

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

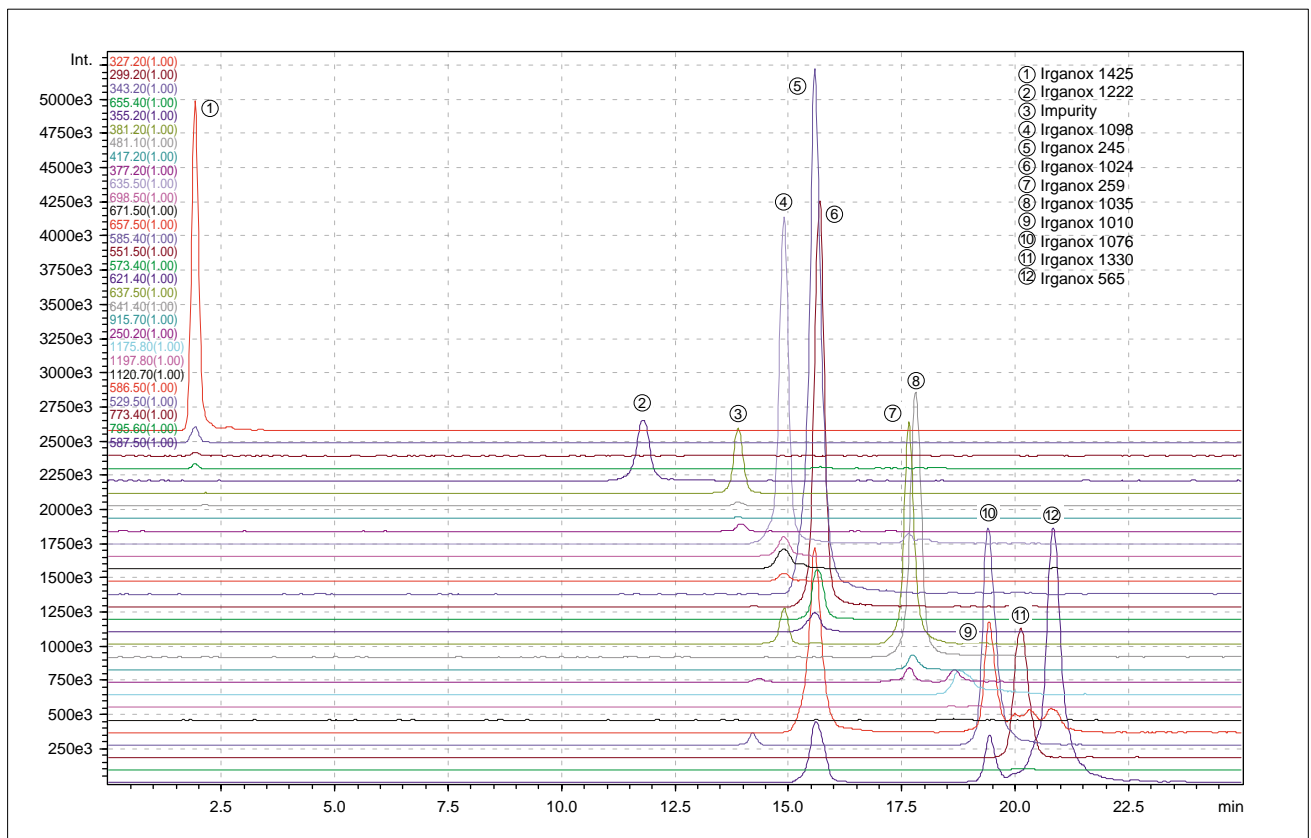


Fig.1 GPCカラムによるイルガノックス混合物のマスクロマトグラム
Mass chromatograms of irganox mixture using GPC column

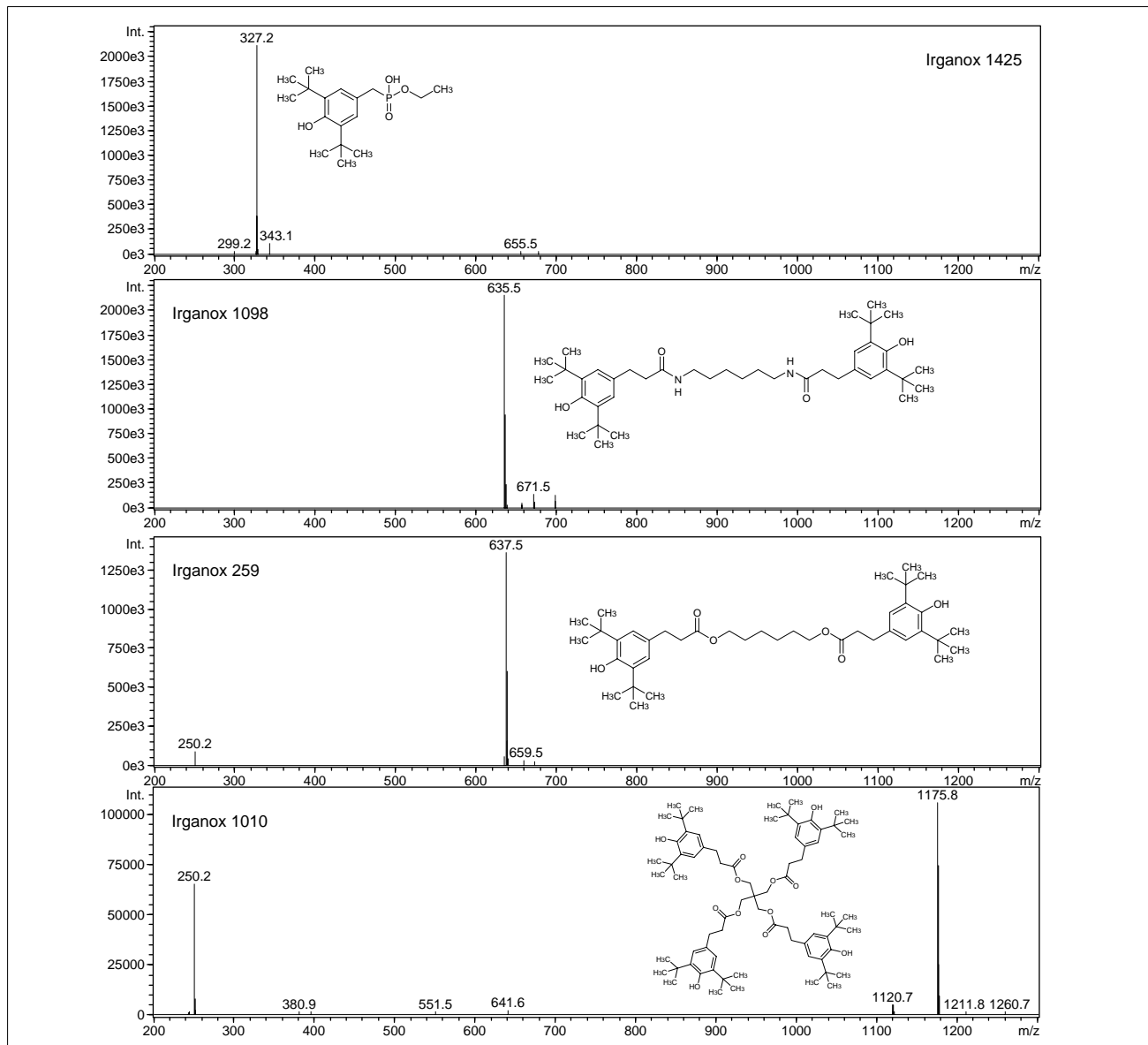


Fig.2 典型的なイルガノックス化合物のマスペクトル
 Typical mass spectra of irganox compounds

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 μ 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