

コンプリヘンシブ 2D-LC による 非イオン界面活性剤の分析

ポリオキシエチレンアルキルエーテルの分離



Author

熊谷 浩樹

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

ポリオキシエチレンアルキルエーテル（アルコールエトキシレート、AE）は、脂肪族アルコールにオキシエチレンを付加させて合成されるため、オキシエチレン付加モル数とアルキル基の鎖長に分布を持つ混合物となります。

このアプリケーションノートでは、蒸発光散乱検出器（ELSD）を用いて親水性相相互作用クロマトグラフィー（HILIC）-逆相クロマトグラフィー（RP）のコンプリヘンシブ 2D-LC により、AE を分析した結果を紹介します。

Key words：非イオン界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、2D-LC、HILIC、RP、ELSD

はじめに

ポリオキシエチレンアルキルエーテル(アルコールエトキシレート、AE)は図1のような構造を持つ非イオン界面活性剤で、化粧品や洗剤、乳化剤など幅広い用途で使用されています。AEは脂肪族アルコールにオキシエチレン(EO)を付加させることにより合成されますが、一般にはアルキル鎖長及びEO付加モル数に分布を持つ混合物となります。アルキル鎖長及びEO付加モル数の分布はAEの起泡性などの特性に影響するため、その分布状態を把握することは重要です。

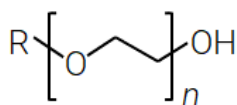


図1 AEの構造

2D-LCは、分離条件の異なる2つのLCを組み合わせることで高いピークキャパシティを得る分離手法です。AEに対して、アルキル鎖長の分布を逆相クロマトグラフィー(RP)で、EO付加モル数の分布を親水性相互作用クロマトグラフィー(HILIC)でコンプリヘンシブ2D-LCを行うと、1回の試料注入でアルキル鎖長及びEO付加モル数の分布を同時に解析することができます。今回は、AEをHILIC → RPのコンプリヘンシブ2D-LCで分析しました。AEはUV吸収をほとんど持たないため、蒸発光散乱検出器(ELSD)を検出器として用いました。

システム

Agilent Infinity II 2D-LC Solution

1290 Infinity II ハイスピードポンプ(G7120A)
1260 Infinity II クォータナリポンプ(G7111B)
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)
1260 Infinity II 蒸発光散乱検出器(ELSD) (G4260B)
2-Position/4-Port Duo valve (G4236A)
OpenLab CDS ChemStation
ZOEX LCxLC Software

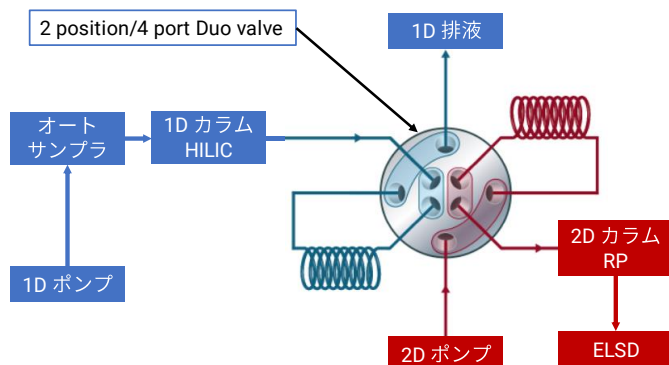


図2 流路図

分析条件

1D

カラム：Poroshell 120 HILIC, 2.1 x 150 mm, 2.7 μm
(部品番号；693775-901)

移動相：A; 50 mM 酢酸アンモニウム
B; アセトニトリル

流速：0.1 mL/min (0 ~75min), 0.3 mL/min(75.1~ 95 min)

グラジエント：97% B(0 min) → 97% B (10 min) →
80% B (60 min) → 80% B (75 min) →
97% B (75.1 min) → 97% B (95 min)

カラム温度：25°C

2D

カラム：ZORBAX Eclipse Plus C8 RRHD, 3 x 50 mm, 1.8 μm
(部品番号；959941-306)

移動相：A; 50 mM 酢酸アンモニウム
B; アセトニトリル

流速：1.8 mL/min

グラジエント：80% B (0 min) → 95% B (0.33 min) →
95% B (0.42 min) → 80% B (0.43 min) →
80% B (0.8 min)

カラム温度：55 °C

試料注入量：5 μL

Duo valve サンプルループ：80 μL

モジュレーション時間：0.8 min

検出：ELSD, ネブライザ温度 40 °C

蒸発管温度 80 °C

ガス流量 1.3 SLM

試料：AEはSigma Aldrichから購入しました。

表1 実験に使用したAE

名称	アルキル鎖	オキシエチレンの重合度
Brij® L23	C12	23
Brij® C10	C16	10
Brij® 58	C16	20
Brij® O10	C18:1(n-9)	10
Brij® O20	C18:1(n-9)	20
Brij® S10	C18	10
Brij® S20	C18	20

BrijはCroda International PLCの登録商標です。

AEは0.1 mg/Lアセトニトリル溶液に調製しました。

結果

HILICによるAEの分離

Brij® C10、C20、S20をHILICで分離した結果を図3~5に示します。

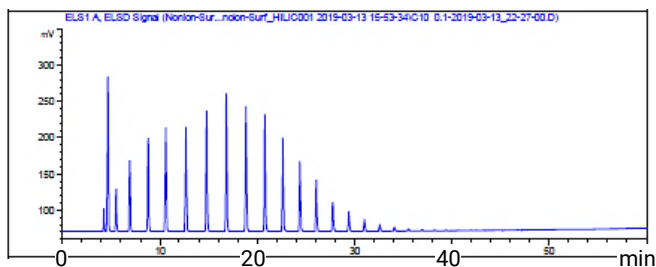


図3 HILICによるBrij® C10の分離

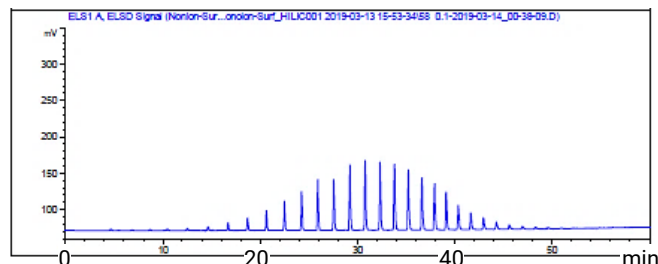


図4 HILICによるBrij® C20の分離

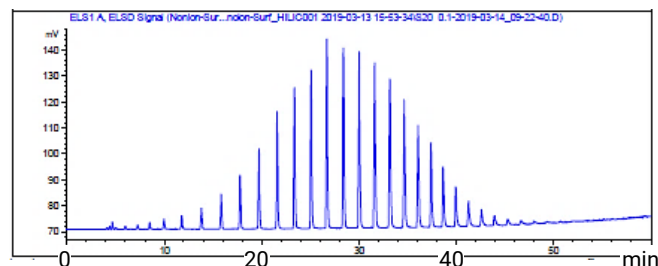


図5 HILICによるBrij® S20の分離

EOの付加数に応じたピークを検出することができ、EOの付加数が増える（親水性が大きくなる）と保持が強くなることがわかりました（主としてEO付加数の違いによる分離）。

RPによるAEの分離

RPでAEを分離した結果を図6に示します。

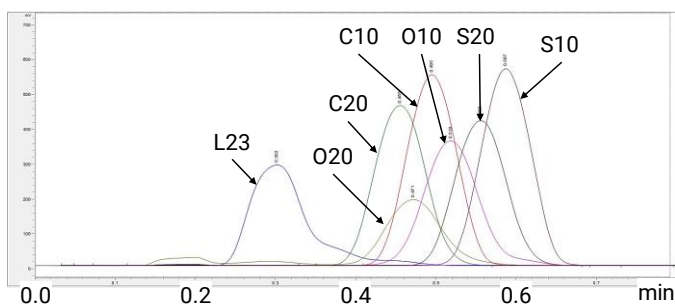


図6 RPによるAEの分離

EO付加数が同程度のAEでは、アルキル鎖が長くなると保持が強くなることがわかりました（主としてアルキル鎖長の違いによる分離）。

コンプリヘンシブ2D-LCによるAEの分離

1D: HILIC、2D: RPのコンプリヘンシブ2D-LCでL23, C20, O20, S20の混合物（各0.1 mg/L）を分析した結果を図7, 8に示します。

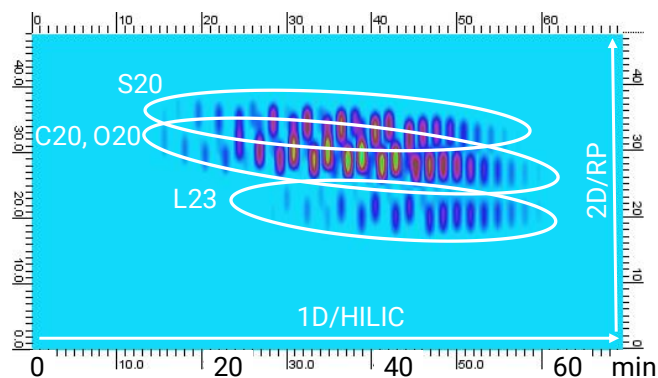


図7 L23, C20, O20, S20混合物のコンプリヘンシブ2D-LC(2D view)

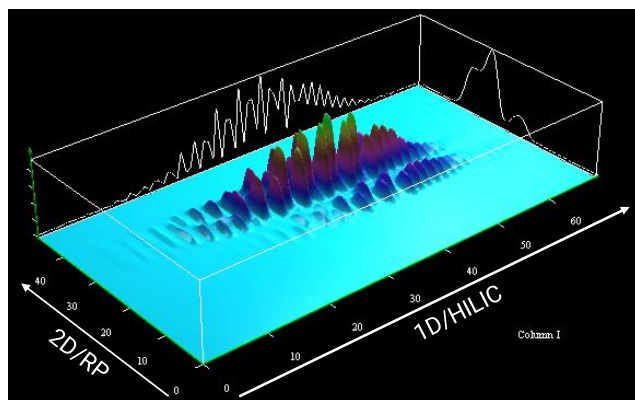


図8 L23, C20, O20, S20混合物のコンプリヘンシブ2D-LC(3D plot)

EOの付加数が同じC20, O20, S20を比較すると、HILICではほぼ同じ時間に溶出している一方で、RPではアルキル鎖長により分離できていることがわかりました。

また、C20, O20, S20とL23を比較すると、EO付加数の分布がL23では小さいこともわかりました。

まとめ

HILICとRPを用いてAEを分析したところ、HILICではEOの付加数による分離、RPではアルキル鎖長の違いによる分離が確認されました。Agilent Infinity II 2D-LC Solutionによるコンプリヘンシブ2D-LCを行ったところ、EOの付加数の分布やアルキル鎖長の差異を1回の分析で簡便に確認することができました。

Agilent Infinity II 2D-LC Solutionは、界面活性剤のように混合物として使用される化学製品の特性解析に有効であると思われます。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

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. 2019

Printed in Japan, April 12, 2019

LC-201904KG-001

