

TECHNICAL NEWS

分析技術報

ポリエステル繊維用撥水剤の分析

繊維用撥水剤は、レインコートの表面に塗布して雨水などの浸水を防止する作用のほか、繊維表面に油性汚れが付着することを防ぐための油剤で、フッ素化合物が有している界面特性現象を有効に利用したものである。市販の繊維用撥水剤を可能な限り分離した後、その組成分析を行った。

撥水剤の分離

この撥水剤は、ポリエステル繊維用に製造されたものである。

この試料には界面活性剤など複雑な成分が共存している可能性が考えられたので、親水性成分と疎水性成分を予め分離してから、分取液体クロマトグラフ (LC - 908) に注入した方が良いと考え、液々分配法による分離を試みた。

試料 0.5g に 30ml の水を加え震盪後、15ml のクロロホルムを加え再震盪、約 5 時間静置した後、クロロホルム層と水層に試料成分を分配させる方法、すなわち分離段数 1 段の分配 (クロマト) を行った。この状態では、目的の成分が両層に存在していることが考えられることから、クロロホルム層には更に 15ml の水を添加してよく震盪した後、その水を水層に添加した。同様に水層に 15ml のクロロホルムを添加してよく震盪した後、そのクロロホルムをクロロホルム層に添加し分離段数 2 段、さらにもう 1 段、すなわち計 3 段の分離を行った。

両層の溶媒を除去したのちクロロホルム 3ml に再溶解してそれらを LC - 908 型に注入し、分離を行った。クロロホルム層より得られたクロマトグラムを Fig.1、水層より得られたクロマトグラムを Fig.2 に示した。

LC-908型の条件

カラム : Jaigel-1H + Jaigel-2H, 計 2 本

試料注入量 : 3 ml

カラム入口圧 : 30 Kgf/cm²

紫外検出器 : UV-254S, Att. 0.05

移動相 : クロロホルム, 3.8 ml/min

示差屈折計 : RI-5, Att. 50

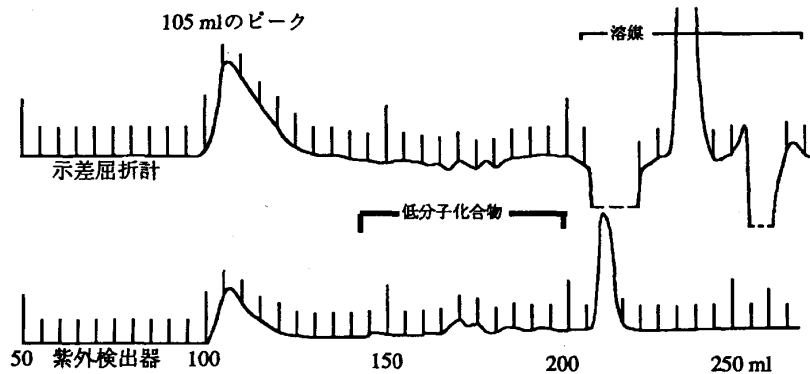


Fig. 1 クロロホルム層より得られたクロマトグラム

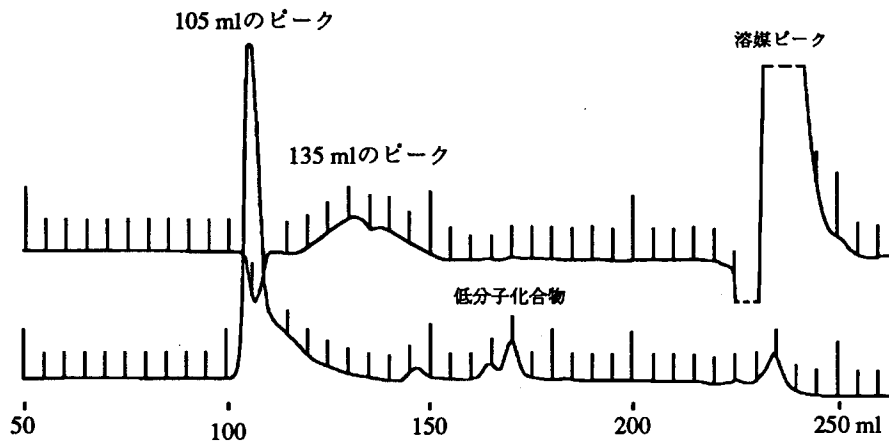


Fig. 2 水層より得られたクロマトグラム

結果及び考察

105 ml のピーク :

- A) この位置にでるピークは分子量 5,000 を越える高分子化合物である .
- B) Fig.1 ~ Fig.2 でのこのピークを IR 及び Py-MS で測定をした結果 , フッ素系撥水剤であることが分かった .
- C) Fig.1 では RID 出力は + 側にでているのに対して Fig.2 では一例にでている .
このことは , Fig.1 で得られたフッ素系撥水剤は疎水性の高いもので , しかも屈折率がクロロホルム

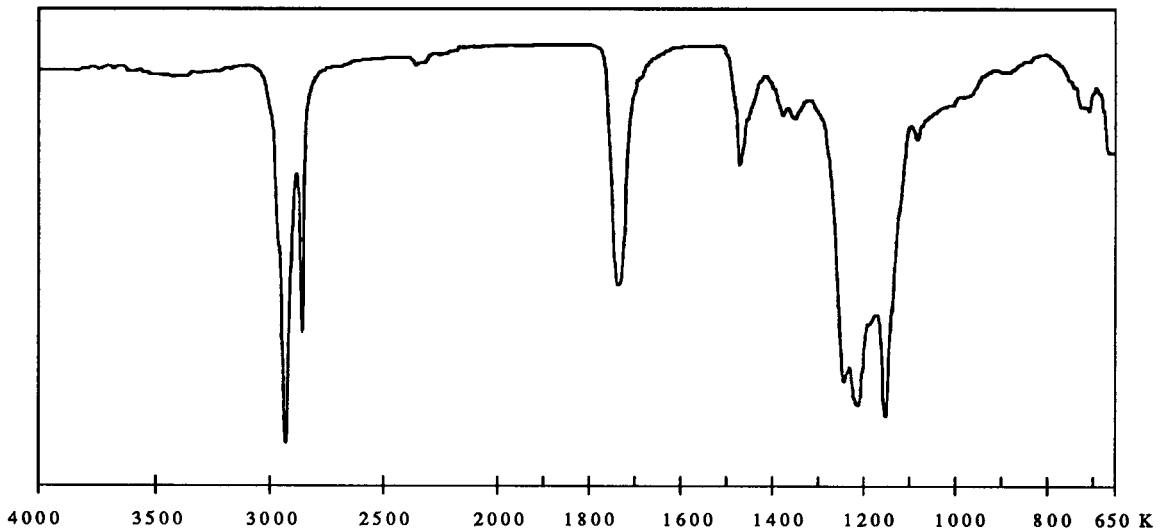


Fig. 3 Fig. 1における105 mlのピークのIRスペクトル

ルムの屈折率 ($d_{20} 1.484$) より高い撥水剤で , このフラクションの IR 測定 (Fig . 3) , Py - MS 分析からモノパーフルオロアルキル ($C^6 - C^{16}$) エチルリン酸エステルと推定される .

- D) Fig.2 で得られたフッ素系撥水剤は親水性のあるもので , しかも屈折率がクロロホルムの屈折率 ($d_{20} 1.484$) より低い撥水剤であることが分かる .
また , このピークの UVD による検出感度が Fig . 1 での感度に対して極端に高くなっていることなどから , パーフルオロアルキルスルホン酸金属塩であると推定される .

135 ml のピーク :

この領域に洗出しているピークは , フッ素系撥水剤を適度に分散させるための界面活性剤である . IR 及び Py-GC 分析から PEG 系の活性剤であることが分かった .