

## はじめに

このアプリケーションノートでは、Waters ACQUITY UPLC (Ultra Performance LC) システムを使用してインクジェットプリンタ用インクカートリッジ(ブランド製品とノーブランド製品)の色素を分離し比較する方法について説明します。クロマトグラフによる分離は、色素を用いる製品開発や競合品の成分解析における色素の安定性、純度、組成分析などの目的で最も多用され、かつ強力な手法でもあります<sup>1,2</sup>。従来型の HPLC を使用して、不純物を含む色素や調合済みの製品を解析する場合、通常、困難で作業時間が長くかかります。標準的な HPLC を使用して構造の類似した成分から色素を分離するには、約 20~30 分の分析時間を要します<sup>1</sup>。

UPLC システムを使用すると、酸性色素とその不純物を 2 分未満で迅速に分離することができ、インクジェット色素の組成解析を非常に短時間で実行することができます。

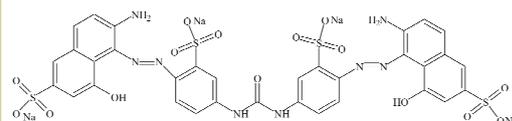
## サンプルの前処理

色素 1-5 を脱イオン水に溶解し、4-40 µg/mL の標準液を作成しました。インクジェットプリンタのカートリッジからピペットを用いてシアン、マゼンタ、イエローのインクジェット溶液 0.5-4 µL を取り出し、1-2 mL の脱イオン水で希釈しました。すべてのサンプル溶液は 25 mm GHP Acrodisc filter (WAT200514) でろ過し、UPLC Max recovery サンプルバイアル(スクリューキャップ 12x32 mm 186000327c)に収めて分析に用いました。

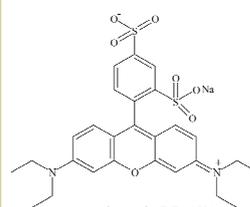
Acquity  
Ultra Performance LC



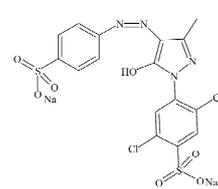
## 構造式



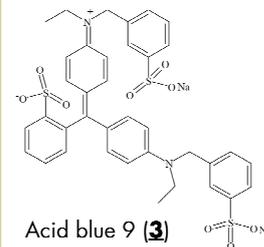
Direct red 75 (1)



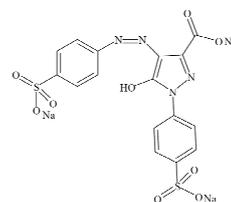
Acid red 52 (2)



Acid yellow 17 (4)



Acid blue 9 (3)



Acid yellow 23 (5)

## 分析条件

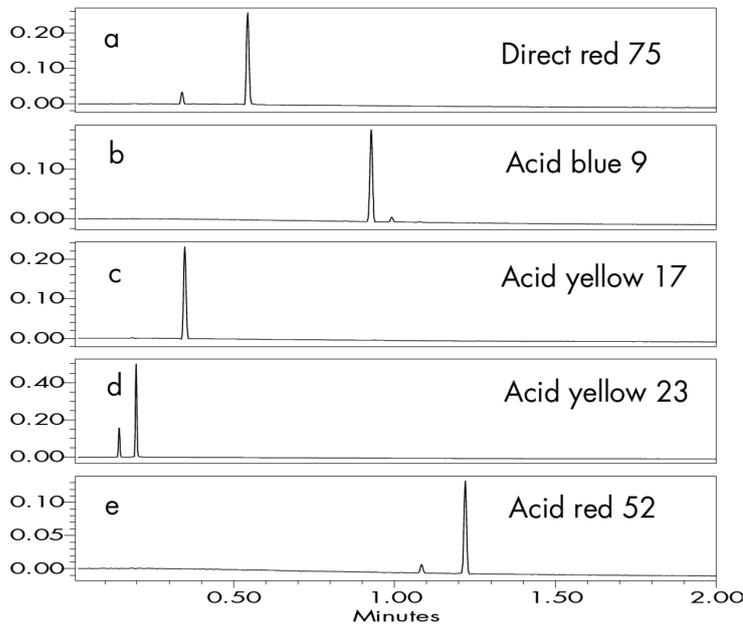
### LC 条件

LC システム :	Waters ACQUITY UPLC
カラム :	ACQUITY UPLC BEH SHIELD RP <sub>18</sub> 2.1x50 mm, 2.1x100 mm, 1.7 µm
カラム温度 :	50 °C
移動相 A :	10 mM NH <sub>4</sub> HCO <sub>3</sub> , pH 9.8
移動相 B :	CH <sub>3</sub> CN
洗浄用溶媒 :	CH <sub>3</sub> CN 5%水溶液 500 µL (弱) CH <sub>3</sub> CN 50%水溶液 50 µL (強)
シール洗浄 :	CH <sub>3</sub> CN 10%水溶液 5 min

### 検出器条件

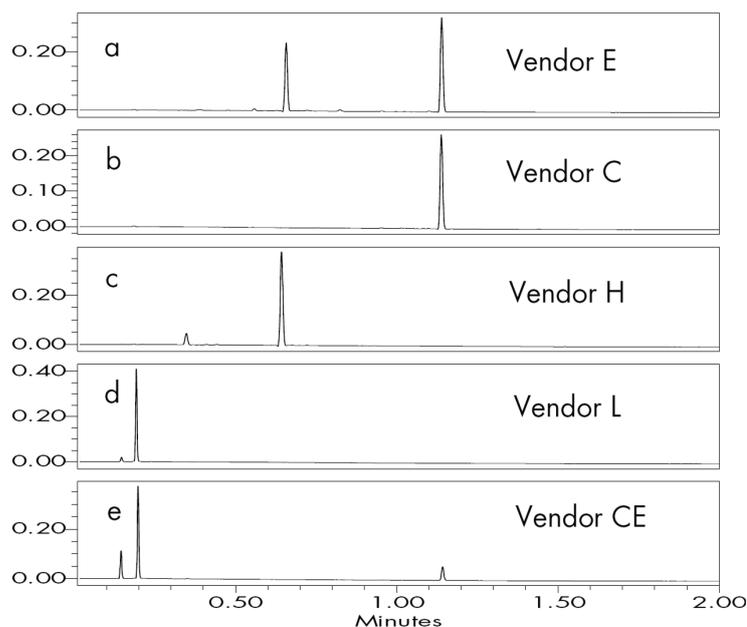
検出器 :	ACQUITY TUV 検出器
分解能 :	1.2 nm
取り込み速度 :	20 points/s
フィルタ :	0.1 s

図 1. 市販色素と不純物のプロファイル



カラム: 2.1x50 mm UPLC BEH SHIELD RP<sub>18</sub>  
 グラジェント: 2分間で5-55% B, 1 mL/min  
 注入量: 5  $\mu$ L  
 測定波長: a 535 nm, b 625 nm, c 400 nm, d 420 nm, e 550 nm

図 2. インクジェット用イエローインクの色成分の分離

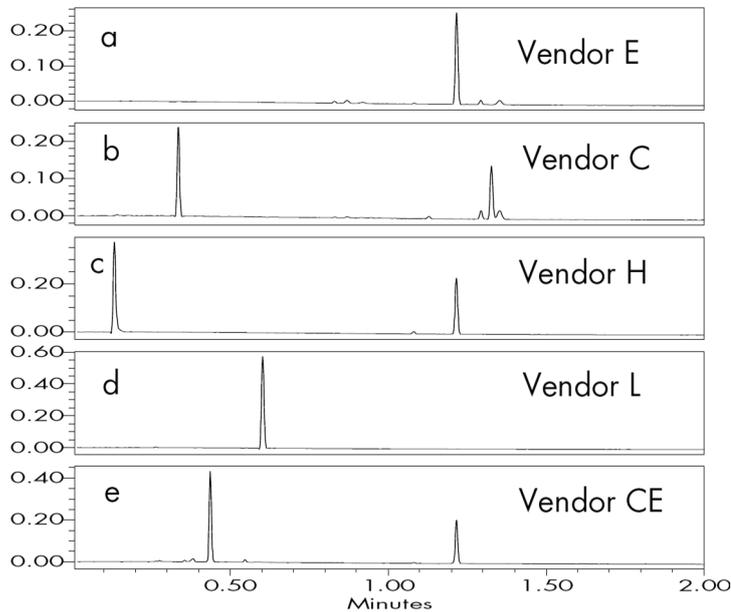


測定波長: abc 400 nm, de 420 nm

インクジェットプリンタ用インクとして標準的に使用されている 5 種類の色素をサンプルとして使用し、UPLC による迅速分離および不純物解析を実行しました<sup>3</sup>。図 1 に示す例からも分るとおり、2 分間のリニアグラジェント溶出で色素と不純物を素早く分離することができました。移動相 A (重炭酸アンモニウム、pH 9.8) を使用したときに最適分離が得られました。

5 社のインクジェットプリンタカートリッジから取り出したイエローとマゼンタインクについて、同一のクロマトグラフ条件を用いて色素成分プロファイリングを行いました。図 2 に示すのはイエローインクジェットインクのクロマトグラムです。メーカー E のインクでは保持時間 0.66 分と 1.14 分に主成分である黄色色素が出現します。UPLC のデータでは、1.14 分のピークはメーカー C, E, CE のインクに共通して見られるのに対し、メーカー H, E のイエローインクでは保持時間 0.66 分に色素成分ピークが出現します。メーカー L, CE のインクジェットインクの最初の 2 本のピーク (0.15 と 0.20 分) は酸性イエロー-23 とその不純物ピークに一致します。

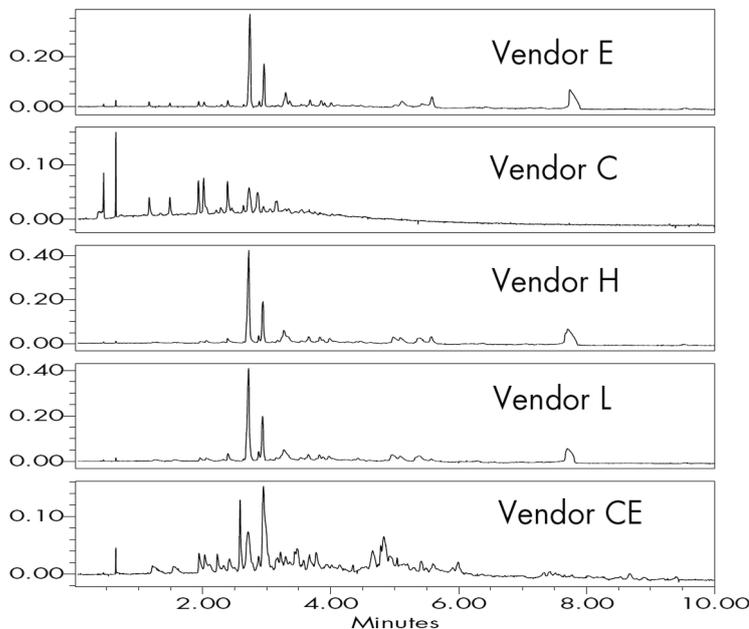
図 3. インクジェット用マゼンタインクの変離



測定波長: a 550 nm, b 540 nm, cde 550 nm

図 3 は、マゼンタのインクジェットインクの場合、調合には 1 種類または 2 種類の染料が主要成分として使われていることを示しています。メーカー E, H, CE のインクでは酸性レッド 52 (保持時間 1.22 分) が使用されています。

図 4. インクジェット用シアンインクの変離



カラム: 2.1x100 mm UPLC BEH SHIELD RP<sub>18</sub>  
 グラジェント: 10 分間で 5-40% B, 0.5 mL/min  
 注入量: 10  $\mu$ L  
 測定波長: 670 nm

シアンインクはイエローやマゼンタインクの色素よりも複雑な調合ですが、UPLC を使用することによって明瞭に成分を分離することができます (図 4)。定性的に評価すると、メーカー E, H, L のシアンインクについてはそのクロマトグラムは非常によく似ています。すべてのシアンインクのクロマトグラム形状から比較すると、その違いは重合度の違いが反映されていると考えられます。

ここで分析したすべてのシアンインクジェットインクには発色団を組み込んだ機能性高分子が使用されていると思われます。このような場合は、UPLC と MS 検出器を組み合わせることで簡単に追加情報を得ることができるため、競合製品の解析などに非常に有用です。従来法でこれを行う場合、非常に長時間の作業を要します<sup>4,5</sup>。

**結論**

Waters ACQUITY Ultra Performance LC システムは、インクジェットプリンタ用インクの分離において、迅速で簡単かつ高感度な分離方法を提供します。このシステムでは UPLC BEH カラム技術により pH 9.8 領域での使用が可能となり、優れた選択性と分解能が実現されました。UPLC は、ブランド品、ノーブランド品に関わらずインクジェットプリンタカートリッジのインク色素を分離できる強力なツールです。色素の安定性や純度、組成を分析する方法は製品開発を始めとして競合品の解析、特許侵害、品質管理、科学捜査など広い分野に応用が可能です。

**参考文献**

1. J. A. Zlotnick, et al., *J. Chromatogr., B* 733, 265-272, 1999.
2. P. J. Lee, A. J. Di Gioia, *ACQUITY UPLC SEPARATION OF TRIARYLMETHANE INK DYES (PART I)*, Waters Corporation, *Application Note 720001262EN*, 2005.
3. K. Hunger, "Industrial Dyes: Chemistry, Properties, Application," WILEY-VCH, 495-508, 2003.
4. C. Rafols, et al., *J. Chromatogr., A* 777, 177-192, 1997.
5. M. Holcapek, et al., *J. Chromatogr., A* 926, 175-186, 2001.

For Complete Confidence

Waters

日本ウォーターズ株式会社 [www.waters.co.jp](http://www.waters.co.jp)

東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川 1-3-12 第5小池ビル

TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118

大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島 5-14-10 カトキチ新大阪ビル 11F

TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734

ショールーム 東京 大阪

テクニカルセンター 東京 大阪 名古屋 福岡 静岡

