

# 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可能です。

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 μm
カラム温度	40°C
注入	5 μL
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

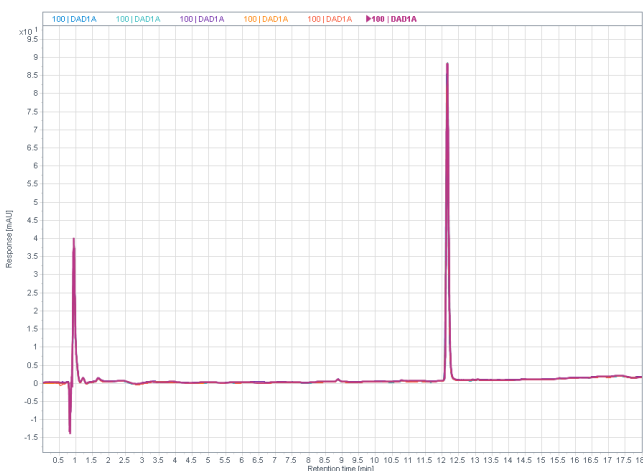


図1. 100 mg/L標準試料のクロマトグラム ( N=6 )

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

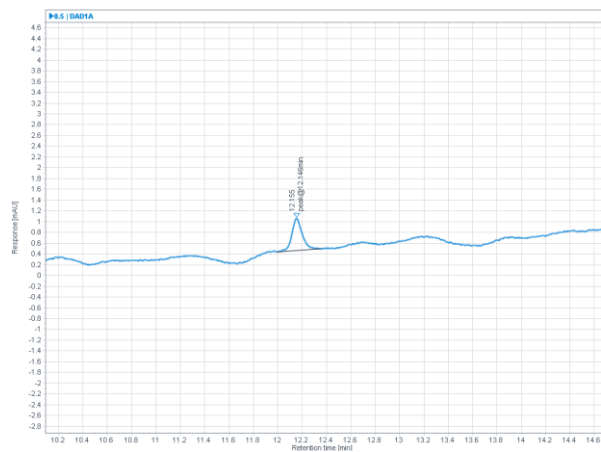


図2. 0.5 mg/Lのクロマトグラム

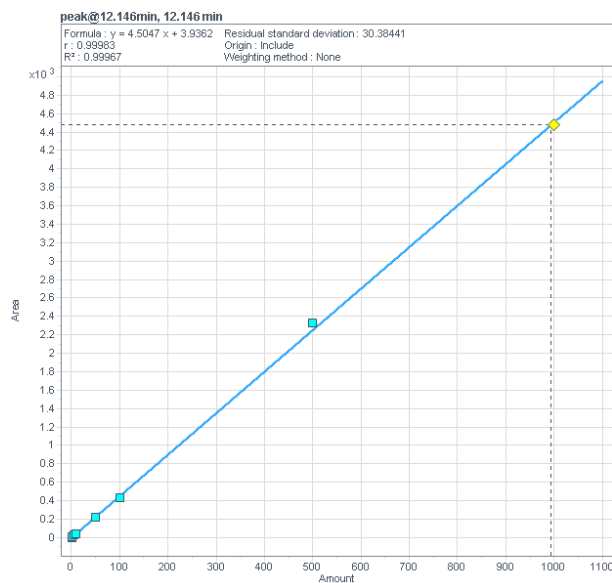


図3. 0.5から1000 mg/Lにおける検量線

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。

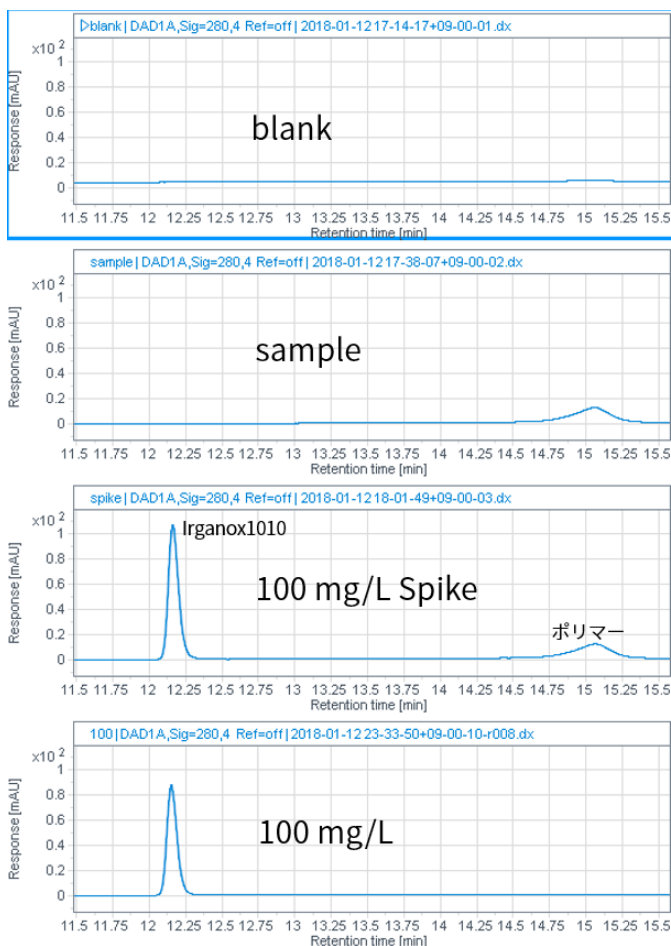


図4. ブランク、実試料、スパイク試料のクロマトグラム

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。

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

## 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。

