 Irganox1010と1076を添加したPSのGPC (<sup>1</sup>D)

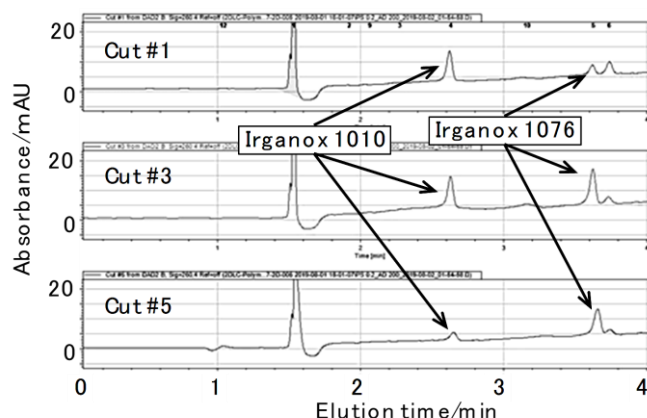


図2 HRSで採取したフラクションのRPC (<sup>2</sup>D)

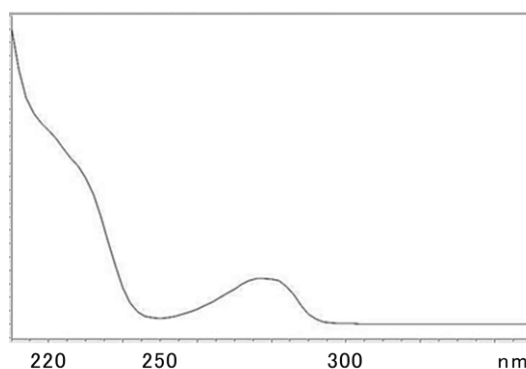
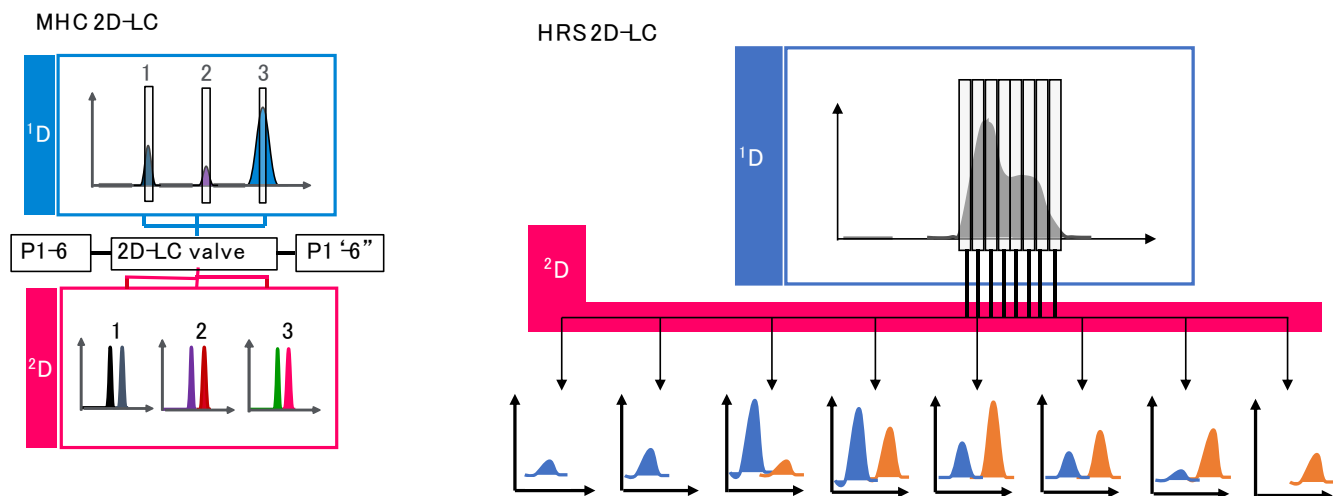


図3 2D:RPCで分離したIrganox 1010のUVスペクトル

## まとめ

GPCのみではポリマーと添加剤および添加剤相互の分離は不十分で、添加剤の定量は困難です。しかし、添加剤が溶出する部分をハイレゾサンプリングして<sup>2</sup>DのRPCへ導入することで、ポリマーの影響を受けることなく添加剤だけを簡便に分析することができます。MHC/HRS 2DLCは<sup>2</sup>Dの分離条件の自由度が高いため、オリゴマー中の添加剤や多成分の添加剤の分析にも有効であると考えられます。

《参考》



#### 参考文献

1. 「1260 Infinity II HPLCシステムによるポリマー中の添加剤分析 GPECを応用したIrganox1010 の定量分析」  
資料番号 LC-201802HK-001
2. 「Active Solvent Modulation バルブを用いたハイレゾリューションサンプリング 2D-LC による共重合体の分析」  
資料番号 LC-201810KG-001

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

[email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020

Printed in Japan, February 20, 2020

DE44221.968912037

LC-202002KG-001