

## ELSD トリガー分取システムによる ポリマー共重合体の GPC 分離及び 分取試料の GPEC 分離



### Authors

林 慶子  
熊谷 浩樹  
澤田 浩和

アジレント・テクノロジー  
株式会社

### 要旨

ポリマーの検出には、一般に示差屈折率検出器 (RID)や蒸発光散乱検出器 (ELSD)が用いられます。RID は背圧に弱く、ELSD は破壊型検出器であることから、いずれの検出器もフラクションコレクタによる分取ではスプリッターによる分岐が必要です。

GPC はポリマーの分子量や分子量分布を確認する分析手法として、広く用いられています。一方 GPEC (gradient polymer elution chromatography)ではポリマーを構成するモノマーの種類の違いや共重合比を分離することが出来ますが、分子量に関する情報を得ることができないため、GPC と GPEC を組み合わせた分析手法が望まれます。

本アプリケーションノートでは、分子量がほぼ同じで組成の異なるブロックコポリマーを対象に、GPC で分子量と分子量分布を確認して分取を行い、その分取した試料を GPEC で分離しました。ポリマーの検出及び分取のトリガーには ELSD を用いました。

ELSD 分取システムにより、それぞれの分離モードでは確認が困難であった特定の分子量画分における各ポリマーの存在比を明らかにすることが可能になり、ポリマーの分子量分布と構成するモノマーや共重合比の解析を実現します。

Key words : 分取精製、共重合体ポリマー、ELSD、分子量分布、GPEC

## システム

### システム

#### 1260 Agilent Infinity II HPLCシステム

- 1260 Infinity II クォータナリポンプ (G7111B)
- 1260 Infinity II バイアルサンプラ (G7129A)
- 1260 Infinity II 蒸発光散乱検出器 (G4260B)
- 1260 Infinity II フラクシオンコレクタ (G1364F)
- 1260 Infinity II UIB II (G1390B)

カラム出口をT字コネクタでスプリットし、ELSD (0.12 x 70 mm)・フラクシオンコレクタ(0.25 x 420 mm)のSUS配管で接続しました。

## 分析条件

### 分析条件

#### GPC

カラム:  
InfinityLab ResiPore, 7.5 x 300 mm (PL1113-6300)  
移動相: THF  
流速: 1.0 mL/min  
分析時間: 10分  
注入量: 10  $\mu$ L  
ELSD

蒸発管温度: 60  $^{\circ}$ C  
ネブライザ温度: 70  $^{\circ}$ C  
ガス流量: 0.9 SLM  
LED Intensity: 10 %

#### GPEC

カラム: ZORBAX SB-C18, 4.6 x 150 mm, 5  $\mu$ m (883975-902)  
移動相A: アセトニトリル  
移動相B: THF  
グラジエント: 25%B (0 min)  $\rightarrow$  100%B (5 min)  
流速: 1.0 mL/min  
分析時間: 10分 (ポストラン3分)  
注入量: 2.5  $\mu$ L  
ELSD

蒸発管温度: 60  $^{\circ}$ C  
ネブライザ温度: 70  $^{\circ}$ C  
ガス流量: 0.9 SLM  
LED Intensity: 100 %

### 化合物

ポリマー1 Sigma Aldrich (749184)  
ポリ(スチレン)-block-ポリ(メチルメタクリレート)  
Average Mn: 30,000, PS:PMMA=1:1

ポリマー2 Sigma Aldrich (747009)  
ポリ(スチレン)-block-ポリ(アクリル酸)  
Mn: 28,000-33,000, PS:PAA=15:1

各ポリマーはTHFに溶解し、0.5%混合溶液を試料としました。

## 結果

### GPCの結果

図1にGPCにより得られたクロマトグラムを示しました。二種類のポリマーの混合試料ですが、分子量 (Mn) が近いことから単一のピークとして溶出しました。このピークをピークトリガー(スレッシュホールド: 100 mV)、タイムスライス(10 s)モードにより3画分に分取しました(図2)。フラクシオンを再導入するために、5回繰り返し分取を行いました(フラクシオンプーリング)。得られたフラクシオンを蒸発乾固させ、100  $\mu$ LのTHFに再溶解してGPECに供しました。

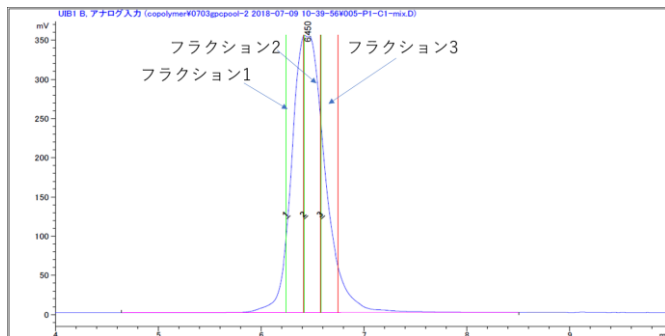


図1. GPCクロマトグラム(溶出時間の早い順にフラクシオン1, 2, 3)

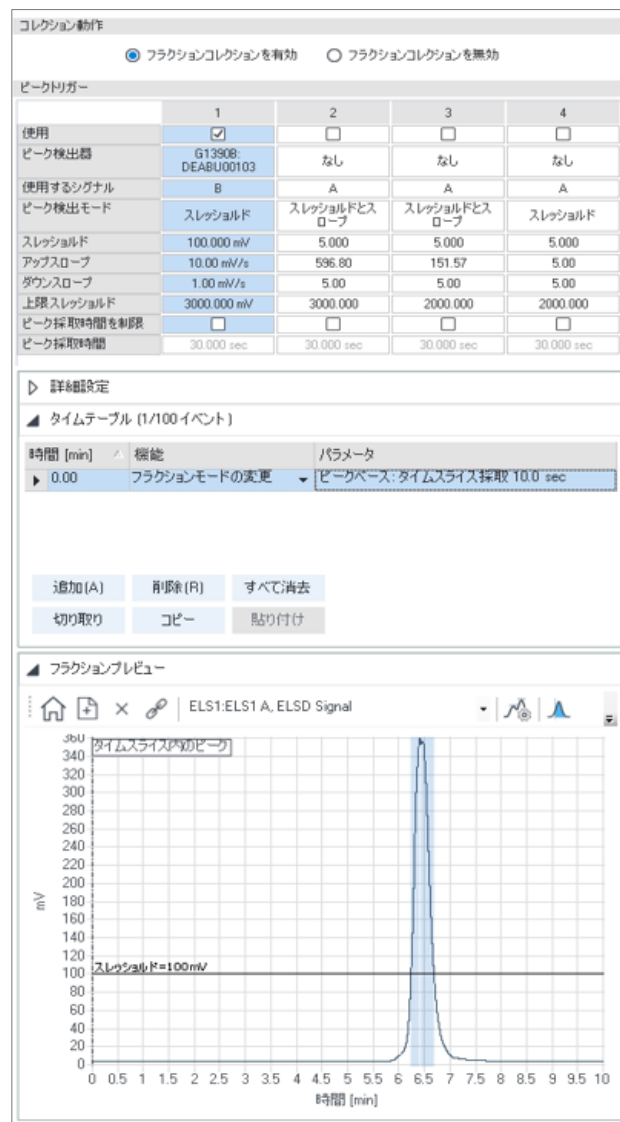


図2. フラクシオン設定

## GPEC結果

GPC分取で得られたフラクション1を、GPECで分析した時のクロマトグラムを図3に示しました。フラクション1は最も溶出の早い（分子量が大きいと考えられる）画分です。

GPECではポリマー1及び2は良好に分離し、フラクション1には二種類のポリマーが含まれていることが確認されました。

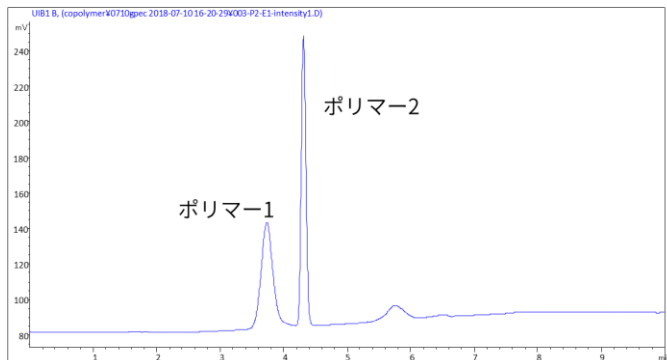


図3. フラクション1のGPECクロマトグラム

GPCで得られたフラクション1から3をGPECで分離・分取しました（ピークベース(スレッシュホールド: 120 mV)）。図4にそのときのクロマトグラムを示しました。本試料では3画分すべてからポリマー1とポリマー2を検出し、GPCにおいて同様の保持挙動を示すことが確認されました。図5にフラクション2の再解析結果を示しました。

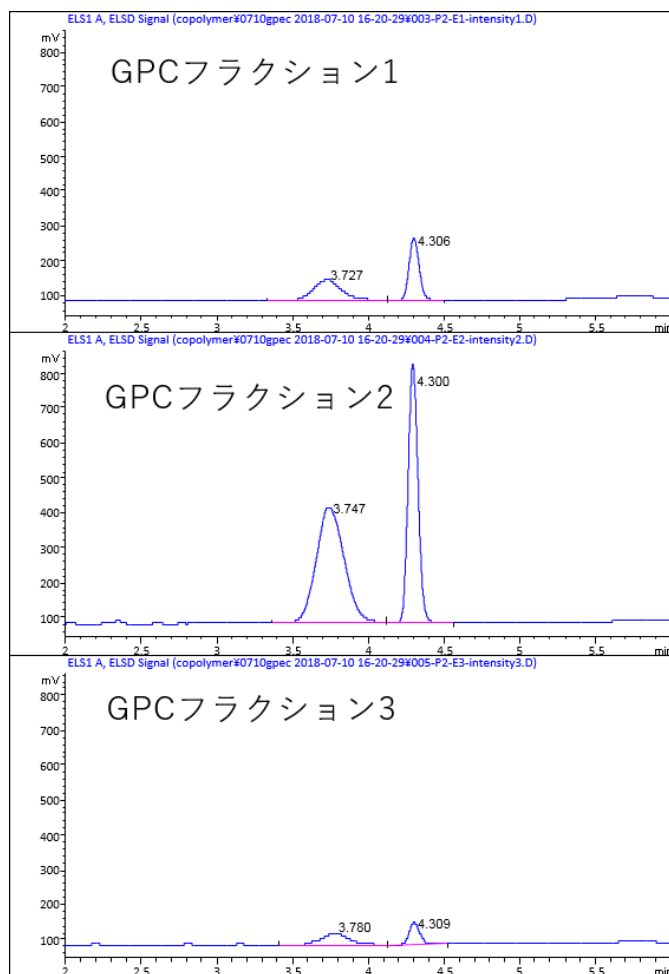


図4. フラクション1(上)、フラクション2(中)、フラクション3(下)のクロマトグラム

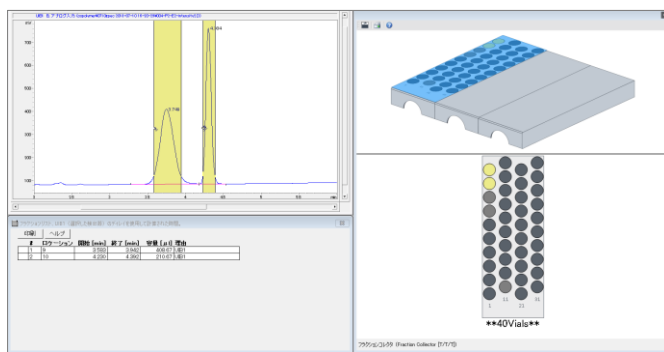


図5. フラクション2の再解析結果

## まとめ

ELSDトリガーベースのフラクションコレクタを使用したシステムにより、GPCにおける特定の画分のGPEC分離が可能でした。GPECによる再分取後のフラクションをNMRなどの他の分析手法に供することが可能となり、ポリマー試料の詳細な特性解析を行うことができます。

共重合体ポリマーのようなUV吸収のない複雑な試料においても、ELSD検出及びフラクションコレクタの組み合わせを用いることで、単一の分離手法では得られにくい知見を得ることが可能になります。

ホームページ

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

カスタムコンタクトセンター

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。