

Application News

No.L482B

高速液体クロマトグラフィー
High Performance Liquid Chromatography

“Prominence-i GPC システム”による 添加剤含有疎水性高分子の分析

Analysis of Polystyrene with Antioxidant by “Prominence-i GPC system”

古くから疎水性高分子分析には、示差屈折率検出器を用いた GPC 分析が行われています。しかしながら、主成分である合成高分子の添加剤などとして、UV 吸収を持つ微量成分が含まれている場合には、これらを高感度に検出するため、UV 検出器、あるいは、フォトダイオードアレイ (PDA) 検出器を合わせて用いる場合があります。示差屈折率検出器と UV 検出器を併用することにより、主成分と微量添加剤を同時に分析可能となり、高分子の分子量分布計算とともに、微量成分の UV スペクトルの確認、定性や検量線に基づいた定量が可能となります。

新一体型高速液体クロマトグラフ “Prominence-i” は、示差屈折率検出器 “RID-20A” を接続可能です。また、カラムオーブンは GPC 分析で使用する 30 cm のカラムを 3 本まで収納できるため、カラム長さを必要とするアプリケーションにも対応可能です。

ここでは、“Prominence-i GPC システム” を用いたポリスチレンの GPC 分析例をご紹介します。

N. Iwata

■ 添加剤含有ポリスチレンの GPC 分析

GPC Analysis of Polystyrene with Antioxidant

多くの場合、高分子には可塑剤、酸化防止剤、滑剤、加硫促進剤、難燃剤などの添加剤が加えられています。

本アプリケーションニュースでは、ヒンダードフェノール系酸化防止剤に代表される Irganox 1010 をポリスチレン (PS) に少量添加したものを分析しました。Fig. 1 に添加剤含有 PS (5 g/L) を 5 μ L 注入した結果を、Fig. 2 に Prominence-i の内蔵 PDA 検出器により得られた Irganox 1010 のスペクトルを、Table 1 にその分析条件を示します。分析カラムは校正曲線が直線になるカラム、KF-804L を、移動相は安定剤を含有しないテトラヒドロフラン (THF) を用いました。

Fig. 1 に示したように、約 7.5 分に溶出した PS の直後に Irganox 1010 のピークを検出しました。示差屈折率検出ではわずかに検出された添加剤のピークは、PDA 検出の検出波長を最適化することにより、高感度に検出され、定量可能となります。また、Fig. 2 に示したように、PDA 検出器から得られた UV スペクトルを用いて、Irganox 1010 の定性が可能です。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shodex KF-804L (300 mm L \times 8 mm I.D.)
Mobile Phase	: THF (without stabilizer)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 $^{\circ}$ C
Injection Volume	: 5 μ L
Detection (PDA)	: 230 nm
Flow Cell	: Conventional Cell for Integrated
Detection (RI)	: RID-20A
	Polarity +, Cell temp. 40 $^{\circ}$ C, Response 1.0 sec

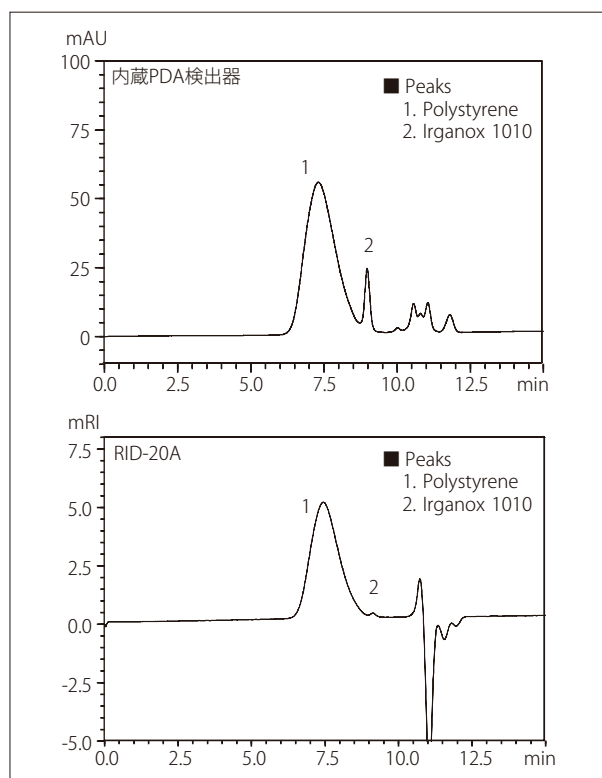


Fig. 1 添加剤含有ポリスチレン (PS) のクロマトグラム (5 g/L, 5 μ L 注入)
上段: 内蔵 PDA 検出器
下段: RID-20A 検出器
Chromatograms of Polystyrene (PS) with Antioxidant (5 g/L, 5 μ L Injected)
Upper: Internal PDA Detector
Lower: RID-20A Detector

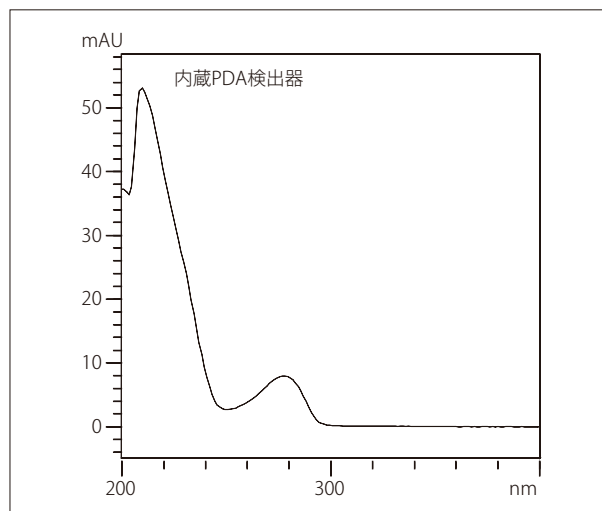


Fig. 2 Irganox 1010 のスペクトル
Spectrum of Irganox 1010

■ 校正曲線

Calibration Curve

Fig. 3 に Table 1 の条件で分析した PS の校正曲線を示します。今回は校正曲線が直線になるカラムを使用しました。3,950～197,000 の分子量範囲で校正曲線を作成したところ、寄与率 $R^2 = 0.999$ 以上と良好な直線性が得られました。

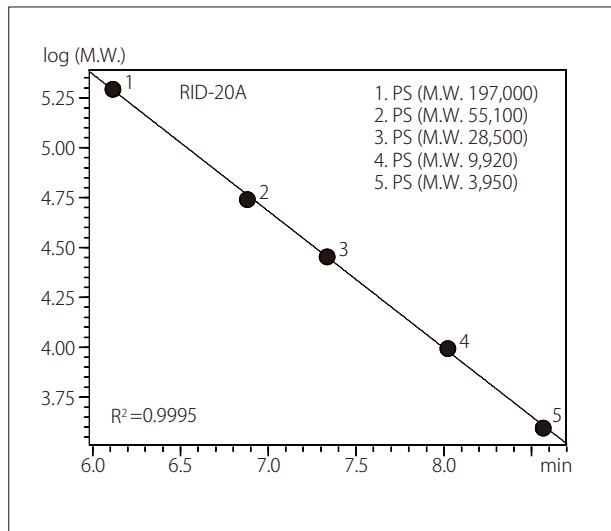


Fig. 3 PS の校正曲線 (M.W. 3,950～197,000, 5 μ L 注入)
Calibration Curve of PS (M.W. 3,950～197,000, 5 μ L Injected)

■ 直線性と定量

Linearity and Quantitation

Fig. 5 に Table 1 の条件で分析した Irganox 1010 の検量線を示します。10～100 mg/L の濃度範囲で検量線を作成したところ、寄与率 $R^2 = 0.999$ 以上と良好な直線性が得られました。

この検量線より、Fig. 1 の Irganox 1010 の含有量は、10.8 mg/g ポリスチレン (PS) となりました。

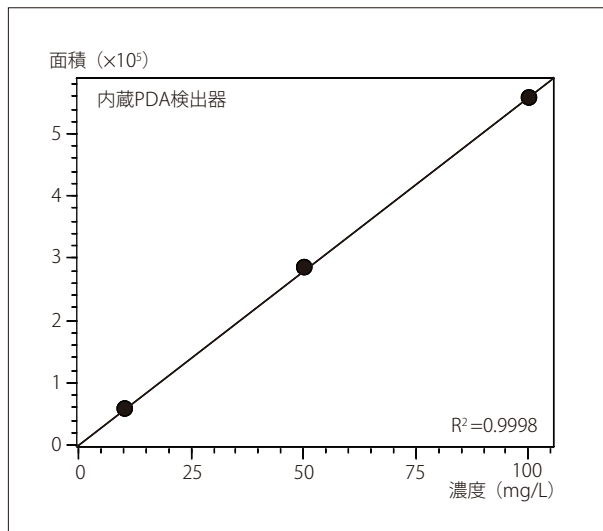


Fig. 5 Irganox 1010 の検量線 (10～100 mg/L, 5 μ L 注入)
Calibration Curve of Irganox 1010 (10～100 mg/L, 5 μ L Injected)

■ 分子量分布

Molecular Weight Distribution

Fig. 4 に Table 1 の条件で分析した添加剤含有 PS の分子量分布曲線を示します。黒色実線は微分分子量分布曲線、青色実線は積分分子量分布曲線となります。数平均分子量 (Mn), 重量平均分子量 (Mw) はそれぞれ 15422, 26078 です。

この時、分子量分布 (多分散度: Mw/Mn) は約 1.69 です。

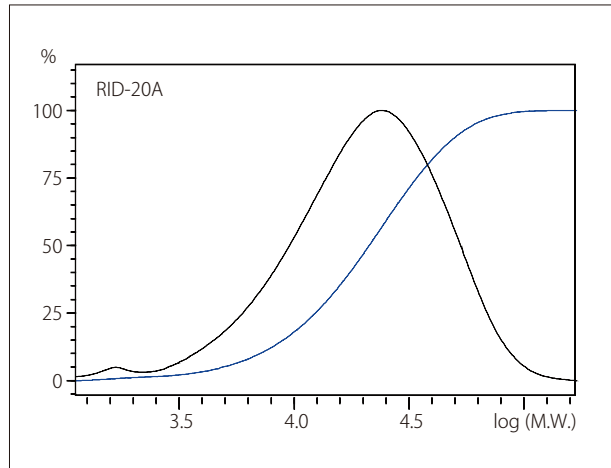


Fig. 4 PS の分子量分布曲線 (5 g/L, 5 μ L 注入)
黒線: 微分分子量分布曲線
青線: 積分分子量分布曲線
Distribution of Molecular Weight Curve of PS (5 g/L, 5 μ L Injected)
Black Line: Differential Curve
Blue Line: Integral Curve

[注意事項]

- 1) カラム OUT 以降の配管、および、フィッティングを SUS 製に変更しています。
- 2) ニードルシール (オートサンブラ部) をベスベル®ニードルシールに変更しています。
- 3) 自動洗浄キットは使用していません。

B改訂版発行: 2015年3月

初版発行: 2014年10月

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnnavi/solnnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

3100-09402-480IK
2014.10