

## LCMS-2020を用いた高分子添加剤の分析

### Analysis of Polymer Additives Using LCMS-2020

プラスチックやゴムといった高分子材料は私たちの生活に欠かすことができないものになっています。その性質を左右するのが、微量に含まれている酸化防止剤、紫外線吸収剤などの高分子添加剤です。高分子材料中のこ

れらの添加剤を定性・定量分析することにより、配合技術、新規の添加剤情報を得ることができます。

ここでは、市販の食品容器・包装に含まれる数種の高分子添加剤をLCMS-2020を用いて定性した例を示します。

K. Arakawa

### LCMS-2020でのインソースCID分析

#### In-Source CID Analysis of Polymer Additives Using LCMS-2020

通常、構造解析はMS/MS装置で行われますが、シングル四重極型のLCMS-2020でもレンズ系電圧を高く設定することにより、分子量情報だけでなく分子構造情報を得ることができます。Fig. 1に高分子添加剤14成分のクロマトグラム、Fig. 2にIrganox245、Fig. 3にIrganox1010のインソー

スCIDマスペクトルを示しました。ESIネガティブモードで脱プロトン化分子、DLとQ-array DCに-100~-150 Vの電圧をかけることにより、分子構造情報を得ることができました。

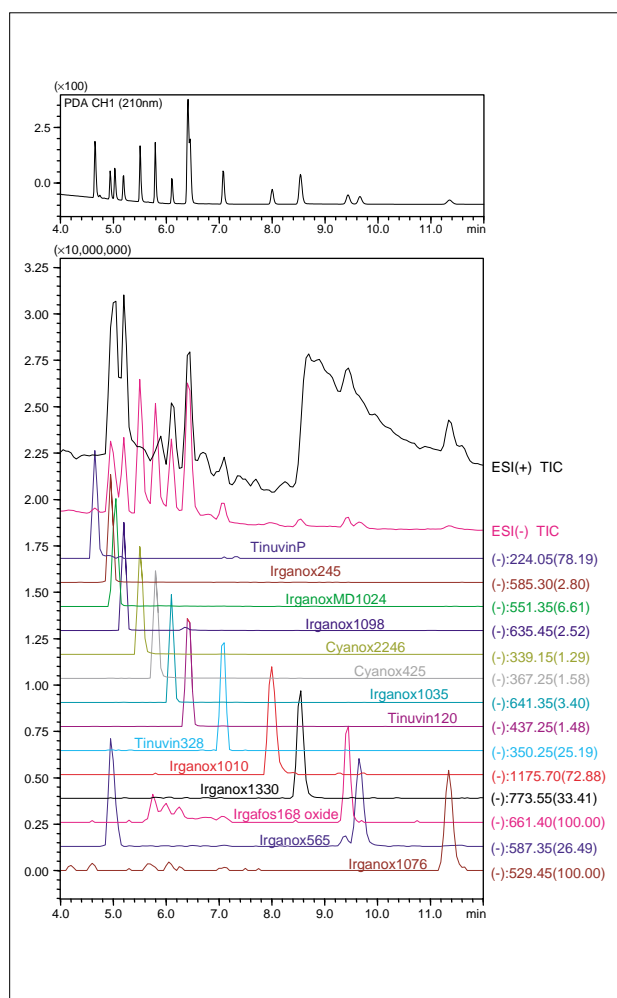


Fig. 1 高分子添加剤14成分のクロマトグラム  
Chromatograms of Polymer Additives

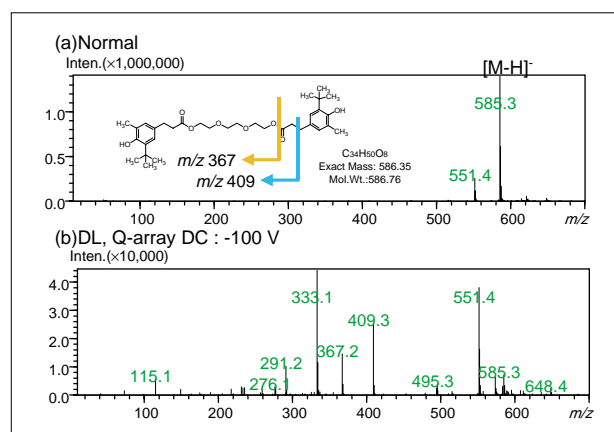


Fig. 2 Irganox 245のマスペクトル  
Mass Spectra of Irganox 245

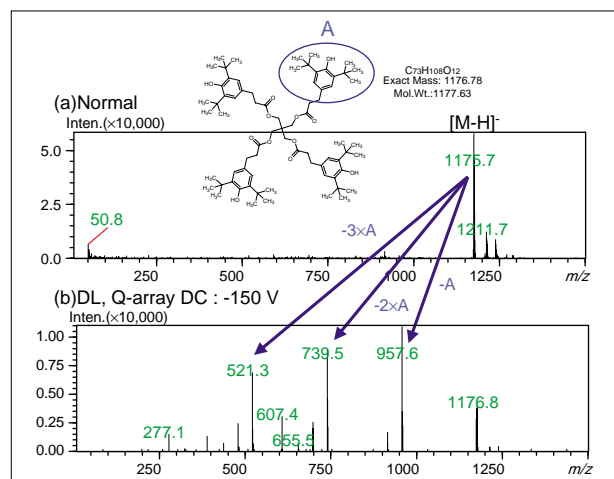


Fig. 3 Irganox 1010のマスペクトル  
Mass Spectra of Irganox 1010

## 未知高分子添加剤の定性分析

Analysis of Unknown Polymer Additives Using LCMS-2020

食品容器を細かく切り刻み、そのうちの0.1 gにTHF/MeOH 1 mLを加え、30分間超音波抽出したものを試料としました。Fig. 4に抽出液のクロマトグラムを示しますが、保持時間と $m/z$ から Cyanox 425, Irganox 1010, Irgafos 168 oxideと推定されるピークを検出することができました。保持時間8分のピークは、Fig. 3と同じCIDマススペクトルを示すことより、Irganox 1010と同定することができました。

Fig. 5にIrgafos 168 oxide, Fig. 6に保持時間9.4分のピークのCIDマススペクトルを示しました。夾雑の影響でFig. 6 (C)では、脱プロトン化分子 $[M-H]^-$   $m/z$ 661は確認できませんが、同じCIDマススペクトルを示すことから、ピークはIrgafos 168 oxideと同定できます。

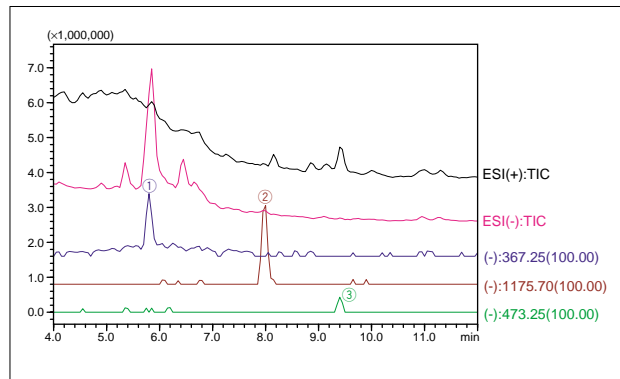


Fig. 4 食品容器抽出物のマスクロマトグラム  
Chromatograms of THF/Methanol Extract of Plastic Food Container

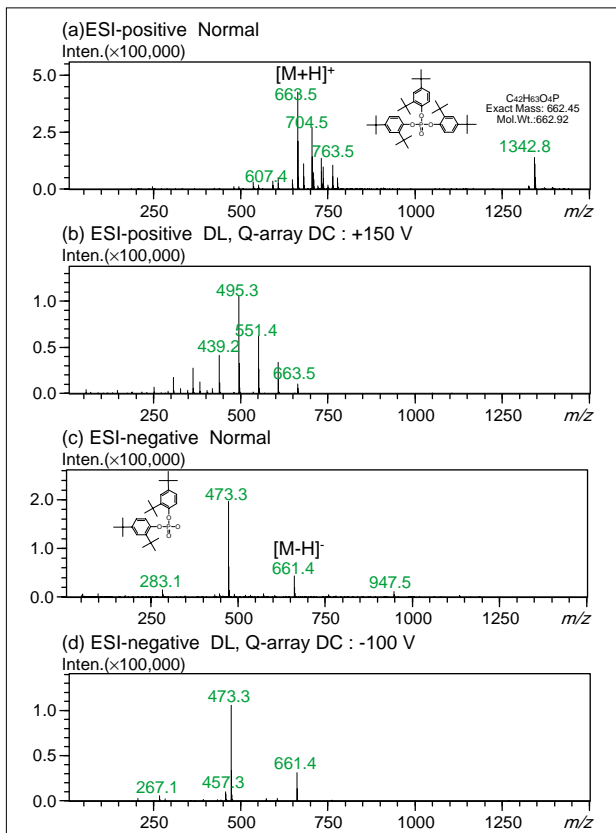


Fig. 5 Irgafos 168 oxideのマススペクトル  
Mass Spectra of Irgafos 168 Oxide

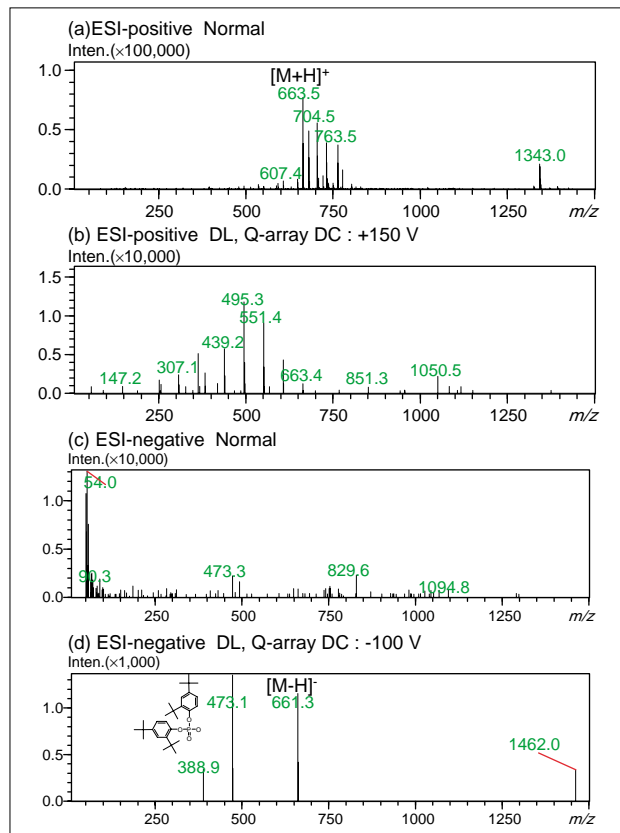


Fig. 6 ピークのマススペクトル  
Mass Spectra of Peak ③

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (75 mL. $\times$ 2.0 mmI.D., 2.2 $\mu$ m)	Probe Voltage	: +4.5 kV (ESI-Positive mode), -3.5 kV (ESI-Negative mode)
Mobile Phase A	: 5 mmol/L ammonium acetate-water	Nebulizing Gas Flow	: 1.5 L/min
Mobile Phase B	: acetonitrile	Drying Gas Flow	: 10 L/min
Gradient Program	: 25 %B (0 min) - 100 %B (5-15 min) - 25 %B (15.01 - 20 min)	DL Temperature	: 250 $^{\circ}$ C
Flow Rate	: 0.5 mL/min	Block Heater Temperature	: 450 $^{\circ}$ C
Injection Volume	: 2 $\mu$ L		
Column Temperature	: 40 $^{\circ}$ C		

初版発行：2009年12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。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。