

LC-TRANSFORM™によるポリマー添加剤の分析

Analysis of Polymer Additives by LC-TRANSFORM™

高速液体クロマトグラフィー（HPLC）とFTIRを組み合わせたLC-FTIR法には、フローセルを用いるオンライン法とピーク成分の分取物を個別に測定するオフライン法、さらに、HPLCにおける測定とFTIR用のサンプリングのみオンラインで行い、IRスペクトルの測定はオフラインで行う方法（セミオンライン法）があります。

セミオンライン法としての代表的な方法は、HPLC溶

出液をゲルマニウム（Ge）ディスク上に吹付けながら溶媒を除去して分離成分のみを捕集し、FTIRでこのGeディスクを測定するもので、Lab Connections社（日本総代理店 株式会社エス・ティ・ジャパン）から、LC-TRANSFORM™が市販されています。ここでは、LC-TRANSFORM™を用いたポリマー添加剤の測定例をご紹介します。

(S.Takeuchi)

LC-TRANSFORM™の概略

Outline of LC-TRANSFORM™

Fig.1にLC-TRANSFORM™の外観を示しました。装置は、HPLCに接続して溶出液をGeディスク上にサンプリングする部分とFTIR側でこのGeディスクを測定するための反射装置にわけられます。

HPLCからの溶出物は、シースガスと呼ばれる高温のガスで囲まれたキャピラリー、ノズルを通して一定速度で回転するGeディスク上に噴霧され、円周にそって幅2 mm程度の帯状に捕集されます。サンプリングの終わったディスクは、FTIRの試料室に設置した反射装置で測定できます（Fig.2）。このとき専用のソフトウェアを用いれば、一定角度ごとに回転させながら、始点から終点までを自動で測定することができます。Geディスクは裏面がAlでコーティングされており赤外光はその面で反射されるので、測定波数範囲はGeの吸収のない16000 ~ 550 cm⁻¹までとなります。

赤外スペクトルのピーク強度は物質によって異なりますが、ディスク上でのサンプル量が50 ng程度あれば、測定は可能です。



Fig.1 LC-TRANSFORM™の外観
Photograph of LC-TRANSFORM™

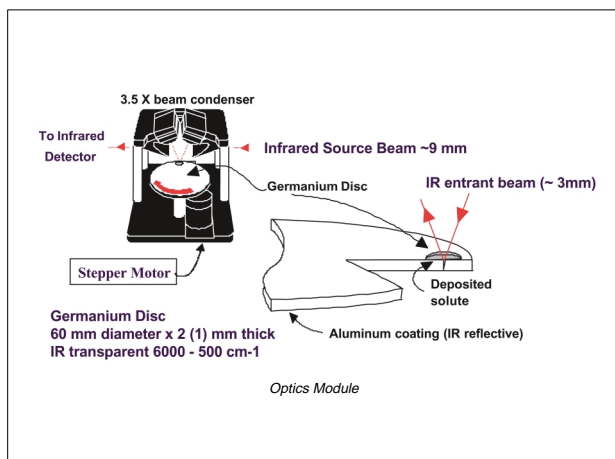


Fig.2 Geディスクと反射装置
Ge disc and Optics Module

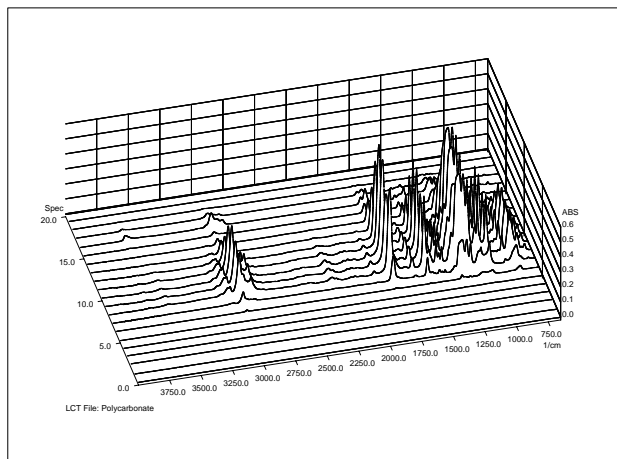


Fig.3 赤外スペクトルの3次元表示
3D-Display of IR spectra

ポリカーボネート中の添加剤の分析

Analysis of Polymer Additive in Polycarbonate

ポリカーボネート（PC）が0.1%濃度になるようTHFを加え、一昼夜静置したものを40℃で4時間かけて溶解させ、0.45 μmのメンブランフィルターでろ過したものを検液としました。感度を上げるためさらに濃縮したものをHPLC（GPC）で分離後、LC-TRANSFORM™を用いて赤外スペクトルを測定しました。

Table1, 2にGPCおよびFTIRの分析条件を示しました。Fig.3は、測定して得られた赤外スペクトルを3次元表示したものです。中央付近にはPCの吸収が見られます。この結果より、O-HとC-Hのピークに相当する波数3637cm⁻¹と2962cm⁻¹におけるIRクロマトグラムを取り出しFig.4に示しました。3637cm⁻¹のIRクロマトグラムで後半に検出されているピークが添加剤によるものです。このピーク付近のスペクトルを観察するとPC成分も含まれているので、Fig.5のように差スペクトルをとることによって、添加剤のスペクトルを求めることができます。

スペクトルの定性は、標準スペクトルとの比較によって行いますが、この差スペクトルはFig.6に示したようにIrganox1010の標準スペクトルとよく一致していることがわかります。なお、この標準試料のスペクトルは、LC-TRANSFORM™によってサンプリングされたものですが、粉末状態でのスペクトルとは結晶構造の違いによると思われる差が見られるため注意が必要です。

Table 1 GPCの分析条件
Analytical Conditions for GPC

Column	: Shim-pack GPC-803(300mmL. × 8.0mmI.D.) Shim-pack GPC-804(300mmL. × 8.0mmI.D.)
Mobile Phase	: THF
Flow Rate	: 0.8mL/min
Temperature	: 40
Injection Volume	: 20 μL
Detection	: Refractive Index UV at 254nm
LC-TRANSFORM™	
Sheath Gas Temp.	: 111
Rotation Speed	: 5 9/min

Table 2 FTIRの分析条件
Analytical Conditions for FTIR

Resolution	: 8cm ⁻¹
Accumulation	: 20
Detector	: DLATGS
Step Resolution	: 5°

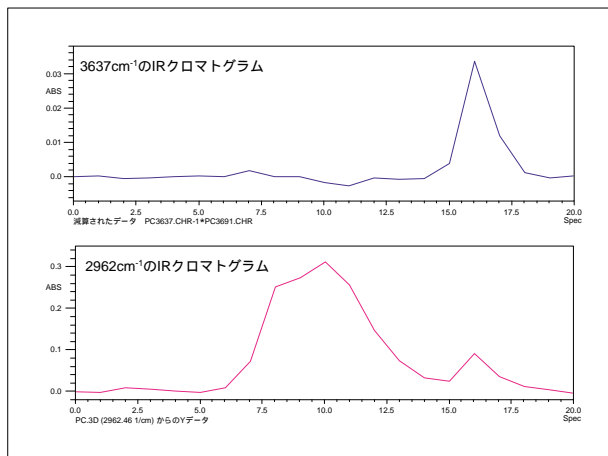


Fig.4 3637, 2962 cm⁻¹におけるIRクロマトグラム
IR Chromatogram at 3637 cm⁻¹, 2962 cm⁻¹

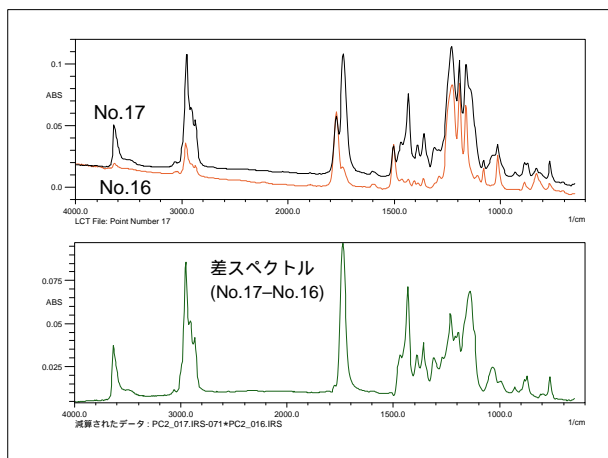


Fig.5 スペクトルNo.16, 17のIRスペクトル
IR spectra of No.16, 17

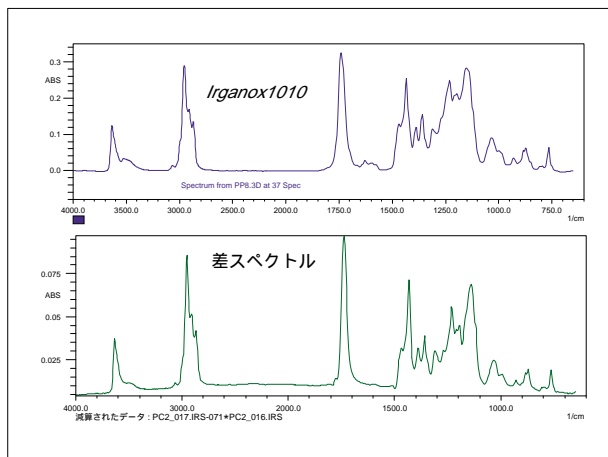


Fig.6 差スペクトルとIrganox1010の標準スペクトル
Difference Spectrum and Irganox1010

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

いろいろな分析アプリケーションニュース類は
<http://www.an.shimadzu.co.jp/support/lib/an/an.htm>
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm> (会員制サイト)
でご覧いただけます。