

## LC/MS によるポリマー添加剤イルガノックス類の一斉分析

### Simultaneous Analysis of Irganoxs (polymer additive) using LC/MS

イルガノックス類は抗酸化作用、熱安定作用を期待したポリマー安定剤（添加剤）で、非常に多くのポリマー製品に利用されています。イルガノックスは単独で用いられるだけでなく、新しい性質を付加するため、ブレンドして利用する場合も多く、どのような割合で利用するか？には多くのノウハウが詰まっているそうです。

イルガノックス類は、3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl構造を有していることから、負イオンエレクトロスプレー（ESI-Negative）でイオン化可能です。ESI-Negativeモードでイオン化効率を上げるためには、中性ないし塩基性の移動相条件が適していますが、逆相系のカラムを分離に用いた場合、イルガノックス類のカラムに対する保持

が非常に強いため、酸の添加なしでは、目的成分が溶出されなかったり、ピーク形状を著しく損なう場合があります。ここでは、GPCカラムを用いることにより、成分の吸着を抑制し、中性移動相条件下でESI-Negativeイオン化を行っています。

Fig.1には11成分のイルガノックス混合物のマスククロマトグラムを示しました。いずれも脱プロトン化分子を明確に与えることから、その質量情報と保持時間により化合物を定性することが可能です。また、添加剤中に含まれる不純物の確認などにも利用できます。ピーク③はイルガノックス中に含まれる不純物です。代表的なイルガノックスのマススペクトルをFig.2に示しました。

H.Murata

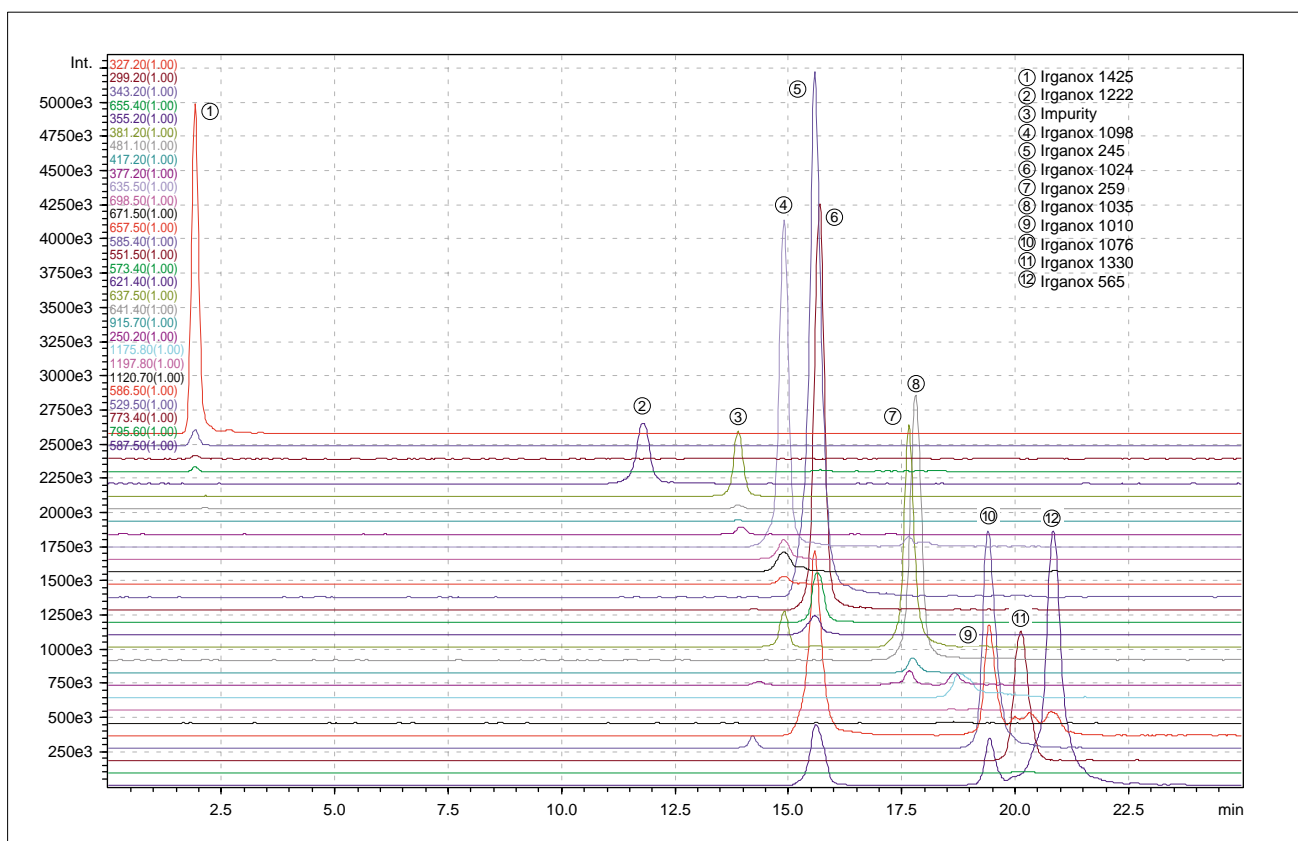


Fig.1 GPCカラムによるイルガノックス混合物のマスククロマトグラム  
Mass chromatograms of irganox mixture using GPC column

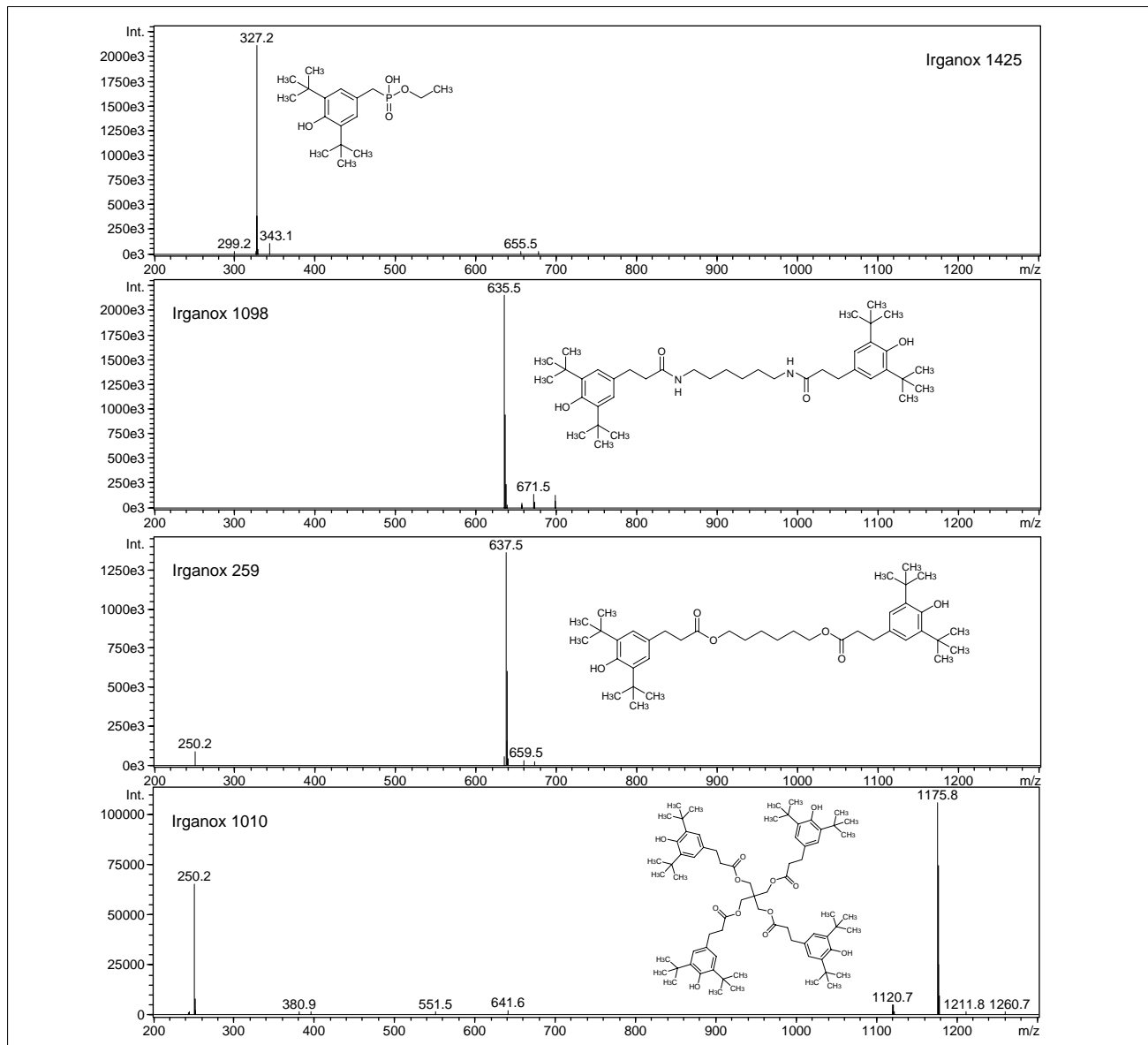


Fig.2 典型的なイルガノックス化合物のマスペクトル  
 Typical mass spectra of irganox compounds

Table 分析条件  
 Analytical conditions for LC/MS

Column	: Shodex GF-310 (50mmL. x 4.6mmI.D.)
Mobile phase A	: water
Mobile phase B	: acetonitrile
Time program	: 30%B (0min) 90%B (20-25min)
Flow rate	: 0.25mL/min
Injection volume	: 1 $\mu$ L
Column temperature	: 40
Probe voltage	: -5.0kV (ESI-Negative mode)
CDL temperature	: 250
Block heater temperature	: 200
Nebulizing gas flow	: 1.3L/min
Drying gas pressure	: 0.1MPa
CDL voltage	: Scan-mode
Q-array DC voltage	: Scan-mode
Q-array RF voltage	: Scan-mode
Scan range	: m/z 200-1300 (1.0sec/scan)

**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/support.htm>  
 でご覧いただけます。

会員情報提供サービス「Shim-Solution 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。

3100-10205-17A-IK  
 2002.10