

【技術資料】MALDI-TOF/MS によるウレタンメタクリレート系接着剤の解析

概要

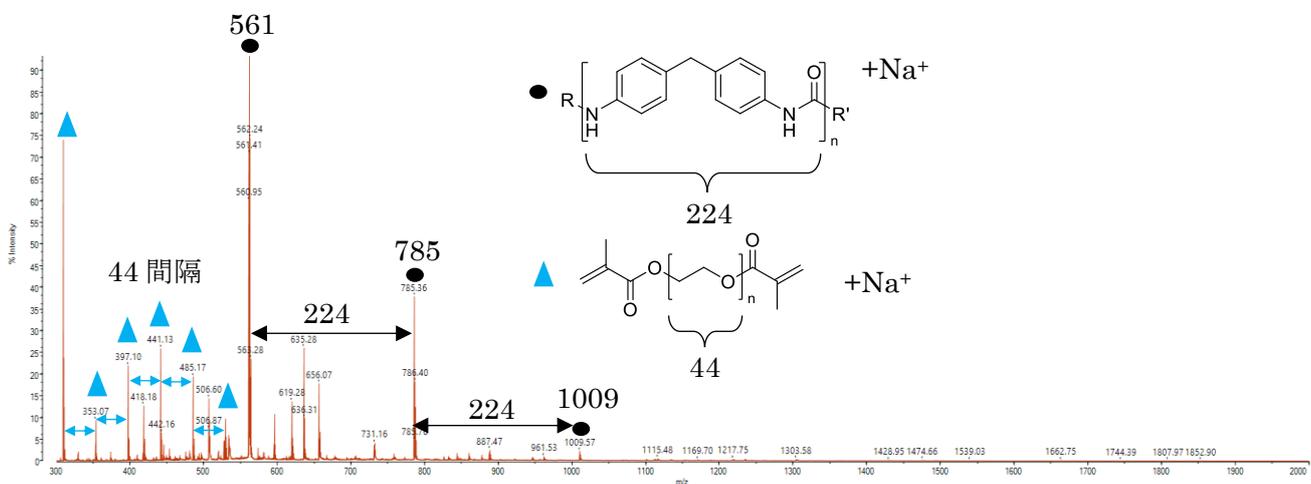
ウレタンメタクリレート(アクリレート)は様々な用途に使用される UV 硬化型樹脂であり、一般的にはイソシアネートとポリオールからなるウレタン結合と複数のメタクリル基(アクリル基)を有します。設計の自由度が高く、原料の組み合わせにより物性や用途が大きく変わるため、原料の解析は重要です。ウレタンメタクリレート系接着剤について、MALDI-TOF/MS により解析した例をご紹介します。

分析方法

市販のウレタンメタクリレート系接着剤をマトリックス及びイオン化助剤と混合し、試料プレート上に滴下・乾燥させて MALDI-TOF/MS 測定に供しました。(MALDI-TOF/MS の測定原理は技術レポート No. A2201 参照)

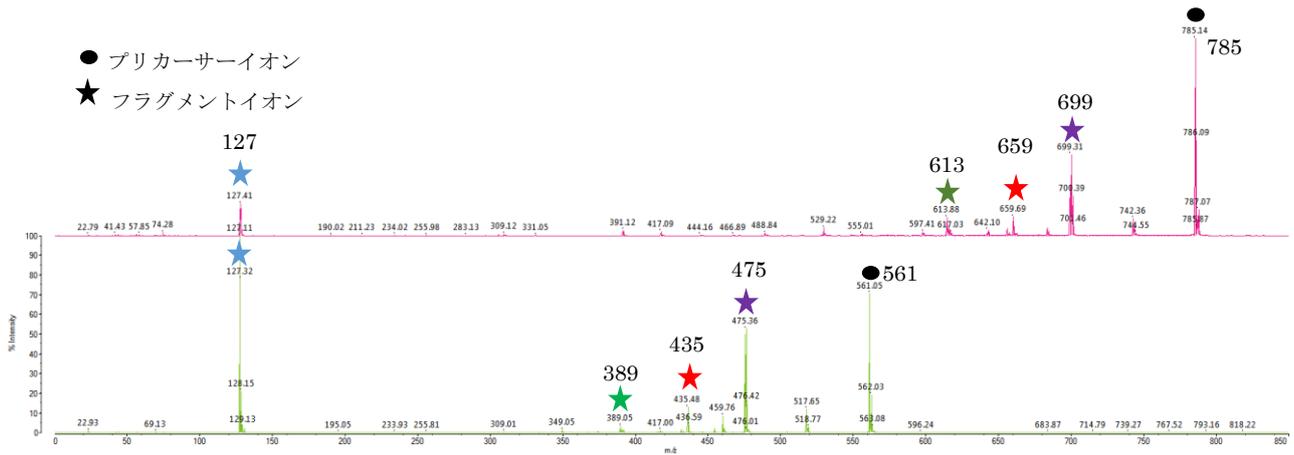
結果

測定した接着剤の MS スペクトルを図 1 に示します。図 1 では、 m/z 561 を起点として m/z 224 間隔のイオンが検出されました(●)。イオンの間隔から、ウレタンの原料である MDI の繰り返し構造であることが分かり、末端構造(+付加イオン)(=R+R'+Na)は m/z 337 と推測されました。また、 m/z 440 付近には m/z 44 間隔のポリエチレンオキサイド構造を有するメタクリレートと推定されるイオンが検出されました(▲)。



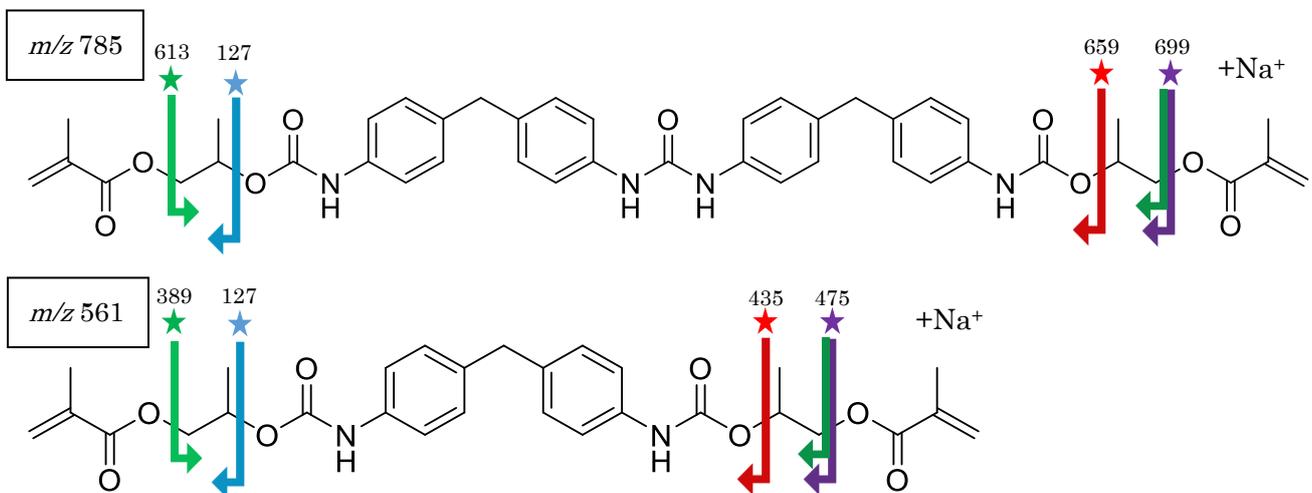
【図 1】接着剤の MALDI-TOF/MS スペクトル

MS/MS 測定では特定のイオンを選択し、フラグメントイオンを得ることができます。図 2 では更なる構造情報を得るため、 m/z 561 及び m/z 785 をプリカーサーイオンとした MS/MS スペクトルを測定しました。その結果、複数のフラグメントイオンが検出されました。



【図 2】接着剤の MS/MS スペクトル

図 2 にて得られたフラグメントイオンから推測される構造を図 3 に示します。ウレタン結合やエステル結合は開裂しやすく、フラグメントイオンとして検出されやすい構造です。 m/z 127 のフラグメントイオンは $C_7H_{11}O_2$ であると考えられ、メタクリル酸ヒドロキシプロピルであることが推測されました。その他のフラグメントイオンに関しても、図 3 に示すような開裂で説明が可能です。従いまして、この接着剤に含まれるウレタンメタクリレート成分はメタクリル酸ヒドロキシプロピルと MDI 由来であると推定されました。



【図 3】接着剤の推定構造とフラグメント

まとめ

ウレタンメタクリレート系接着剤を MALDI-TOF/MS 解析および MS/MS 解析することで、繰り返し単位、末端構造を推定できました。このように、MALDI-TOF/MS 解析および MS/MS 解析によってオリゴマー成分の構造を解析することができます。

適用分野：接着剤、粘着剤、塗料、その他有機材料

キーワード：ウレタンメタクリレート、ウレタンアクリレート