[APPLICATION NOTE]

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

超高性能超臨界流体クロマトグラフィーによるフェノール樹脂分析

- ACQUITY UPC² /MSを用いたフェノール樹脂分離分析 -

アプリケーションのメリット

・順相、逆相やサイズ排除とは異なる分離モード

・高分解能クロマトグラフィー

・MS検出器による質量分離・分子量確認

ウォーターズのソリューション

ACQUITY UPC²™ BEH 2-EPカラム

ACQUITY UPC²

MassLynx® ソフトウェア

キーワード

超臨界流体クロマトグラフィー

フェノール樹脂

質量分析計

はじめに

高分子材料の開発では分子量分布、化学的特性や物理的特性を解明することが必要です。分子量分布や材料中の化合物の測定にはサイズ排除、順相、逆相クロマトグラフィーなど様々な分離モードが研究や品質管理に使用されています。

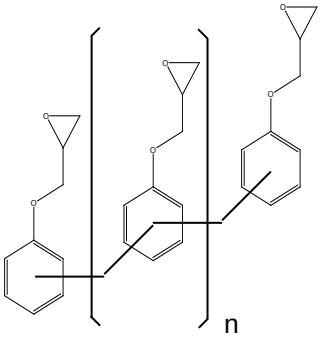
これらの分離モードの中で、超臨界流体の二酸化炭素を使用する超臨界流体クロマトグラフィー(SFC)も新たな分離モードの選択肢として注目されています。

SFCはカラムにより異なる分離挙動を示します。順相に類似した溶出挙動を示すこともできますが、MS検出器に直接導入できるというメリットがあります。

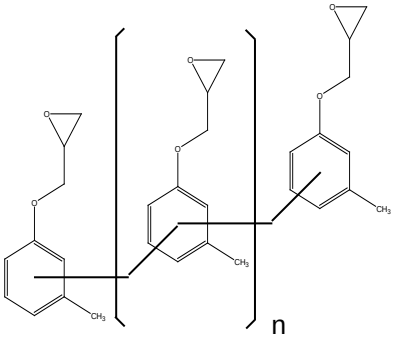
本アプリケーションではSFCと超高速高分離のUPLC®を融合させたACQUITY UPC²とMS検出器を用いたフェノール系樹脂の高分離分析について紹介します。

試料

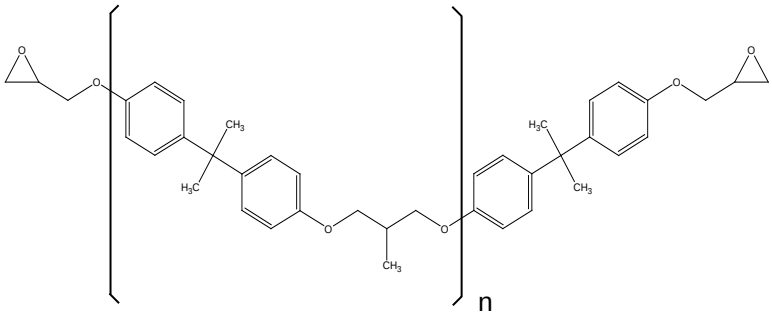
試料は以下の3種類のフェノール系樹脂をそれぞれTHFで溶解し、使用しました。



A : Poly〔(phenyl glycidyl ether)
-co-formaldehyde〕
(Mn : ～570)



B : Poly〔(o-cresyl glycidyl ether)
-co-formaldehyde〕
(Mn : ～1080)



C : Poly(Bisphenol A-co-epichlorohydrin),glycidyl end capped
(Mn : ～1750)

図1. フェノール系樹脂の構造式

分析条件

UPC² 条件

システム: ACQUITY UPC²

カラム: ACQUITY UPC² BEH 2-EP
1.7 µm, 3.0 x 100 mm

カラム温度: 45 ℃

強洗浄溶媒: イソプロパノール（200 µL）

弱洗浄溶媒: イソプロパノール（600 µL）

移動相A: 超臨界流体CO_2

移動相B: イソプロパノール

流速: 1.5 mL/min

注入量: 0.5 µL

メイクアップ 2 mM-酢酸アンモニウム
含有メタノール（0.2 mL/min）

グラジエント:

時間(分)	A%	B%	Curve
0	97.5	2.5	6
10	80.0	20.0	6
20	62.5	37.5	6
25	97.5	2.5	11

分析時間: 28分

ABPR 2000 psi

MS 条件

MS システム: Xevo® TQD

イオン化モード: ESIポジティブ

分析モード: SCAN

キャピラリー: 3.5 kV

コーン電圧: 20 V

脱溶媒温度: 400℃

脱溶媒ガス: 1000 L/hr

マスレンジ: *m/z* = 200-2000

分析

サンプルAについては、n=1ごとに*m/z*で162増加し、n=2～5までのポリマーが確認されます（図2）。

サンプルBについては、n=1ごとに*m/z*が176増加し、n=2～6までのポリマーが確認されます（図3）。重合はo,m,p-位それぞれで重合するため各重合度で多くの異性体が存在します。UPC²®では重合度での分離以外にも種々の位置異性体も分離します。

サンプルCについては、n=1ごとに*m/z*で248増加し、n=1～5までのポリマーが確認されますがサンプルA,Bと異なり位置異性体は存在しないことから各質量で1つのピークを示します(図4)。

A、B、C を混合したサンプルの測定結果を図5に示します。サンプルBのn=2とサンプルCのn=1は同質量となるため混合品のクロマトグラムではともに複数本のピークが見られます。各サンプルの測定結果と同様に混合サンプルにおいても各サンプルごとにｎ数に応じて同間隔でマッピングしていることがわかります。

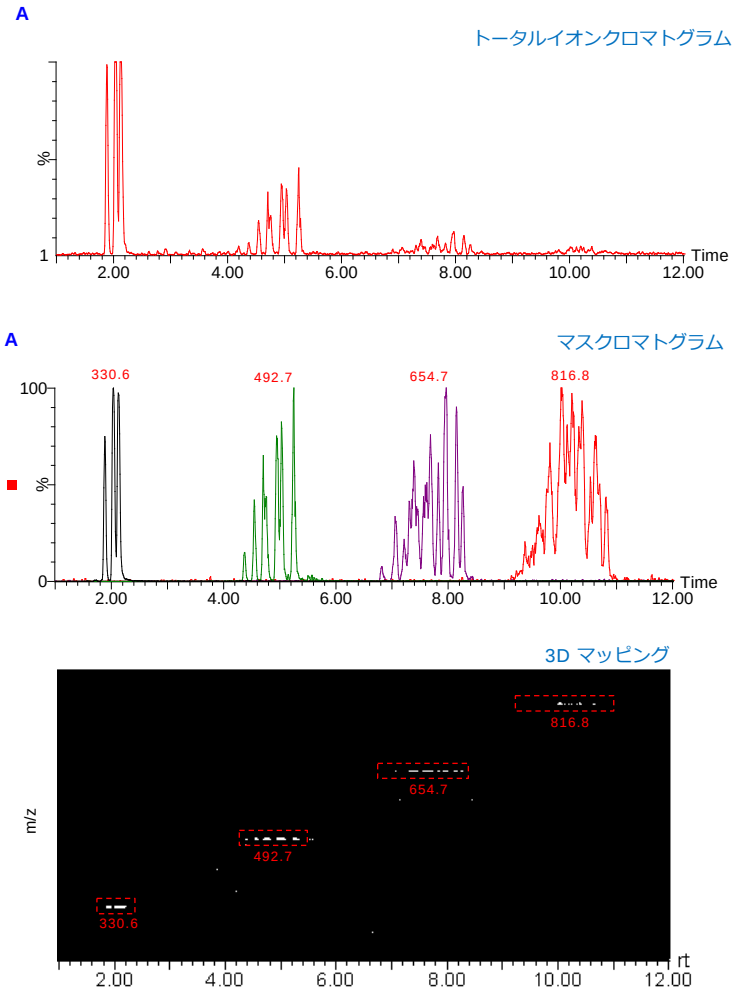


図2. サンプルAの分離結果

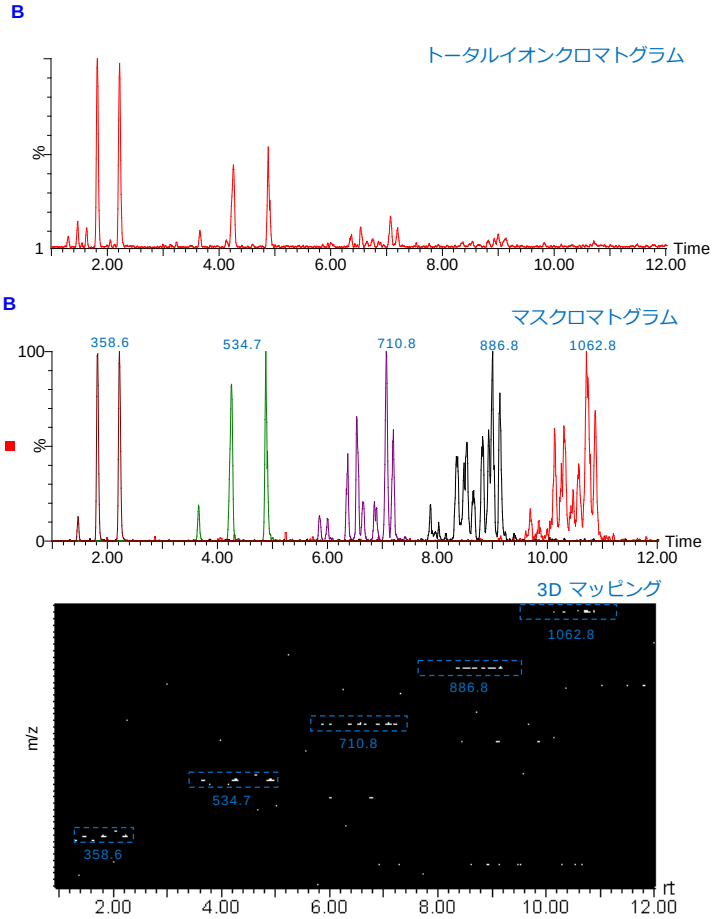


図3. サンプルBの分離結果

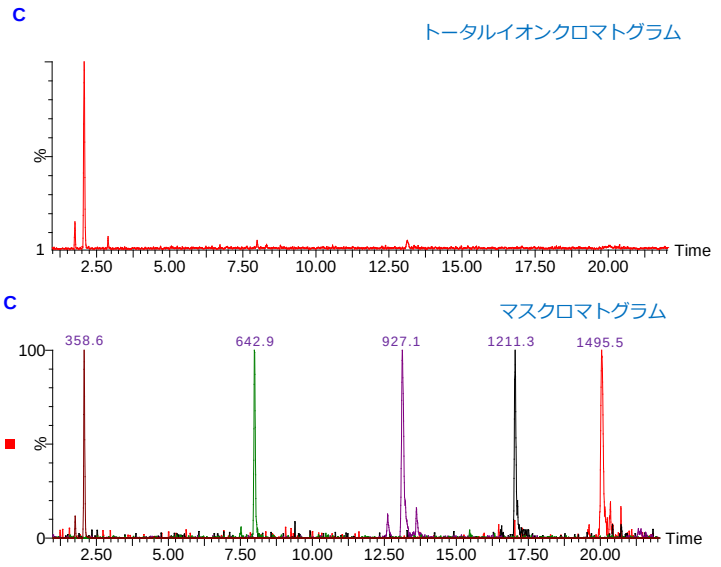


図4. サンプルCの分離結果

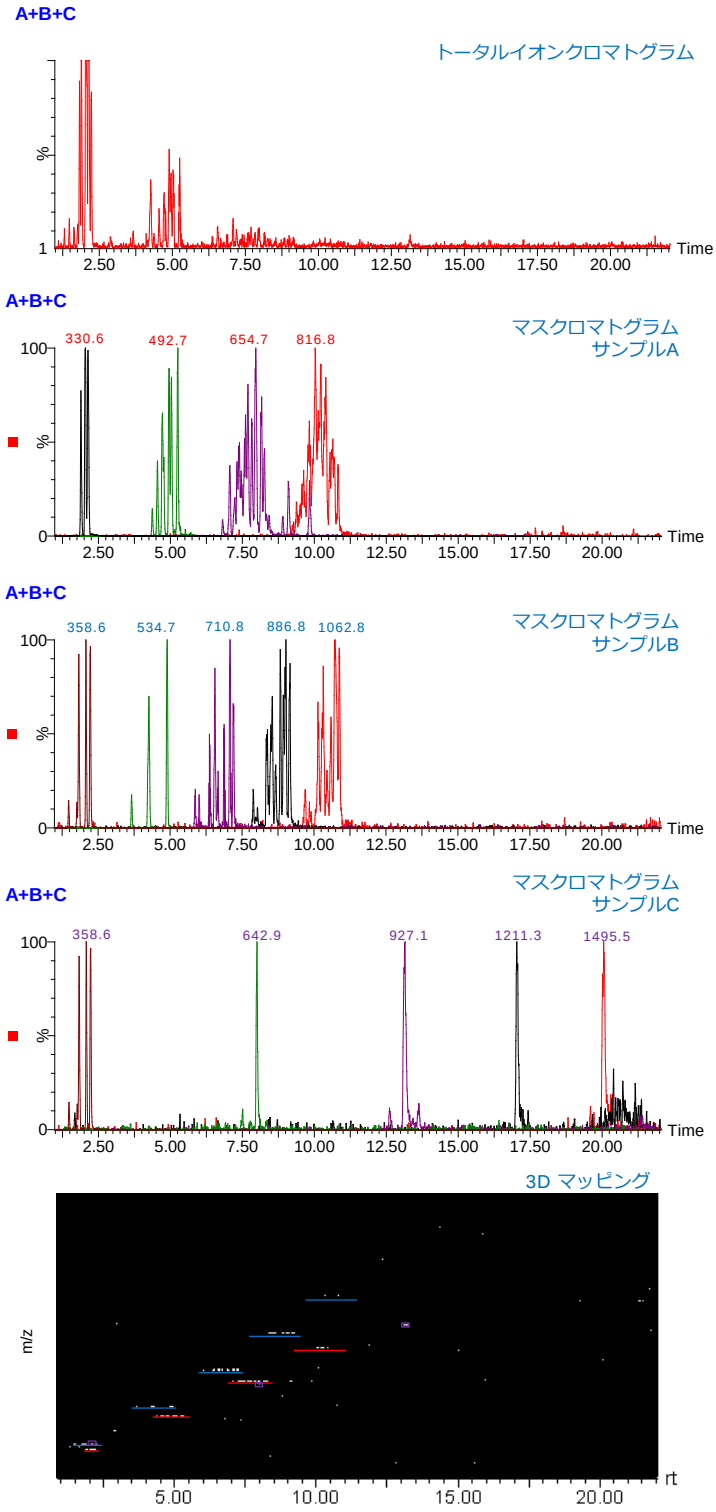


図5. サンプルA+B+Cの分離結果

結論

ポリマー分離において、ACQUITY UPC²を用いることにより、重合度の違いによる分離のみでなく位置異性体を分離することが可能となります。また質量分析計を接続することにより質量情報からこれら分離の確認が容易となり、高分子材料開発における分離ツールとして有用です。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.com

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 サムティ新大阪フロントビル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 札幌 富山

Waters、MassLynx、UPLC、Xevo、UPC² および The Science of What's possible は Waters Corporation の登録商標です。ACQUITY UPC² はWaters Corporation の商標です。その他すべての登録商標はそれぞれの所有者に帰属します。

©2014 Waters Corporation. Produced in Japan. 2014年4月 MKT14060 PDF