

## GPC-GCによるPVCの分子量と紫外線吸収剤，酸化防止剤の一斉分析

### Simultaneous Determination of Average Molar Masses of PVC, Ultraviolet Light Absorbents and Antioxidants by GPC-GC

島津アプリケーションニュースNo.G189ですすでにご紹介しましたようにGPC-GCシステムを用いれば一回の試料注入で、ポリマーの各平均分子量、分子量分布および可塑剤の一斉分析が可能です。また、もちろん、このシステムは可塑剤以外のポリマー添加剤の分析にも適用できます。

ここでは紫外線吸収剤、酸化防止剤の分析例をご紹介します。

GPC-GCシステムではGPCで高分子と添加剤を分離した後、添加剤のみをオンラインで分取し、GCに注入して分析を行ないます。分析の流れは以下の通りです。

(1)高分子試料をGPCに注入し、高分子部分と添加剤部分に分離する。

各平均分子量と分子量分布は予め分子量マーカの測定結果より作成しておいた分子量較正曲線より自動的に計算される。(GPCプログラム使用)

- (2)添加剤を含む溶出液がGPC用検出器を出た時点でその一部を一旦トラップ用ループで捕捉する。
- (3)流路を切換えてループ内の添加剤をGCのPTVに注入する。
- (4)PTV内にて溶剤(GPC移動相)の大部分を気化、除去する。
- (5)PTVの温度を急激に上げ、添加剤を気化させてGCで分析する。

これらの操作はすべてシステムコントローラーで制御され、完全自動で分析が可能です。

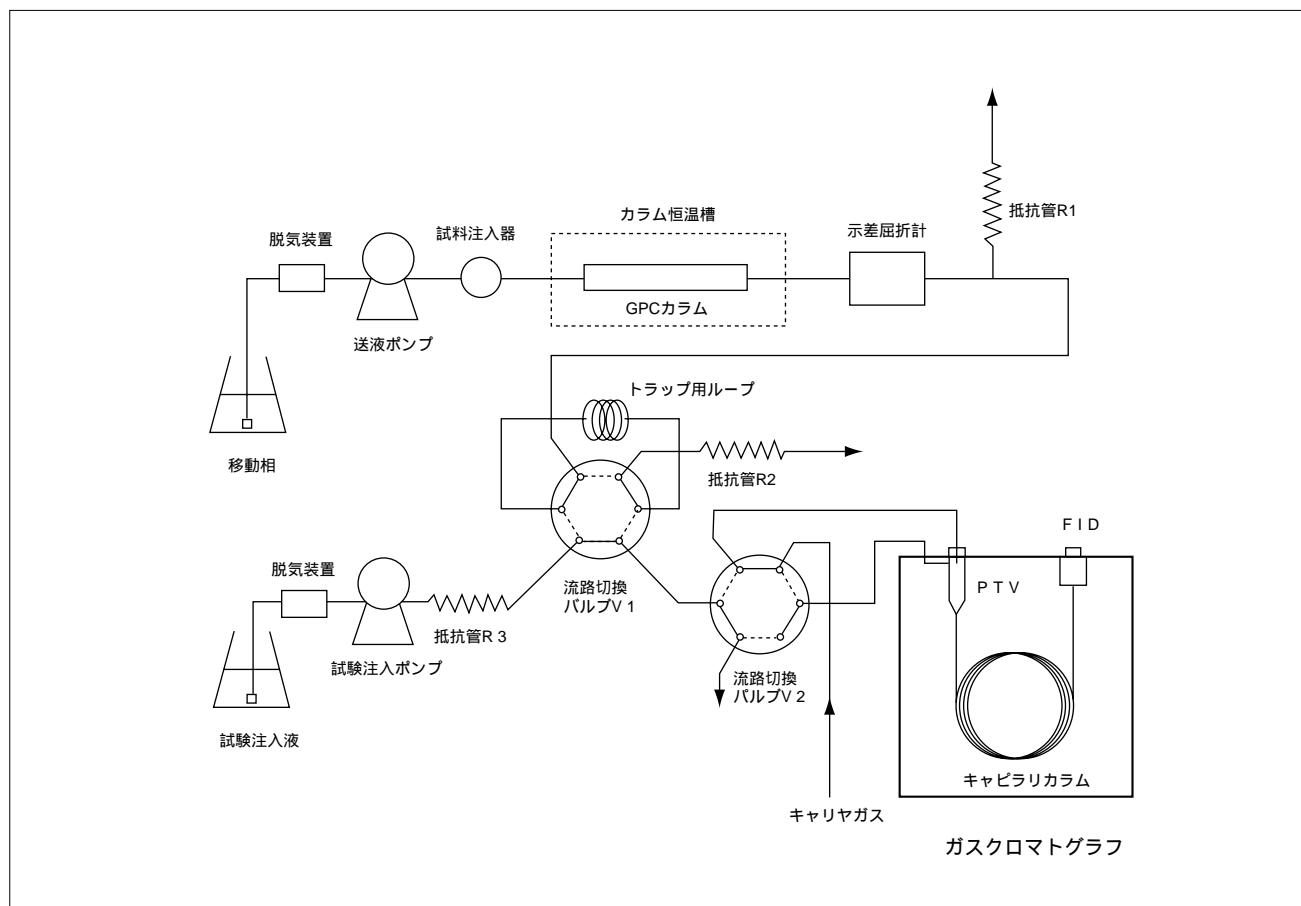


Fig.1 GPC-GCシステム流路図  
The Scheme of GPC-GC System

## 紫外線吸収剤を添加したPVCの分析

Analysis of PVC and Ultraviolet Light Absorbents

紫外線吸収剤は紫外線によるプラスチック製品の変色、ひび割れ、強さや伸びの低下を防ぐために添加されます。

Fig.1にPVCにベンゾフェノン系、トリアゾール系紫外線

吸収剤を添加し（対PVC重量比各1%）分析したクロマトグラムを示します。

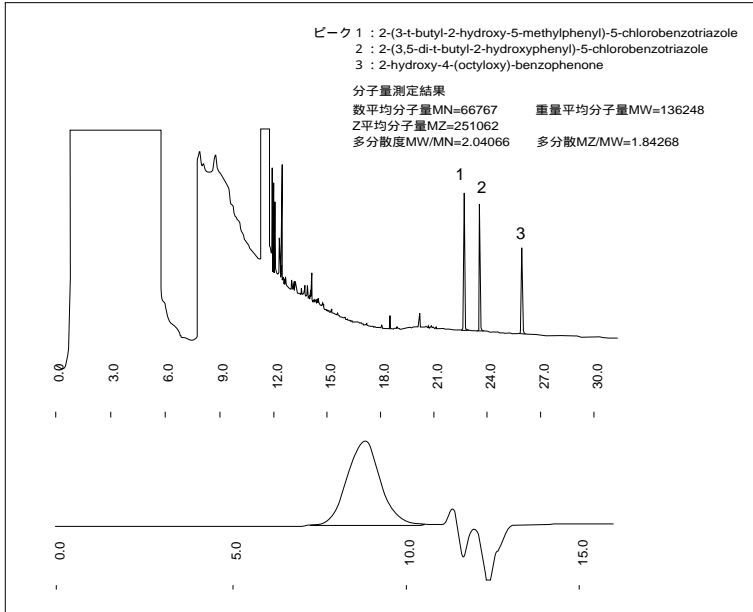


Fig.2 紫外線吸収剤を添加したPVCのクロマトグラム  
Chromatograms of PVC and Ultraviolet Light Absorbents

Table 1 紫外線吸収剤の分析条件

Analytical Conditions of Ultraviolet Light Absorbents

### [GPC]

Instrument : LC-10A system  
Column : Shim-pack GPC-80M(8.0mmI.D. x 30cm)  
Mobile Phase : THF  
Flow Rate : 1.0mL/min.  
Column Temp. : 40  
Detector : RID-10A(64 x 10<sup>6</sup>RIU)

### [GC]

Instrument : GC-17AAFver.3  
Column : DB-1701(30m x 0.25mm i.d., df:0.25μm)  
Column Temp. : 55 (5min.) - 280 (18min.) 20 /min.  
Carrier Gas : He 142kPa  
Split Ratio : 1/30(3min.) - 1/3  
PTV Temp : 64 (1min.) - 95 (1min.) 30 /min.  
- 300 (31min.) 250 /min.  
Detector : FID  
Detector Temp. : 320  
Make up Gas : He 20mL/min.(60kPa)  
Hydrogen : 46mL/min.(50kPa)  
Air : 470mL/min.(50kPa)

Data Processor : Chromatopac C-R7A plus

## 酸化防止剤を添加したPVCの分析

Analysis of PVC and Antioxidants

酸化防止剤はプラスチック製品の製造加工または使用中の空気酸化による着色、機械強度の低下を防ぐために添加されます。Fig.2にPVCにフェノール系酸化防止剤を

添加し（対PVC重量比各1%）分析したクロマトグラムを示します。

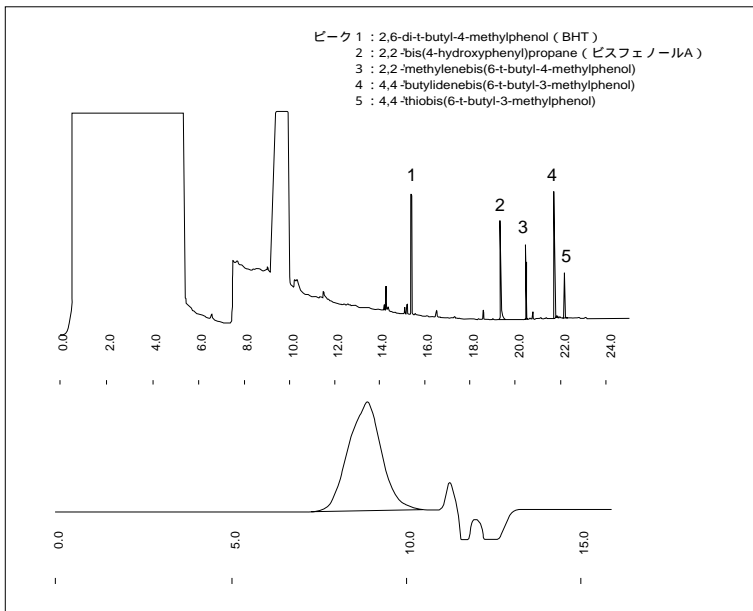


Fig.3 酸化防止剤を添加したPVCのクロマトグラム  
Chromatograms of PVC and Antioxidants

Table 2 酸化防止剤の分析条件

Analytical Conditions of Antioxidants

### [GPC]

Instrument : LC-10A system  
Column : Shim-pack GPC-80M(8.0mmI.D. x 30cm)  
Mobile Phase : THF  
Flow Rate : 1.0mL/min.  
Column Temp. : 40  
Detector : RID-10A(64 x 10<sup>6</sup>RIU)

### [GC]

Instrument : GC-17AAFver.3  
Column : DB-5(30m x 0.25mm i.d., df:0.25μm)  
Column Temp. : 55 (5min.) - 320 (11min.) 20 /min.  
Carrier Gas : He 142kPa  
Split Ratio : 1/30(3min.) - 1/3  
PTV Temp : 64 (1min.) - 95 (1min.) 30 /min.  
- 300 (31min.) 250 /min.  
Detector : FID  
Detector Temp. : 320  
Make up Gas : He 20mL/min.(60kPa)  
Hydrogen : 46mL/min.(50kPa)  
Air : 470mL/min.(50kPa)

Data Processor : Chromatopac C-R7A plus

**島津製作所** 分析機器事業部  
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

**SHIMADZU CORPORATION**  
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan  
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710  
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-09915-20A-ADI