

LC/TOF-MS による ポリマー添加剤の一斉分析 ～Personal Compound Database and Library の作成とスクリーニング～



Authors

林 明生
外山 大純
林 慶子
澤田 浩和

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

ポリマー添加剤は、ポリマー樹脂の加工や機能付与、製品の安定化のために不可欠です。そのため、複数のポリマー添加剤を複合的に用いて、製品の機能性を向上させます。ポリマー製品の特性解析を行う際には複数のポリマー添加剤を同時に分離・検出し定性できる測定手法が必要とされています。

本アプリケーションノートではポリマー添加剤として用いられている化合物を HPLC で分離し、TOF-MS で検出しました。代表的なポリマー添加剤の組成式・構造式・保持時間を登録した Personal Compound Database and Library (PCDL) データベースを作成しました。今回は、低圧混合タイプのポンプによる LC メソッドで確認された保持時間をもとにデータベースを作成しました。

実試料として食品用ラップフィルムの THF 浸出液を測定し、作成したデータベースを用いてスクリーニングを行いました。

Key words : ポリマー添加剤、精密質量データベース、LC/TOF-MS

システム

- 1260 Agilent Infinity II HPLCシステム
1260 Infinity II クォータナリポンプ (G7111B)
1260 Infinity II バイアルサンプラ (G7129A)
1290 InifinityII カラムコンパートメント(G7130A)
1260 Infinity II ダイオードアレイ検出器 (G7115A)
- 6230 Accurate-Mass TOF (G6230BA)
- MassHunter workstation B08.00

表1. LCのパラメーター

HPLC	
移動相 A	100 mM 重炭酸アンモニウム, 0.25 % アンモニア
移動相 B	超純水
移動相 C	メタノール
移動相 D	THF
流速	0.4 ml/min
グラジエント	グラジエントテーブル参照
カラム	Poroshell120 HPH-C8, 3 x 150 mm, 2.7 µm (parts #: 693975-506)
カラム温度	40 °C
注入量	1 µl
UV	254 / 4 nm (reference off)

表2. LCのグラジエントテーブル

min	移動相 A	移動相 B	移動相 C	移動相 D
0	10	40	30	20
0.5	10	20	30	40
15	10	0	30	60

表3. MSパラメーター

パラメーター	
イオン源	Dual AJS ESI
乾燥ガス温度	300 °C
乾燥ガス流速	10 L/min
シースガス温度	350 °C
シースガス流速	12 L/min
ネブライザー圧	50 psi
キャピラリー電圧	3500 V
ノズル電圧	500 V
フラグメンター電圧	110 V

表4. 検出化合物のテーブル

#	化合物名	RT	組成式	イオン種
1	ANTAGE MB	1.45	C7H6N2S	[M+H] ⁺
2	Sumisorb TM-061	1.52	C22H44N4O	[M+H] ⁺
3	LA-57	1.80	C44H78N4O8	[M+H] ⁺
4	Sanol LS770	2.12	C28H52N2O4	[M+H] ⁺
5	Tinuvin P	4.44	C13H11N3O	[M+H] ⁺
6	Sumilizer WX-R	8.25	C22H30O2S	[M+H] ⁺
7	IrganoxMD1024	8.85	C34H52N2O4	[M+H] ⁺
8	Irganox 1098	8.94	C40H64N2O4	[M+H] ⁺
9	Tinuvin 329	9.54	C20H25N3O	[M+H] ⁺
10	Sumisorb 130	9.79	C21H26O3	[M+H] ⁺
11	Tinuvin 326	10.19	C17H18CIN3O	[M+H] ⁺
12	Tinuvin234	10.74	C30H29N3O	[M+H] ⁺
13	AO80	10.99	C43H64O10	[M+NH4] ⁺
14	Tinuvin 120	11.20	C29H42O3	[M+H] ⁺
15	Sumisorb 350	11.30	C22H29N3O	[M+H] ⁺
16	Cyanox 1790	11.82	C42H57N3O6	[M+NH4] ⁺
17	Irganox 3114	12.73	C48H69N3O6	[M+NH4] ⁺
18	Sanol LS 2626	12.78	C45H71NO6	[M+H] ⁺
19	Adekastab LA31	13.66	C41H50N6O2	[M+H] ⁺
20	PEP-36	13.69	C35H54O6P2	[M+H] ⁺
21	Irganox 1330	13.91	C54H78O3	[M+NH4] ⁺
22	Irganox 1010	13.93	C73H108O12	[M+NH4] ⁺
23	Irgafos P-PEQ	13.98	C68H92O4P2	[M+H] ⁺
24	Irganox 1076	14.23	C35H62O3	[M+NH4] ⁺
25	Irgafos 168	14.76	C42H63O3P	[M+H] ⁺
26	AO23	15.70	C56H94O4S3	[M+NH4] ⁺
27	Seenox 412S	16.45	C65H124O8S4	[M+H] ⁺

試料調製

標準試料

各 10 mg/LになるようTHFで溶解し、一斉分析用混合試料としました。Tinuvin P及びTinuvin 326は100 mg/Lとなる様に調製しました。

結果

図1に10 mg/L 混合試料による一斉分析のクロマトグラムを示しました。クロマトグラムピーク上部に記された数字はそれぞれ表4の#に対応しています。Agilent TOF/QTOF-MS装置には Personal Compound Database and Library (PCDL) Manager というデータベース構築ソフトウェアが付属しているので、各標準試料の組成式・保持時間を基にカスタムデータベースを作成しました。また、作成したPCDLデータベースと MassHunter ソフトウェアに搭載された Find Compounds by Formula 機能を利用してスクリーニングを行った結果を図2,3に示しました。Agilent 6230 TOF LC/MSは2 ppm 以内の質量精度を持ち、確度の高い定性情報が得られます(図2)。また、食品用のラッピングフィルムを細断し、THF 溶媒に浸す事でポリマー添加剤を抽出し、上記のデータベースによるスクリーニングを実行した結果、Irganox 1010 が含まれる事が RT、精密質量、同位体イオンパターンより示されました(図3)。

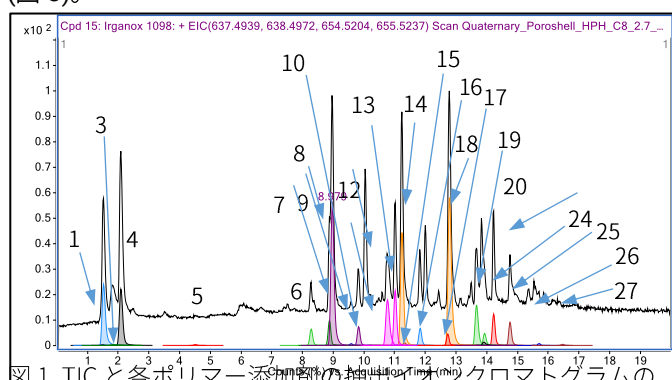


図1. TICと各ポリマー添加剤の抽出イオンクロマトグラムの重ね表示

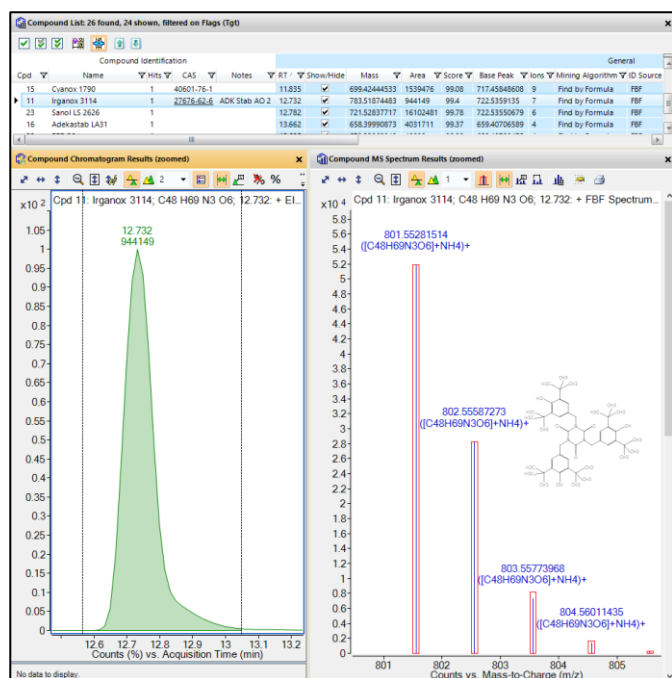


図2. Irganox 3114 標準品の MS スペクトル

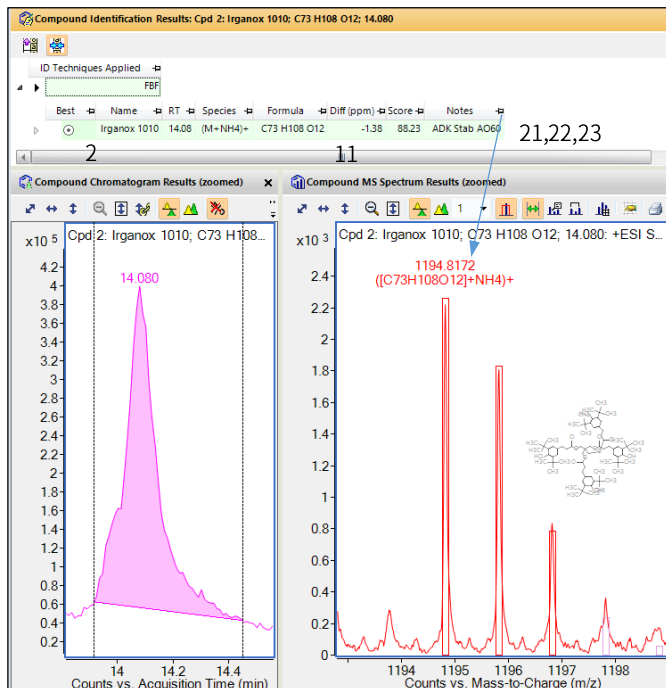


図3. ラッピングフィルム抽出物のスクリーニングの結果

まとめ

ポリマー添加剤の一斉分析分析条件を構築しました。27種類の添加剤を分析し、得られた精密質量スペクトルから MassHunter PCDL managerソフトウェアを用いてカスタムデータベースを作成しました。

実試料を測定する際に、PCDLに登録された保持時間、精密質量、同位体イオン強度と照合することにより、既知化合物の存在有無をほぼ確実にスクリーニングすることが可能となりました。

また、試薬を入手できない添加剤でもデータベースに登録することにより、保持時間以外の情報を使ったスクリーニングが可能です。TOF-MSがスクリーニングに適している装置である理由の一つに、移動相やカラムを変更した場合や、移動相調製の再現性などに基づく保持時間のばらつきが生じた場合においても標準品を用意する必要がなく、精密質量や同位体イオンパターンから化合物ピークをアサインできる事が挙げられます。さらに本報では有機溶媒の混合をプレミックスではなく、ポンプミックスとすることで保持時間の再現性が高く、かつ導入・ランニングコストを抑えられる手法となっています。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。