

TECHNICAL NEWS

分析技術報

ラテックス中の界面活性剤の分析

試料及び目的

エマルジョン塗料、接着剤、ラテックス中に含まれているノニオン系の界面活性剤を分離分析する目的でこの実験を行った。

試料の前処理

ポリマーと界面活性剤の分離が最も重要でクロマトグラフによる分離を試みたが、活性剤とポリマーが分離できる試料も一部あるが、大多数の試料はその分離が進行するとポリマーが不溶となり、カラム内に堆積することが多いのでクロマトグラフによる分離は不可能と判断した。そこで溶媒による分離法を検討し、図-1 に示す分離法を確率した。

界面活性剤及び高分子添加剤の定性分析を行うには、IR、NMR スペクトルをとる必要から逆算してラテックスの場合を例にすると、試料量は 50g (約 50ml) からスタートした方が安全である。

50g の試料にイソプロピルアルコール (IPA) を 100 ~ 300ml 加えると試料の色が半透明化する試料 (エマルジョン塗料に近い) であれば、その溶液を 1l の水 (写真用のパッドが良い) の中に水を攪拌しながら滴下投入すればポリマーは沈澱し界面活性剤は水に溶けることによつて分離することができる。

もし、IPA を加えても試料の色が半透明化しない場合は、試料を水浴上で加熱攪拌することによつて半透明化させることができる。

次にろ過をすることによつてポリマーを除き、油浴上で水を蒸発乾固させることによつて界面活性剤を分離することができるが、またポリマー中のオリゴマー成分がその内に共存しているので、IPA 50ml に再溶解し可溶分をとり出し、IPA を蒸発させたのち、クロマトグラフ溶媒 (この場合クロロホルム 35%、メタノール 65%) に溶かし、分取液体クロマトグラフ (LC) で分離をする。

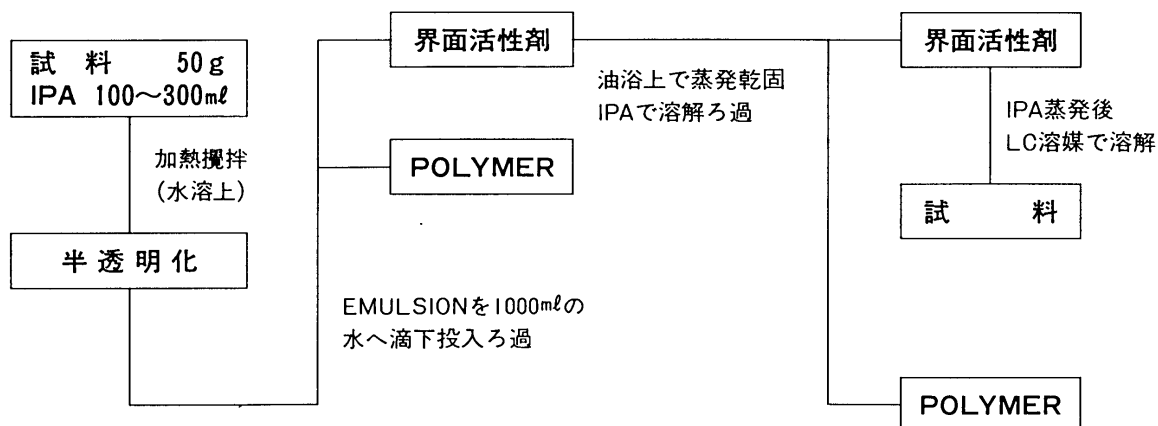


図-1 界面活性剤とポリマーの分離

分取 LC の条件

分取カラム：JAIGEL - LS255

分取カラム長：20 cm

溶媒：クロロホルム 35% - メタノール 65%

検出器：示差屈折計

この溶媒使用時は示差屈折計が不安定となりやすいので長時間通液（2 時間以上）してから注入した方がよい。

市販ラテックスの分析例

図-2 は前述の前処理法に基づいてポリマーと界面活性剤を分離し、界面活性剤を分離したクロマトグラムです。

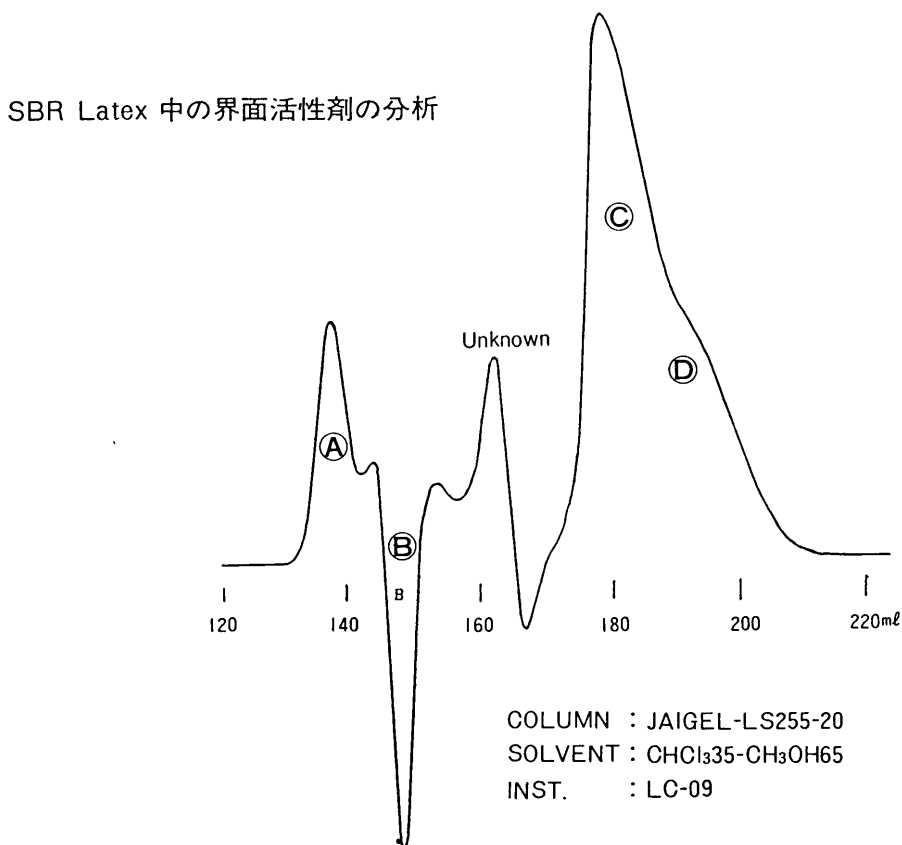


図-2 ラテックスのクロマトグラム

ピーク A, B, C, D を分取し,IR スペクトル分析をすることによって,次の化合物であることが分かった。

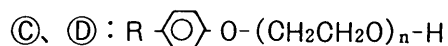
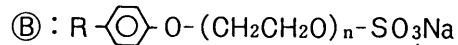
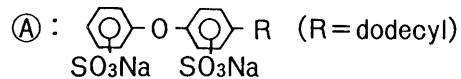


図-3 推定される化学構造

B, C, D, の n を求める目的で各々のピークを分取して GPC 測定を行ない,下記の結論を得た。

B, は n = 4 程度で,例えば花王アトラス社の Emal NC、C は n = 20 程度で Emal 20、D は n = 85 程度で Emal 985 に相当する活性剤である。