

ヒンダードアミン系高分子光熱安定剤 (Chimassorb944) の分析

工業用や食品用等に利用されるフィルムや合成繊維，合成樹脂等の原料として，各種ポリマーやブレンド品，共重合体が使用されています。通常，これらの原料ポリマーには，最終製品の機能，用途に応じて，複数の安定剤が添加されています。

安定剤の種類としては，酸化防止剤 (Irgaiox 249 等のヒンダードフェノール系)，金属不活性剤 (Irganox MD1024 等のヒドラジン系)，紫外線吸収剤 (Tinuvin 327 等のベンゾトリアゾール系)，光熱安定剤 (Chimassorb 944 等のヒンダードアミン系) 等が挙げられます。中でも，樹脂中に発生する過酸化物が酸化物へ分解することによるラジカル発生の抑制機能を持つ酸化防止剤や，光，熱によって発生するラジカルの補足機能を持つ光熱安定剤は，その最終製品の耐久性を向上させる為に特に有効です。従って，樹脂中に添加された，又は，残存しているそれら安定剤の分析定量を行うことが，その樹脂の耐久性を調べる上で重要となります。

これらの添加剤の定量方法としては，HPLC が広く使用されており，IRGANOX 249 等の酸化防止剤や，Tinuvin 327 等の紫外線吸収剤は，ODS カラムと水/メタノール (又は，アセトニトリル) 移動相を用いた逆相モードで分析が広く行われています。しかし，その分子内部に，ピペリジン骨格を持つ Chimassorb 944 (Figure 1 参照) 等のヒンダードアミン系光熱安定剤は，塩基性が高く，通常の逆相モードでの分析条件では，オクタデシルシリカゲルに対する吸着性が高い為，ゲルへの吸着が認められ，テーリングが激しい等，定量性に問題がありました。そこで，今回，Chimassorb944 を用いて，アミン添加による逆相モードでの直接測定方法について検討を行いました。

Figure 2 に，以下の分析条件下で測定した Chimassorb944 のクロマトグラムを示します。分子量分布がある為に，ピークに広がりが見られますが，吸着の無い良好なクロマトグラムが得られています。また，Figure 3 に，重量平均分子量 275,000 の PVC に添加した場合における，水/THF 混合溶媒を用いた再沈操作による PVC と Chimassorb944 の回収率を示します。この図から，水を 15~25%混合した THF 溶媒を用いて再沈させた場合に，大部分の PVC の除去と，ほぼ 100% の Chimassorb944 の回収が可能であることがわかります。

測定条件

カラム	: TSKgel ODS-120T (4.6mmI.D. x 15cmL)
溶離液	: A ; THF/water/acetone = 800/200/0.5 B ; THF/methanol/diethanolamine = 800/200/1.5
クラッシュ条件	: 0min (B 0%) 3min (B 100% linear) 8min(B100%)
流速	: 1.0 mLmin <sup>-1</sup>
カラム温度	: 40
注入量	: 10 μL
検出	: 紫外可視検出器 (240nm)
装置構成	: UV-8020, DP-8020(2台), AS-8020, CO-8020, SD-8022

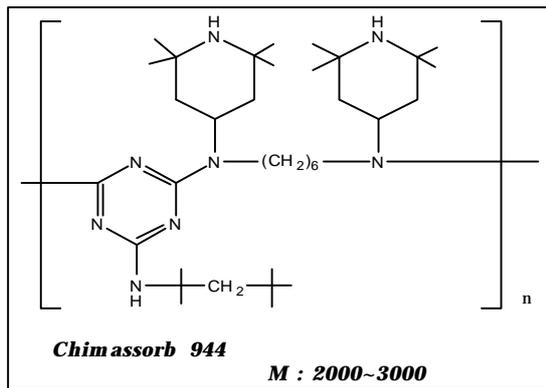


Figure 1 Chimassorb 944 の構造式

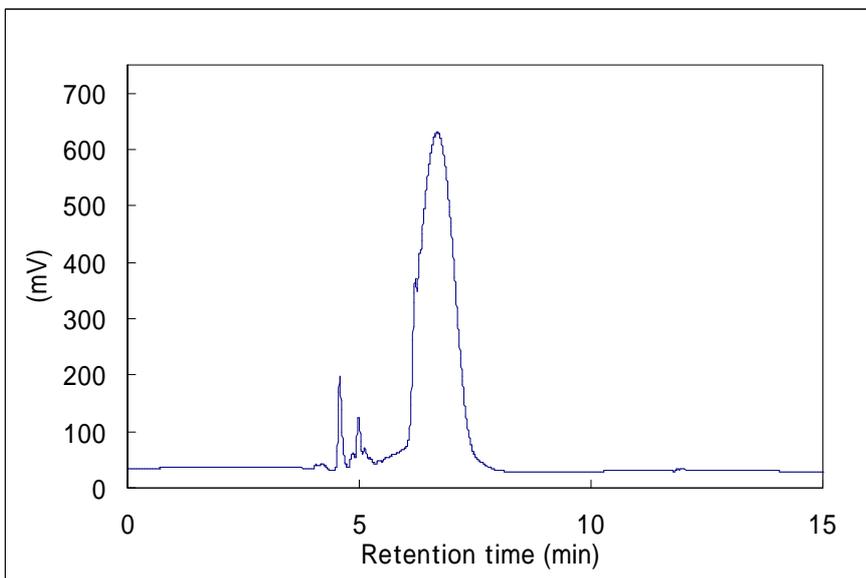


Figure 2 Chimassorb 944 のクロマトグラム

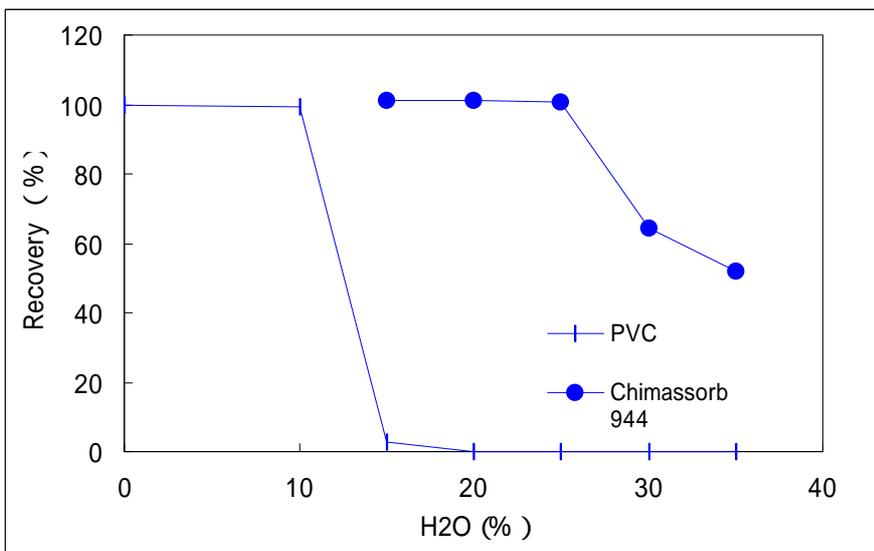


Figure 3 再沈溶媒の組成を変えた場合における回収率との関係