

## MS-ライブラリーによる高分子添加剤の検索

### Search of Additives in Polymer using Mass Spectral Library

GC/MSを用いて検出される化合物の同定には市販のMS-ライブラリーが用いられます。MS-ライブラリーにはNIST(化合物16万のスペクトル),Wiley(同31万のスペクトル)があります。また、最近、高分子添加剤用に関与された添加剤MSライブラリー(ADD-MS06ライブラリー:フロンティア・ラボ社)があります。これは、市販の主

要な有機系添加剤329種類を600 で瞬間熱分解(Py)-GC/MS法により測定したパイログラムとそこで観測されている主要ピークのマスマスペクトルと保持指標(RI)を登録し構築したものです。ここではポリマービーズ中に含まれるポリマー添加剤の同定に上記3種のライブラリーを用いて検討を行った例をご紹介します。

S. Ohnishi

今回の分析に用いたポリマービーズをFig.1に示します。

瞬間熱分解(Py)-GC/MS法,熱脱着(TD)-GC/MS法の設定温度はEGA(発生ガス分析)-MS法により550 , 300 (5 min)としました。測定したクロマトグラム(TIC)から添加剤成分を推定しました。



Fig.1 測定に使用したポリマービーズ  
Polymer beads

### 瞬間熱分解(Py)-GC/MS法:550

GC/MS Analysis using Pyrolysis : 550 °C

ポリマービーズを瞬間熱分解(Py)-GC/MS法により測定したクロマトグラム(TIC)をFig.2に示します。

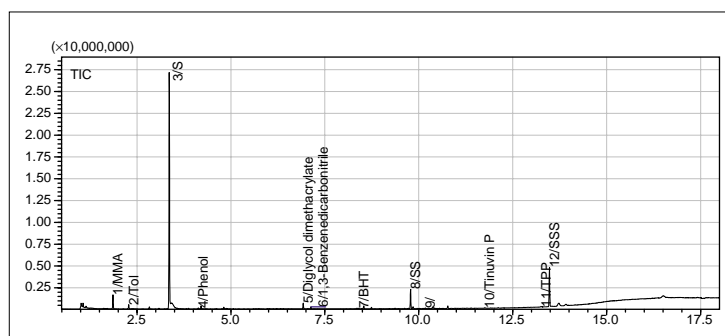


Fig.2 Py-GC/MS(TIC)550

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP210 Plus
	: PY-2020iD
-GC-	
Column	: Ultra ALLOY+5 (30 m x 0.25 mm I.D. df=0.25 μm)
Column Temp.	: 50 °C(1 min)-20 °C/min-330 °C(5 min)
Carrier Gas	: He 100 kPa at 50 °C 87.3 mL/min
Injector Temp.	: 300 °C
Injection Method	: Split 1 : 50
-MS-	
Interface Temp.	: 300 °C
Ionization Method	: EI
Scan Range	: m/z 35-800
Scan Interval	: 0.2 sec

ポリマーライブラリーによりPS系樹脂であることが判明しました。

Reference Records:		<input type="checkbox"/> Temperature Info for EGA	
	Polymer/Additive	EntryID	Qual[%]
1	Polystyrene ; PS (C1-C40)	PYGCT-016	98
2	Styrene-maleic anhydride copolymer ; P(S-Mah) (C1-C40)	PYGCT-027	98
3	Styrene-ethylene-butadiene-styrene-block copolymer (C1-C40)	PYGCT-080	98
4	Acrylonitrile acrylate styrene copolymer ; AAS (C1-C40)	PYGCT-025	97
5	Acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer ; ABS (C1-C40)	PYGCT-024	97
6	Acrylonitrile acrylate styrene copolymer ; AAS (C1-C20)	PYGCT-025	96

Fig.3 ライブラリー検索結果  
Search Result

## 熱脱着 (TD) -GC/MS法 : 300 /5 min

GC/MS Analysis using Thermal Desorption Method : 300 °C/5 min

次に添加剤を調べる為に熱脱着 (TD) -GC/MS法により測

定したクロマトグラム (TIC) をFig.4に示します。

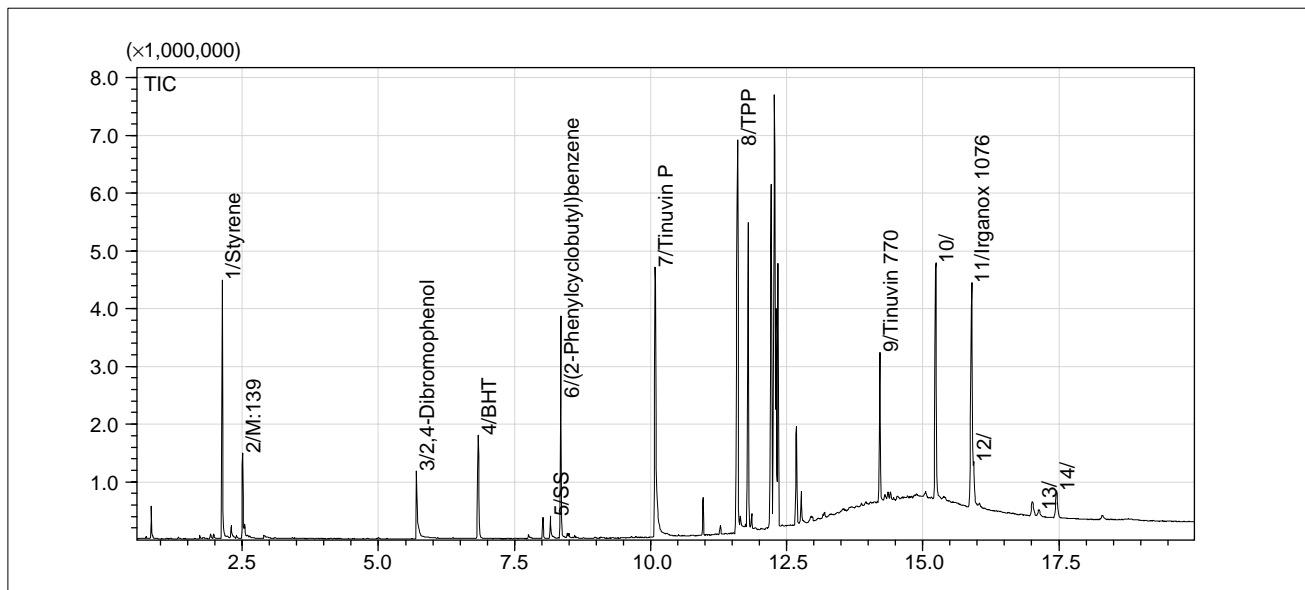


Fig.4 TD-GC/MS( TIC )300 /5 min

Table 2にTD-GC/MSにより得られたクロマトグラムの各ピークの検索結果を示します。

Table 2 各ピークの検索結果  
Peak Search Result

Peak No	NIST		Wiley		Qaul	ADD-MS06 Entry ID	
	SI	1st	SI	1st			
1	98	100-42-5	98	100-42-5			スチレン
2	89	3088-41-3	89	3088-41-3		B(9)300	Tetrakis(2,2,6,6-
3	95	615-58-7	96	615-58-7	76	K(2)206	Br2フェノール
4	91	128-37-0	91	128-37-0	92	A(2)093	BHT
5	79	1667-00-1	78	4368-68-7			
6	97	20071-09-4	97	20071-09-4			SS
7	96	2440-22-4	95	2440-22-4	86	H(1)040	Tinuvin P
8	95	115-86-6	96	115-86-6	98	K(4)020	TPP
9	91	52829-07-9	84	0-00-0	99	B(9)160	Tinuvin770
10	59	134868-71-6	68	0-00-0	99	A(2)080	Tetrakis(2,4-di-t
11	93	2082-79-3	79	2082-79-3	86	A(1)-040	Irganox 1076
12	53	56771-86-9	45	60705-62-6			
13	59	121955-26-8	47	0-00-0			
14	64	0-00-0	43	37163-54-5	95	A(2)093	Cyclceneopentane-

NISTでは6成分, WileyではPeak9のTinuvin770を除く5成分の同定ができました。しかし, Wileyの検索結果では3成分の化合物についてCAS Noが登録されていませんでした。NISTとWileyはマススペクトルの質が異なることも多く, どちらを用いるか対象化合物により注意が必要です。

一方, ADD-MS06ライブラリーではNISTの検索結果に新たに3成分を加えた9成分が同定できました。他のピークとの照合により結果を考察する必要がありますが高分子材料中の添加剤の検索については有用であることが判明しました。

初版発行 : 2008年3月

 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

● ☎0120-131691(携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており, 予告なく改訂することがあります。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。  
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>  
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-03802-660-IK  
2008.3