

【技術資料】 高分子材料中の酸化防止剤・紫外線吸収剤の一斉分析 (LC-TOF/MS)

概要

酸化防止剤や紫外線吸収剤はポリマーの劣化防止を目的として加えられる添加剤です。難揮発性や熱分解性のためにGCでは測定が困難な種類を含めて、LC-TOF/MSを用いて一斉分析することが可能です。精密質量及び同位体パターンからピークを同定し、標準試料による検量線から定量を行います。

分析内容

・HPLCによる分離・ピーク定性

ODSカラムによる逆相系条件によって、①Seesorb100、②BHT、③Tinuvin320、④Irganox1010、⑤Ultrinox626、⑥Irganox1076(溶出順)を分離しました(Fig. 1)。精密質量分析の結果、理論質量数の $m/z \pm 0.005$ の範囲内に主なピークが出現し、精度の高い同定が可能でした(Table 1)。

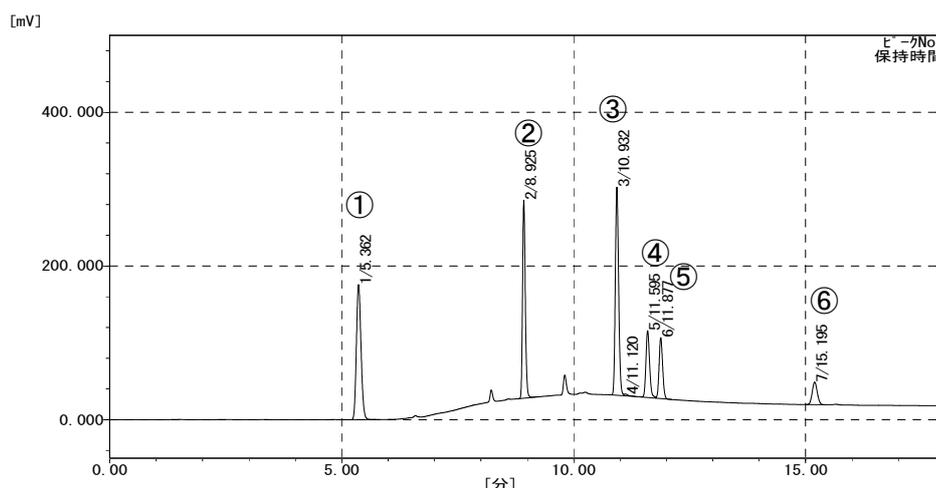


Fig. 1 HPLC クロマトグラム

Table 1 質量分析結果

(APCI negative)

	用途	化合物種類	実測の質量電荷比(m/z)	理論上の質量電荷比(m/z)	構造
Seesorb100	紫外線吸収剤	ベンゾフェノン系	213.059	213.055	M - H
BHT	酸化防止剤	フェノール系	219.179	219.174	M - H
Tinuvin320	紫外線吸収剤	ベンゾトリアゾール系	322.196	322.191	M - H
Irganox1010	酸化防止剤	フェノール系	1175.776	1175.776	M - H
Ultrinox626	酸化防止剤	リン系	431.143	431.138	M - C ₁₄ H ₂₁ + O
Irganox1076	酸化防止剤	フェノール系	529.467	529.462	M - H

・定量性の確認

各イオンクロマトグラムのピーク面積から検量線を作成し、定量性の確認を行った結果、Fig. 2 に示すように良好な直線性が得られました。百 pg 程度の微量でも検出が可能です。

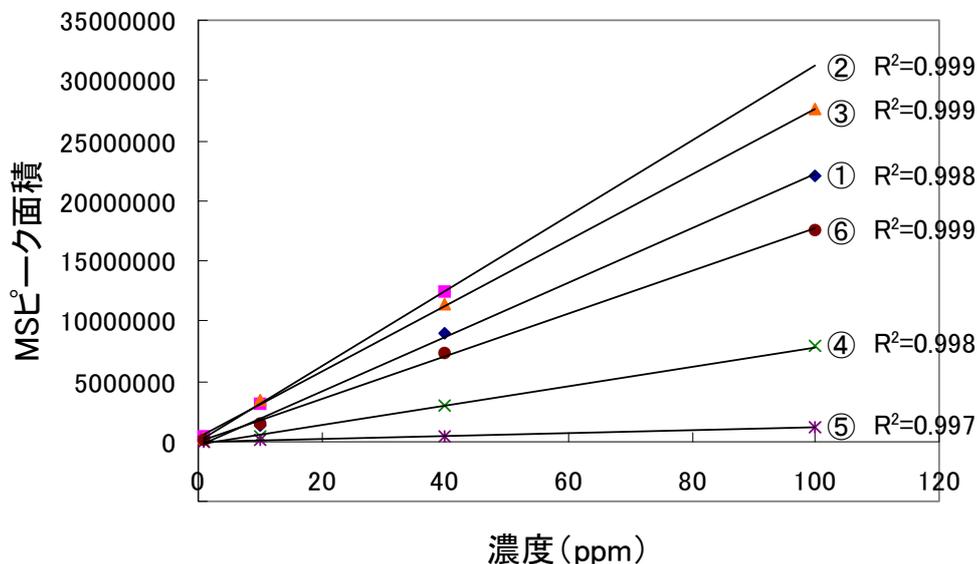


Fig. 2 検量線

・低密度ポリエチレン(LDPE)からの抽出

無添加グレードの LDPE を凍結粉碎し、浸漬型ソックスレー抽出を行いました。抽出に際して 400mg/kg ペレットの濃度となるよう①～⑥の添加剤を添加し、十分な平衡時間を持たせました。

抽出液中の添加剤の定量結果を Table 2 に示します。概ね良好な回収結果が得られ、LC-TOF/MS はポリマー添加剤の一斉分析に有効な分析法と言えます。また構造が未知の添加剤でも、TOF/MS の高い定性能力により同定が可能です。

Table 2 回収結果

	測定結果 (mg/kg ペレット)	回収率(%)
①Seesorb100	402	101
②BHT	324	81
③Tinuvin320	399	100
④Irganox1010	392	98
⑤Ultranox626	317	79
⑥Irganox1076	408	102

材料キーワード: 紫外線吸収剤、酸化防止剤、低密度ポリエチレン

適用分野

プラスチック・ゴム、その他有機製品、食料品・飲料・飼料・食品包装材