

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



Author

林 慶子

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

ポリマー添加剤分析には、一般的に逆相分配クロマトグラフィーが用いられます。逆相分配で一般的なアセトニトリルやメタノールでは非常に疎水性の高いポリマーが析出したり、ポリマーをカラムから溶出させるために長い分析時間を要するため、前処理によりポリマーと添加剤を分離する必要がありました。

GPEC(gradient polymer elution chromatography)はポリマー共重合体の分離に用いられる分離モードとして注目を集めています。GPEC では THF などの強溶出力の溶媒を用いたグラジエント溶出によりポリマーの重合比や添加剤などを調べることができます。

本アプリケーションノートでは THF100% でも分析可能な Agilent 1260 Infinity II HPLC system を使用し、ポリマー中の添加剤を分離した例を示しました。ポリマーの添加剤として広く用いられている Irganox1010 を前処理不要で分離可能でした。

Key word : ポリマー添加剤、 GPEC、 Irganox 1010

分析条件

システム

1260 Agilent Infinity II HPLCシステム

1260 Infinity II Binary Pump

1260 Infinity II Multisampler

1260 Infinity II MCT

1260 Infinity II DAD WR

OpenLab CDS 2.2

試料

Irganox1010及びスチレンアクリロニトリルポリマー（実試料）はTHFに1000 mg/Lになるよう溶解しました。

Irganox1010標準試料はTHFで希釈し、分析に供しました。

表1.分析条件

移動相A	水
移動相B	アセトニトリル
移動相C	テトラヒドロフラン（安定化剤不含）
カラム	InfinityLab Poroshell HPH-C18, 3.0 x 100 mm, 2.7 μ m
カラム温度	40°C
注入	5 μ L
検出	280/4 nm, 360/100 nm

表2.グラジエント条件

min	%B	%C
0	0	50
15	50	50

結果

標準試料のクロマトグラム

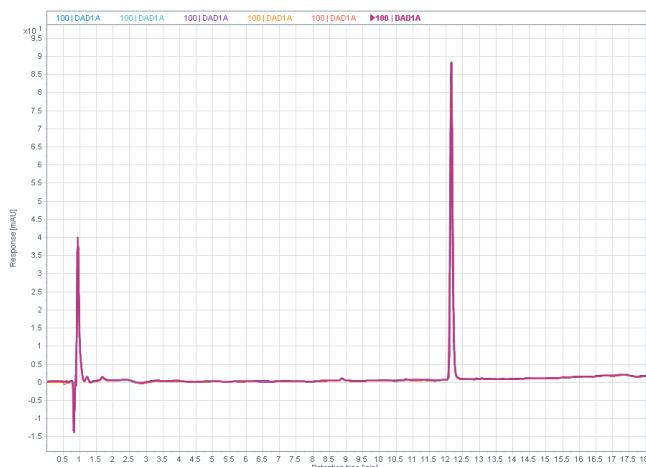


図1. 100 mg/L標準試料のクロマトグラム (N=6)

標準試料のクロマトグラムを図1に示しました。100 mg/Lにおける6回繰り返し分析再現性を確認しました。溶出時間及び面積値再現性は良好でした（表3）。

表3. 繰り返し分析再現性

	RT(min)	Area
1	12.13	433.16
2	12.15	438.42
3	12.15	432.78
4	12.14	436.74
5	12.15	433.70
6	12.15	434.28
RSD%	0.06	0.51

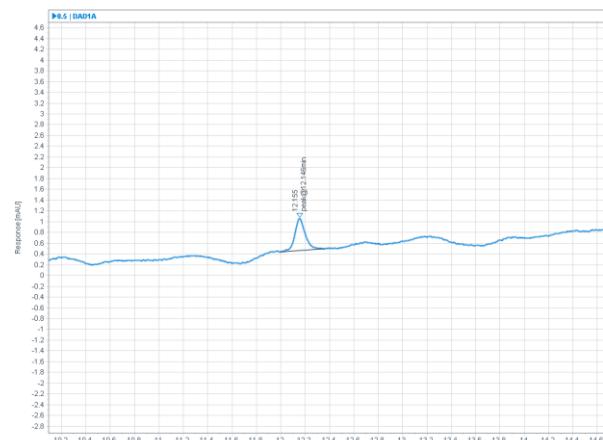


図2. 0.5 mg/Lのクロマトグラム

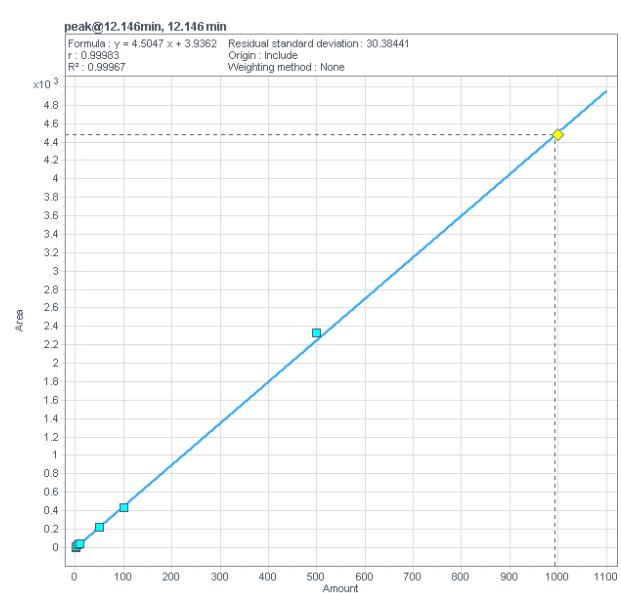


図3. 0.5から1000 mg/Lにおける検量線

図2に0.5 mg/L標準試料のクロマトグラムを示しました。
このときのS/Nは8.4でした。
図3に検量線を示しました。0.5から1000 mg/Lの範囲で良好な直線性 ($R^2=0.999$) を示しました。

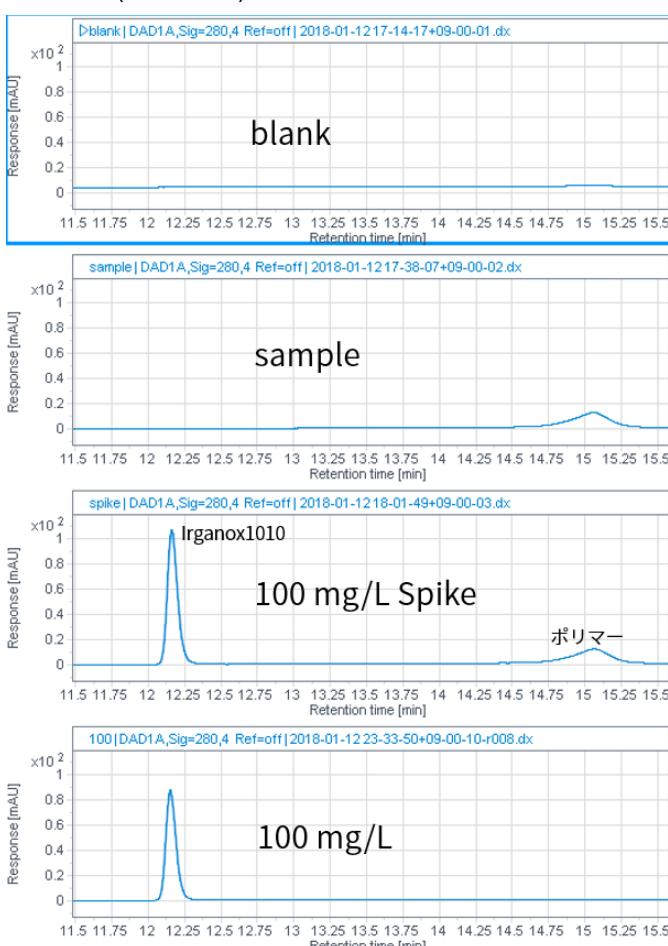


図4. ブランク、実試料、スパイク試料のクロマトグラム

図4に実試料のクロマトグラムを示しました。実試料では溶出時間15分にポリマーが溶出しました。この試料からはIrganox1010を検出できませんでした。分離の確認のため、このポリマーに100 mg/LになるようIrganox1010を添加したスパイク試料を分析しました。ポリマー画分とIrganox1010は良好に分離されました。

結果

THFを使用可能なAgilent 1260 Infinity II HPLCでポリマー添加剤として広く用いられているIrganox1010を分析しました。ポリマー試料をTHFに溶解し、直接Irganox1010の分析が可能でした。

再現性及び直線性を確認したところ、良好な結果が得られました。また、ポリマーとIrganox1010の分離も良好でした

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カストマーコンタクトセンタ

0120-477-111

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おりません。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. 2017

Printed in Japan, February 7, 2018

LC-201802HK-001

