

GPEC における固定相と移動相の影響



Author

熊谷 浩樹
アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

Gradient Polymer Elution Chromatography (GPEC) は、共重合体の組成比や末端基の異なるポリマーなどを分離することができ、ポリマーの化学的な情報が得られます。GPEC は、ODS カラムなどを用いてポリマーの貧溶媒から良溶媒へグラジエント溶離を行います。GPEC の原理はポリマーの溶解度の差によるとされていますが、実際には固定相との相互作用も分離に影響していると考えられています。そこで、今回は GPEC の分離に及ぼす固定相と貧溶媒の影響について紹介します。

システム

Agilent 1260 Infinity II LC システム
 1260 Infinity II フレキシブルポンプ (G7111B)
 1260 Infinity II バイアルサンプラ (G7129A) + ICC
 1290 Infinity II 蒸発光散乱検出器 (ELSD) (G7102A)

分析条件

《固定相、貧溶媒の検討》

- カラム：・ Pursuit XRs C18、3 μm、2.0×150 mm、
 (p/n : A6001150X020)
- ・ PLRP-S 100 Å、3 μm、2.1×150 mm
 (p/n : PL1912-3300)
 - ・ ZORBAX Eclipse XDB CN、5 μm、2.1×150 mm
 (p/n : 993700-905)

移動相： 貧溶媒：MeOH、ACN、良溶媒：THF

グラジエント：

時間 (分)	A (%)	B (%)
0	100	0
3	100	0
18	0	100
28	0	100

流速：0.2 mL/min

カラム温度：40 °C

検出：ELSD、ネブライザ温度 50 °C、蒸発管温度 90 °C、
 ガス流量 1.3 SLM

試料：標準ポリスチレン (PL2013-2001)、PS-*b*-PMMA、
 PC (Merck)

結果

《固定相の影響》

貧溶媒：MeOH、良溶媒：THF で PS と PS-*b*-PMMA を異なるカラムで分析した結果を図 1 に示します。溶出順は変わりませんでした。固定相により保持の強さやピーク形状に差が見られました。

《貧溶媒の影響》

カラム：PLRP-S、良溶媒：THF で、PS および PS-*b*-PMMA、PC を、貧溶媒を変えて分析した結果を図 2 に示します。貧溶媒が CAN の場合は、PC、PS-*b*-PMMA、PS の順に溶出しましたが、貧溶媒を MeOH にすると PS-*b*-PMMA、PS、PC の順に溶出し、溶出順が変化しました。

まとめ

ここで示したように、固定相や貧溶媒の種類は溶出順やピーク形状に影響します。特に、貧溶媒はポリマーの沈殿に大きく影響を与えるので、貧溶媒の選択は GPEC の条件検討において重要です。

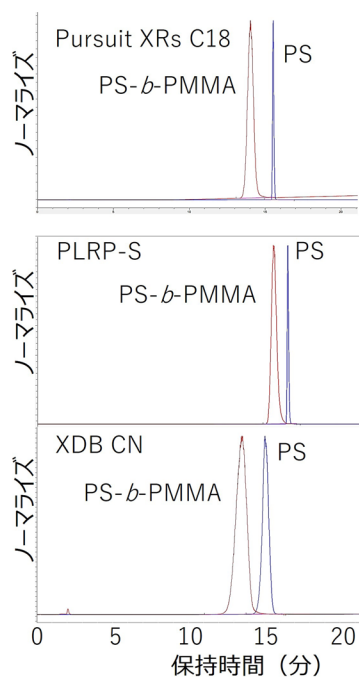


図 1. 異なるカラムを用いた PS と PS-*b*-PMMA の GPEC

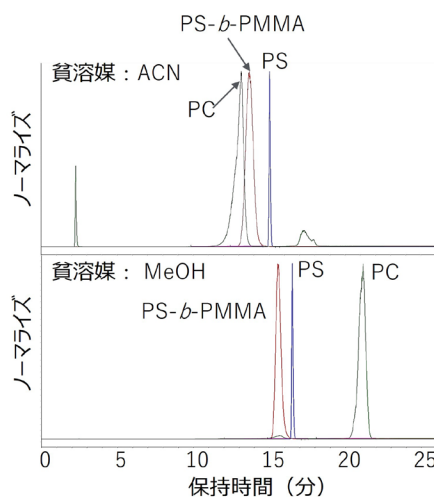


図 2. 異なる貧溶媒を使用した PS と PS-*b*-PMMA、PC の GPEC

ホームページ

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

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。

DE08280313

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2022
Printed in Japan, June 2, 2022
5994-5025JAJP

