

LC/MSD によるポリエチレングリコール（PEG）の分析



Author

野田 莉帆

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

ポリエチレングリコール（PEG）は、エチレングリコールが重合した構造を持ち、様々な製品に用いられています。一般的にはサイズ排除クロマトグラフィーにより、分子量の確認がなされていますが分子種毎の解析は不十分です。そこで、逆相モードを用いた分離を行い、重合度毎の分離および分布の確認を行いました。

本メソッドは PEG をはじめとしたポリエーテル系の化合物に応用可能なことがわかりました。

Key word： ポリエチレングリコール、LC/MSD

システム

Agilent InfinityLab LC/MSD システム
 1260 Infinity II クォータリポンプ (G7111B)
 1260 Infinity II バイアルサンプラ (G7129A)
 1260 Infinity II カラム恒温槽 (G7130A)
 Infinity Lab LC/MSD (G6125B)
 OpenLAB CDS ChemStation C 01.08

分析条件

表1.分析条件

LC	
カラム	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 2.1 × 100 mm, 1.8μm, P/N 959764-902
カラム温度	40°C
流速	0.3 mL/min
注入量	1kおよび1.5k: 1 μL, 4k: 5 μL
移動相	A: 10 mM 酢酸アンモニウム水溶液 B: アセトニトリル
B Conc.	1kおよび1.5k: 30% → 50% (20 min) 4k: 35% → 40%(30-40 min)
最大圧力	約 300 bar
MSD	
イオン化	ESI-Positive
ドライガス	10 L/min at 350°C
ネブライザ圧力	45 psi
キャピラリ電圧	3500 V
フラグメンタ電圧	100V
スキャン範囲	m/z 150-2000

サンプル

Agilent Technologies 製
 ・ PEG nominal Mp 4k P/N: PL2070-7001
 ・ PEG nominal Mp 1.5k P/N: PL2070-6001
 ・ PEG nominal Mp 1k P/N: PL2070-5001
 それぞれを水に希釈し、10 mg/L に調整しました。
 PEGの構造式は $\text{HO}-(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_n-\text{H}$ と表記します。

結果

Mp 1k PEG の MS クロマトグラムを図3に示します。
 PEGはそれぞれアンモニウム付加イオンで検出され、重合度毎に二価イオンを抽出すると、良好に分離していることが確認されました。

それぞれのピークのマススペクトルを確認すると、分子量 1000 以下程度の PEG は、一価イオンが検出されますが、分子量が大きくなるにつれ、多価イオンが多く検出されました。Mp 1k PEGの $n=23$ ピークのマススペクトルを図1に示します。本条件では、アンモニウム付加体の一価イオン及び二価イオンが検出されました。

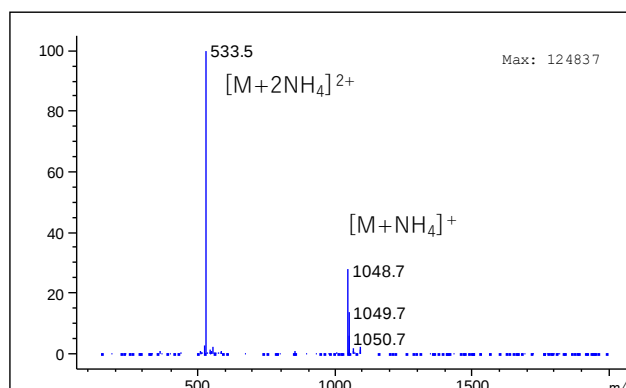


図1. PEG 1k, $n=23$ におけるマススペクトル

同様に Mp 1.5k, Mp 4k を分析し、図4 のクロマトグラムを得ました。Mp 1k, 1.5k, 4k において重合度毎に分離が可能であり、各標準ポリマーの重合度分布確認が出来ました。

Mp 4k 中の $n=93$ ピークのマススペクトルを図2に示します。本条件におけるスキャン範囲は m/z 150-2000ですが、多価イオンの解析により容易に重合度の確認が可能になります。

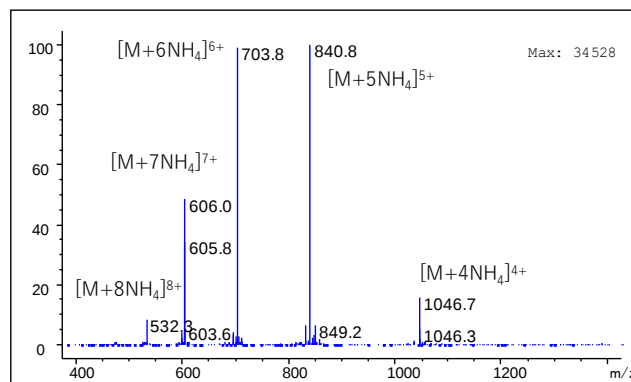


図2. PEG 4k, $n=93$ における マススペクトル

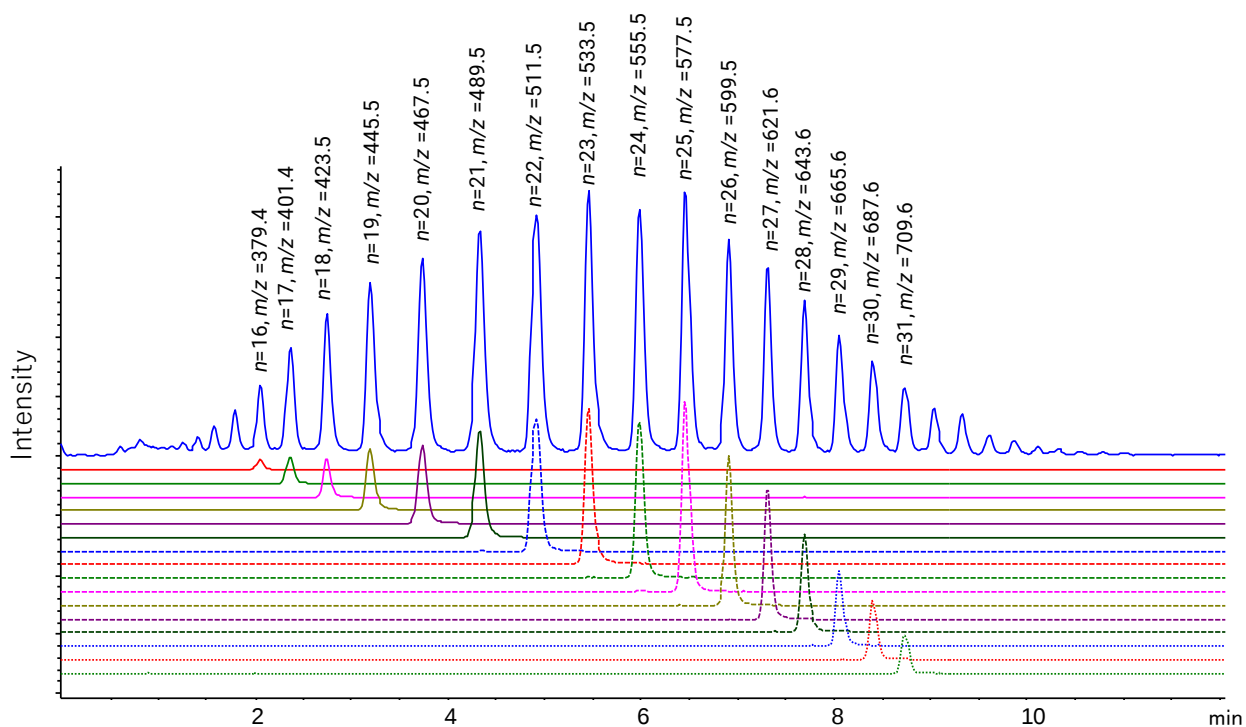


図3. PEG 1k トータルイオンクロマトグラム及びエチレングリコール重合度 $n=16-31$ 二価イオンの抽出イオンクロマトグラム

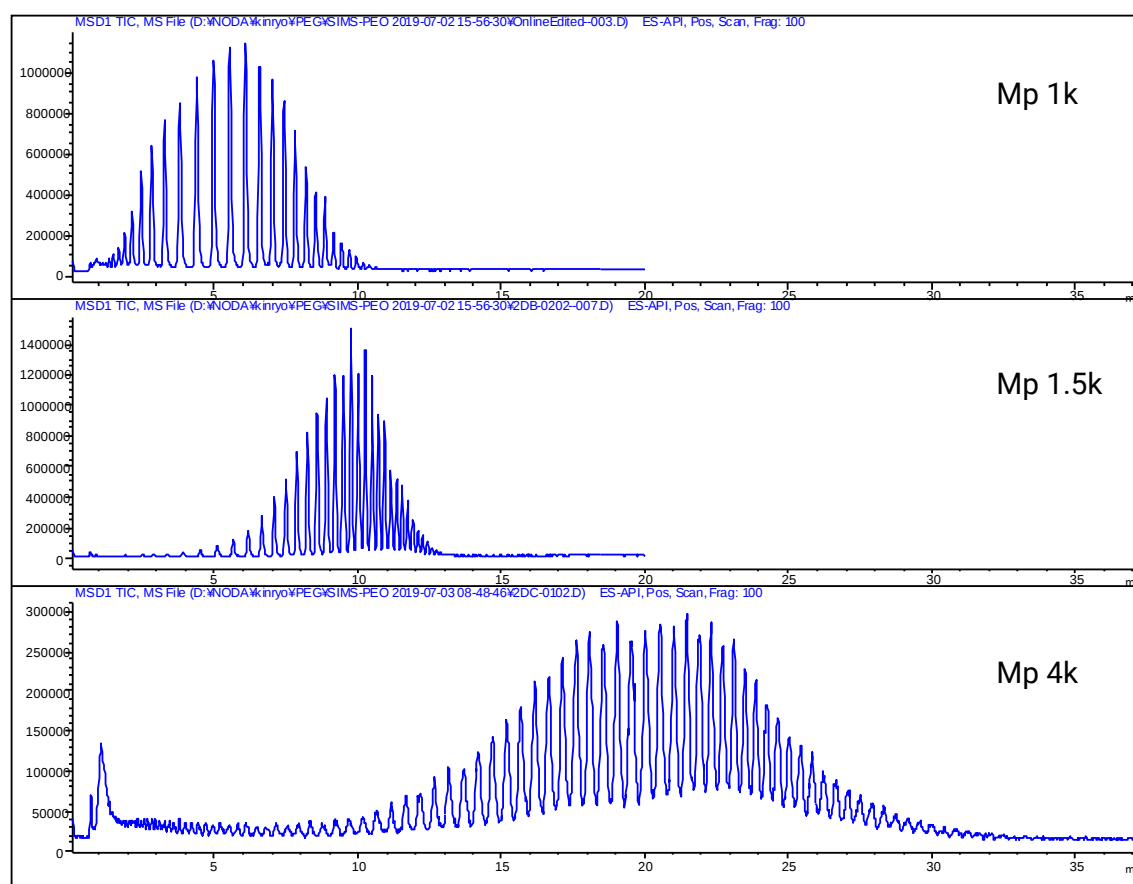


図4. PEG 1k, 1.5k, 4k 標準品における トータルイオンクロマトグラム

まとめ

Agilent InfinityLab LC/MSD を用い、PEGの分析を行いました。すべてのPEGサンプルで重合度毎の分離が可能であり、分子量 4000 程度のPEGでは多価イオンとして検出可能でした。重合度毎の分離が可能であるため、サイズ排除クロマトグラフィーで得られる重量平均・数平均分子量やその比といった情報ではなく、重合度毎の比率や分布といった情報が取得可能になります。

本メソッドは、ポリエーテル系化合物の分析やELSD検出等における分析にも応用可能であると考えられます。

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. 2019

LC-MS-201907ND-001