

LC/MSD iQ を用いたポリカーボネート 溶液の直接注入による残存モノマー (ビスフェノール A) の分析



著者

林 慶子

熊谷 浩樹

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

ポリカーボネートは高い機能性から汎用材料として用いられています。残存モノマーや添加剤の含有により物性が変化することから、モノマーであるビスフェノール A の存在量の把握が望まれます。

本アプリケーションノートでは、ポリカーボネートを THF に完全に溶解し前処理を行わないでそのまま分析に使用しました。残存モノマーであるビスフェノール A は逆相分配モードで保持させ、ポリカーボネートは貧溶媒から良溶媒へのグラジエント溶離による gradient polymer elution chromatography (GPEC) を応用して分析カラムから溶出させました。ポリマーの組成比分析で使用される GPEC と LC/MS を組み合わせることで最小限の前処理で残存モノマーや添加剤の定性情報や定量分析を実行可能であることが示されました。

システム

1260 Infinity II クォータリポンプ (G7104A)
 1260 Infinity II バイアルサンプラ (G7129C) +ICC
 1260 Infinity II ダイオードアレイ検出器 (G7117B)
 (LSS セルを使用)
 InfinityLab LC/MSD iQ

分析とデータ解析には OpenLab CDS 2.7 を使用しました。

試料調製

ポリカーボネートとして Poly(Bisphenol A carbonate) analytical standard, Mw=30,900 (シグマアルドリッチ製, 181676-1SET) を 100 mg 量りとり、5 mL の THF で溶解しポリマーサンプルとしました。

ビスフェノール A 標準品 (富士フィルム和光純薬, 025-13541) はアセトニトリルに溶解し、任意の濃度にアセトニトリルで希釈しました。

分析条件

表 1. 分析条件

LC	
カラム	InfinityLab Poroshell 120 EC-C18 3.1x50 mm, 2.7 μm (p/n, 699975-302)
カラム温度	40 °C
移動相 A	0.01 % 酢酸
移動相 B	アセトニトリル
移動相 C	THF (安定剤不含)
流速	0.5 mL/min
注入量	5 μL
検出	230 nm/4 nm, reference off
MS	
乾燥ガス流量・温度	10 L/min @300 °C
ネブライザ圧力	50 psi
キャピラリ電圧	3000 V
極性	負
SIM	m/z 227.3, fragmentor 90 V
ダイバータバルブ	0 min : MS へ 5 min : 廃液へ

表 2. グラジエント条件

min	A%	B%	C%
0	70	30	0
5	50	50	0
10	0	0	100
15	0	0	100

分析時間 15 分、ポストタイム 4 分としました。

結果

図 1 にビスフェノール A 標準試料の SIM クロマトグラムを示しました。ビスフェノール A は良好に保持され、図 2 に示すように 5-1000 ng/mL の範囲で決定係数 (R²) 0.999 以上の良好な直線性応答が得られました。

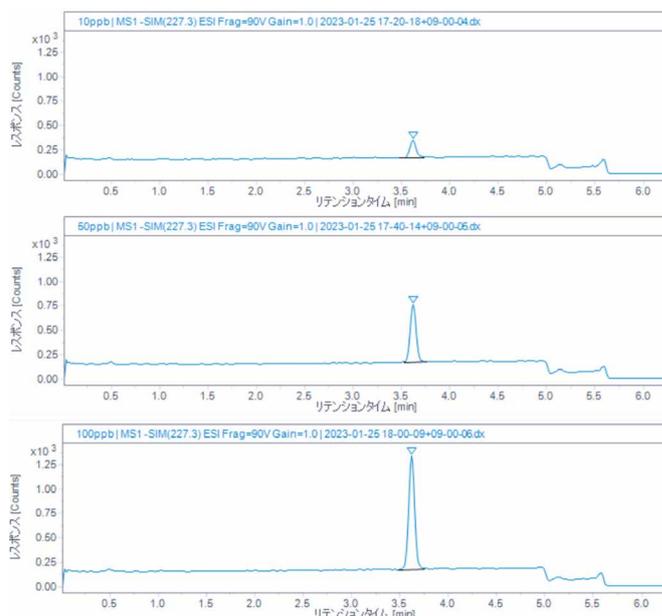


図 1. ビスフェノール A 標準試料のクロマトグラム (上: 10 ng/mL, 中: 50 ng/mL, 下: 100 ng/mL)

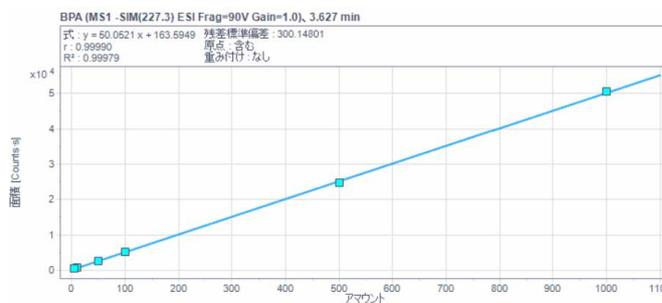


図 2. ビスフェノール A の 5-1000 ng/mL における検量線

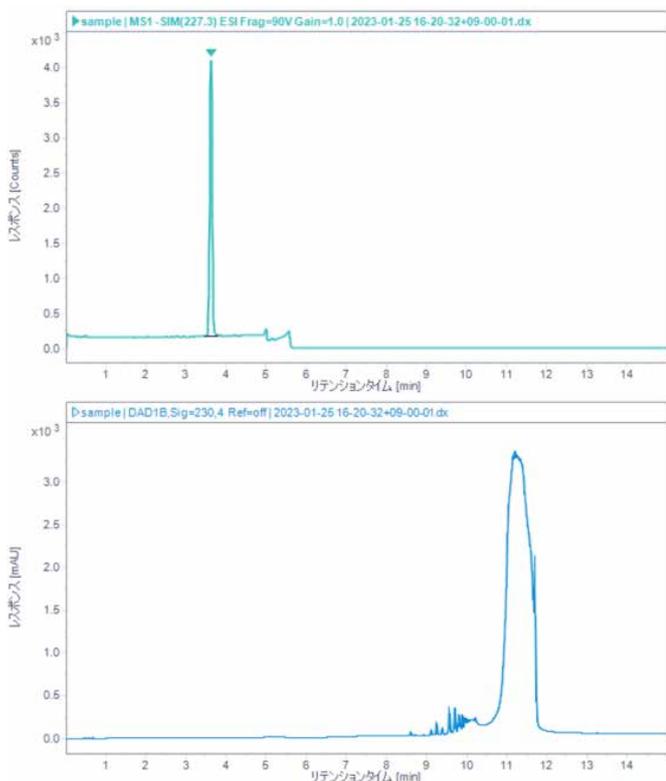


図 3. ポリマーサンプルのクロマトグラム（上段：SIM クロマトグラム、下段：UV クロマトグラム）

図 3 にポリマーサンプルのクロマトグラムを示しました。SIM クロマトグラム上でビスフェノール A が検出され、ポリマーサンプル中の濃度は 346.9 ng/mL でした。ポリカーボネート中のビスフェノール A の濃度は 17.3 ppm ($\mu\text{g/L}$) でした。

ポリカーボネートはビスフェノール A の溶出後、THF を送液することによって溶出します。UV クロマトグラムにおける溶出時間 11.5 分の巨大ピークはポリカーボネートピークですが、高濃度試料によるイオン源の汚染を防ぐために MS 内蔵のダイバータバルブによって流路を切り替えるタイムテーブルを設定しました。ダイバータバルブはイオン源の直前に位置しています。本メソッドでは分析開始から 5 分間は LC の溶離液を MS に導入しますが、5 分以降は流路切り替えによって廃液タンクに流れます。5 分以降には高濃度でシングル四重極 MS では分析が困難なポリマーが溶出するため、イオン源のメンテナンスやトラブルの回避にダイバータバルブの活用が有効です。

本アプリケーションノートでは 3 液混合グラジエントポンプとダイバータバルブのメソッド設定を検討しました。溶解のみの簡便な前処理でポリカーボネート中のビスフェノール A を直接定量することが可能となりました。

まとめ

ポリマー材料に含まれる残存モノマーを逆相分配で分離検出し、ポリマー成分をカラムから溶出させることにより、ポリマーを溶解するだけで残存モノマーを定量分析することが可能でした。同様の手法を用いることでポリマー中の添加剤の分析にも応用できると考えられます。

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おりません。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。

DE77899437

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Printed in Japan, February 1, 2023

5994-5738JAJP