

GPC/GCによるPVCの分子量と可塑剤の一斉分析

Simultaneous Determination of Average Molar Masses and Plasticizers Concentration of Polyvinyl Chloride by GPC/GC

高分子材料や高分子製品の性能、特性を調べるうえで、その平均分子量や分子量分布の測定、用途に応じて加えられる種々の添加剤の分析は重要です。このうち平均分子量および分子量分布の測定はGPCにより比較的容易に行なえますが、添加剤は適当な溶剤で抽出するか、あるいはGPCで分離分取した後、HPLC、GC、IRなどで分析するのが一般的でした。しかし、この方法は操作が煩雑で時間を要するため、一回の試料注入でこれらの分析を可能にする方法が望まれていました。

ここでご紹介するGPC/GCはこの問題を解決するために新しく開発した分析システムです。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校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。

ここではGPC/GCを用いてポリ塩化ビニル(PVC)と可塑剤の分析を行なった例をご紹介します。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

[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 ⁻⁶ RIU)
[GC]	
Instrument	: GC-17AAF ver.3
Column	: DB-1(0.32mmI.D. x 30m df:1μm)
Column Temp.	: 55 (5min.) - 300 (11min.) 12 /min.
Carrier Gas	: He 67kPa(55)
CFlow	: 2mL/min.
Split Ratio	: 1/50 (3min.)-1/3
PTV Temp	: 64 (1min.) - 95 (1min.) 30 /min. - 300 (31min.) 250 /min.
Detector	: FID
Make up	: He 60kPa
Hydrogen	: 50kPa
Air	: 50kPa
Data Processor	: Chromatopac C-R7A plus

フタル酸エステル系可塑剤を添加したPVCの分析

Analysis of PVC and Plasticizers(Phthalic acid esters)

Fig.1にPVCにフタル酸エステル系可塑剤7成分および内部標準(n-ドコサン)を添加し(対PVC重量比各3%)、分析したクロマトグラムを示します。

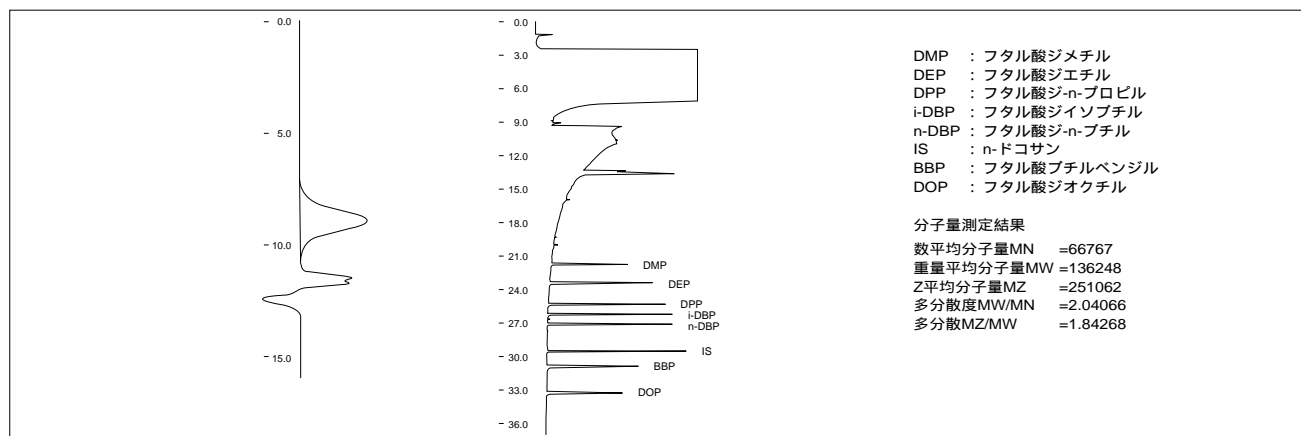


Fig.1 フタル酸エステル系可塑剤を添加したPVCのクロマトグラム
Chromatograms of PVC and Plasticizers(Phthalic acid esters)

軟質PVCの分析

Analysis of Soft PVC

Fig.2に電気製品に使用されている軟質PVCの分析例を示します。

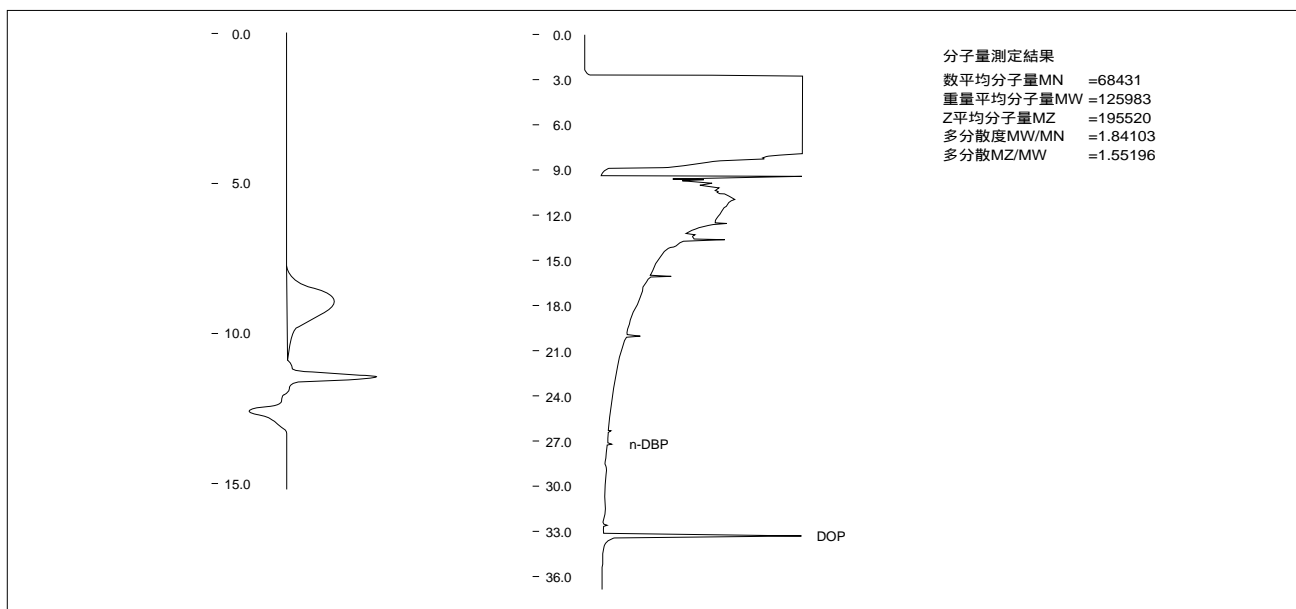


Fig.2 軟質PVCのクロマトグラム
Chromatograms of Soft PVC

脂肪族二塩基性酸エステル系可塑剤を添加したPVCの分析

Analysis of PVC and Plasticizers (Aliphatic dibasic acid esters)

Fig.3にPVCに脂肪族二塩基性酸エステル系可塑剤5成分を添加し(対PVC重量比 各3%)分析したクロマトグラムを示します。

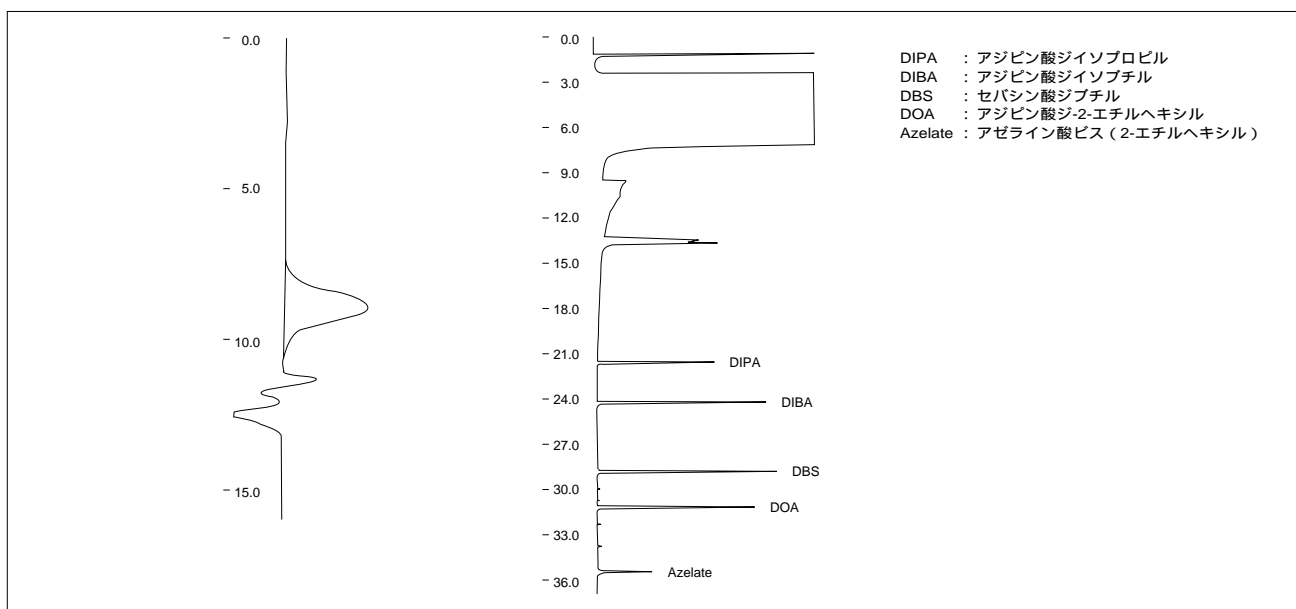


Fig.3 脂肪族二塩基性酸エステル系可塑剤を添加したPVCのクロマトグラム
Chromatograms of PVC and Plasticizers(Aliphatic dibasic acid esters)