

TSKgel Super-ODSを用いた高分子添加剤(抗酸化剤)の分離 -グラジエント条件における汎用カラムとの対応-

ポリマーの酸化劣化防止のため酸化防止剤が添加されますが、なかでもフェノール系の酸化防止剤(BHT, Irganox 1010, Irganox 1076 など)は、市販の酸化防止剤の中では最も多く使用されています。これらのフェノール系酸化防止剤は、イオン性はほとんど無く、水にはほとんど溶解しませんが、有機溶媒には一般に可溶です。またこれら酸化防止剤はGCにより分析されますが、分子量が550を越えるような酸化防止剤は、LCにより分析されます。

(BHT: MW220, Irganox 1076: MW 530, Irganox 1010: MW 1177)

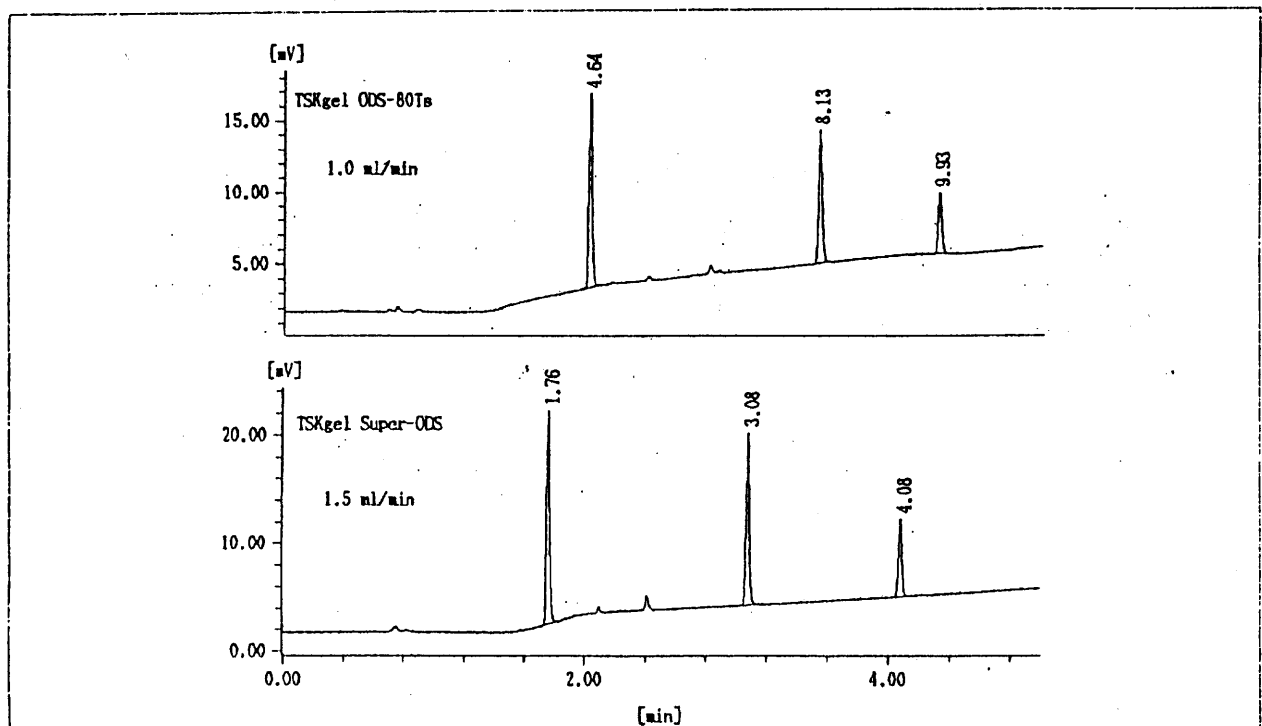
尚、詳細は、GPC/LC研究会(1992)「GPC最近の進歩」を参照ください。

図に TSKgel Super-ODS および ODS-80Ts を用いた抗酸化剤の分離の比較を示します。分離条件には、有機溶媒濃度のリニアグラジエントを使用していますが、TSKgel Super-ODS の条件は、TSKgel ODS-80Ts の条件をそのまま4分の1に短縮したものです。図のように分析時間は異なるものの

(TSKgel Super-ODS の方が5分以内と半分以下の分析時間でしかもピークがシャープ)、分離選択性はほとんど同じです。

このように TSKgel Super-ODS での分離条件の設定については、汎用 ODS でのグラジエント条件を、4分の1の時間設定にすることで対応できそうです。

(ただしアセトニトリル系の流速は 1.5 ml/min に変更)。



逆相クロマトグラフィーによる高分子添加剤(抗酸化剤)の分離

カラム: (1) TSKgel Super-ODS (4.6 mmID x 10 cm)

(2) TSKgel ODS-80Ts (4.6 mmID x 15 cm)

溶離液: A: アセトニトリル/水 = 4/1

B: アセトニトリル/THF = 2/1

(1) A→B: 50% (0.5分リニアグラジエント) → B: 100% (3.5分リニアグラジエント)

→ B: 100% (4.5分)

(2) A→B: 50% (2.0分リニアグラジエント) → B: 100% (9.0分リニアグラジエント)

→ B: 100% (11分)

流速: (1) 1.5 ml/min (2) 1.0 ml/min

温度: 40℃

検出: UV (280nm)

試料: BHT, Irganox1010, Irganox1076 (10μl, 12.5μg/ml)

検出限界 (S/N=3)

BHT : 162 ng/ml

Irganox1010 : 208 ng/ml

Irganox1076 : 458 ng/ml