

SEC/MS を用いた高分子添加剤の分析

Analysis of Polymer Additives using SEC/MS

高分子には、その特性や機能性の向上を目的として、酸化防止剤や光安定剤、可塑剤等の添加剤が多く使用されています。これらの添加剤の種類や含有量を把握することは、高分子材料や高分子製品の品質管理において重要です。高分子添加剤の分析は、再沈殿法や溶媒抽出法等を用いて高分子から抽出し濃縮を行った後、逆相クロマトグラフィーにより分離定量する方法が、一般的に用いられています。本報では、サイズ排除クロマトグラフィーを用いた、前処理操作を必要としない直接分析例を紹介します。

分析カラムとして、低分子画分の分離が良好な TSKgel SuperHZ2000 を使用し、検出器には質量分析計(イオン化法:APCI)を用いました。高分子

試料は、THF に溶解した試料溶液をそのまま注入し、分子量 1 万以下(ポリスチレン換算)のオリゴマー画分のみを検出器に導入しました(図 1 参照)。図 2 に、Irganox 1010、Irganox 1076、Irgafos 168、DIDP(フタル酸イソデシル)、DEHP(フタル酸エチルヘキシル)、BHT の 6 種の高分子添加剤の標準試料のクロマトグラムを示します。

図 4 に、包装材の分析を行った例を示します。細かく刻んだ包装材 100 mg に THF 2mL を加え、超音波処理により溶解後、ろ過(PTFE 膜、細孔 0.5  $\mu$ m)した溶液を測定試料としました。この包装材からは、酸化防止剤 Irganox 1076 18  $\mu$ g/g、可塑剤 DEHP 52  $\mu$ g/g が検出されました。

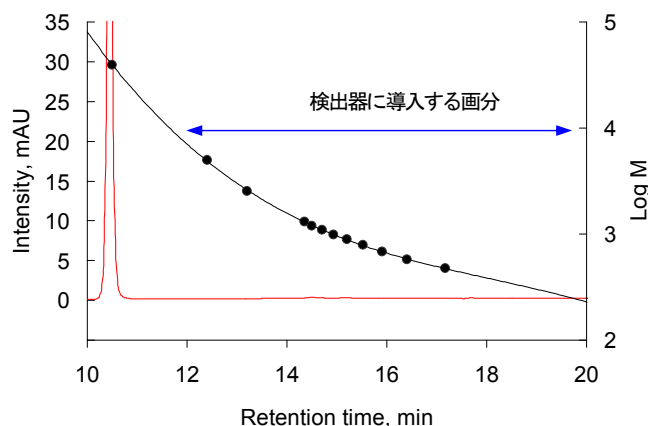


図 1 標準ポリスチレン(分子量 40,000)のクロマトグラム (UV254 nm 検出)

表 1 分析条件

HPLC	MS
Column : TSKgel SuperHZ2000 x 4 (6.0 mmI.D. x 15 cm x 4)	Instrument : QTRAP (AB SCIEX)
Eluent : THF	Ionization : APCI
Flow rate : 0.6 mL/min	Mode : SIM
Injection volume : 5 $\mu$ L	
Column temp. : 40°C	
Instrument : HLC-8320GPC (Tosoh)	

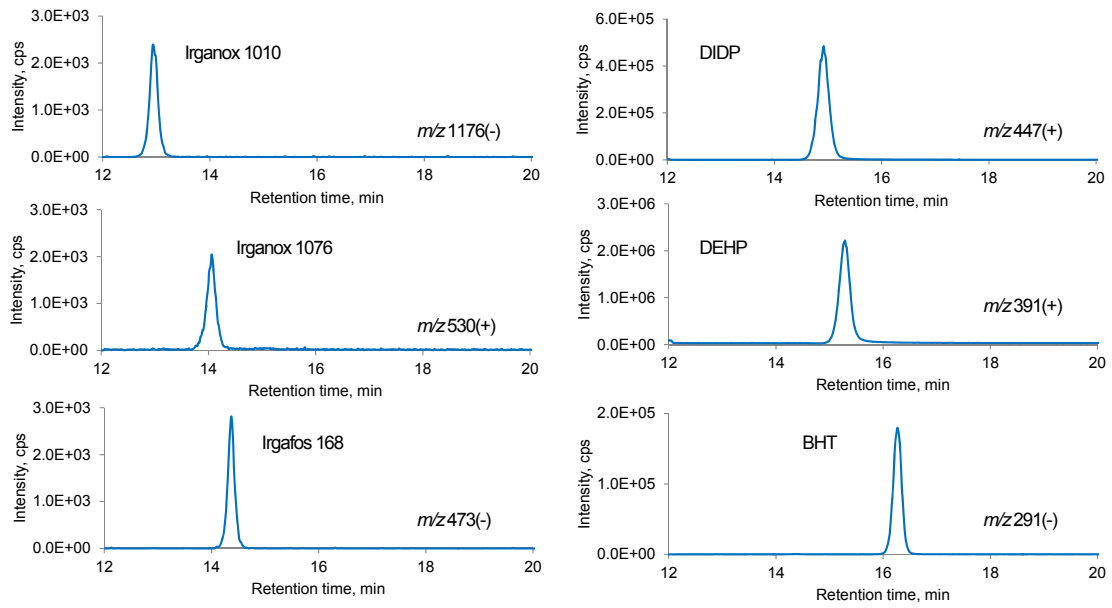


図2 標準試料6種のSIMクロマトグラム (10 mg/L)

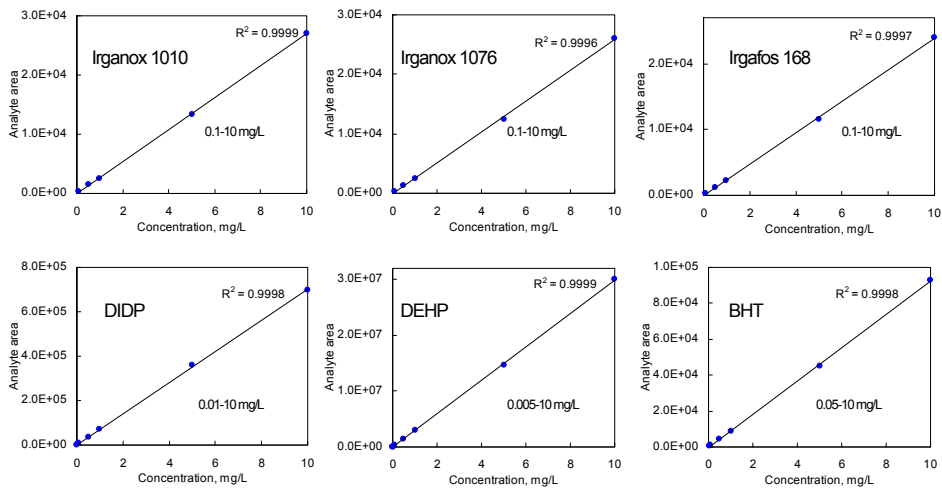


図3 検量線

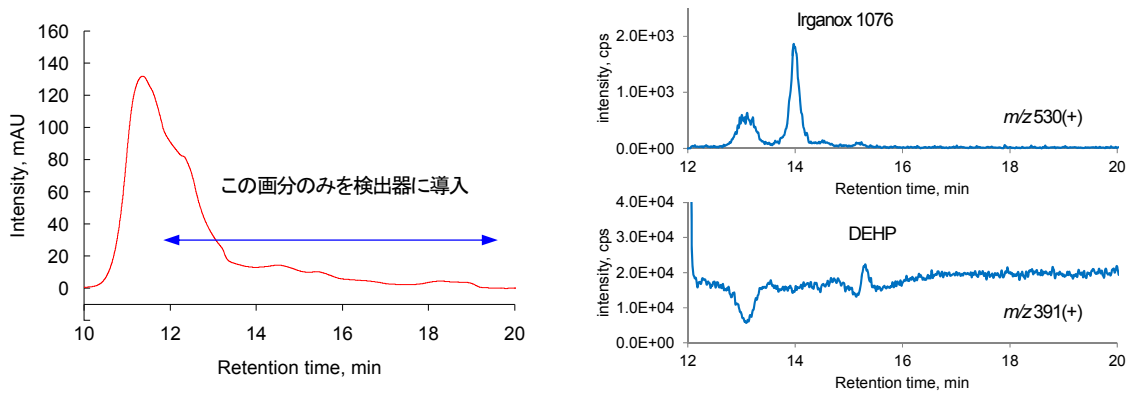


図4 包装材の分析例

左図: UV 254 nm 検出、右図: APCI 検出