

添加剤MSライブラリー(ADD-MS06 ライブラリー)を用いた 再生ポリプロピレン中の添加剤の推定

【背景】 GC/MSを用いて検出される化合物の同定には、一般的には市販のMSライブラリーが用いられるが、高分子材料用の添加剤として使用されている化合物の登録は十分に多いとは言えず、実用性に乏しい。そこで、ダブルショット・パイロライザーとGC/MSシステムを使用して、市販の主要な有機系添加剤329種類のMSライブラリーを構築し、高分子材料中の添加剤の推定に応用した。¹⁾

【方法】 各添加剤の標準試料を600°Cでの瞬間熱分解(Py)-GC/MS法により測定したパイログラムと、そこで観測されている主要ピーク(添加剤成分と、添加剤の熱分解生成物)のマスペクトル、および保持指標(RI)を登録して、添加剤MSライブラリーを構築した。また、本ライブラリーを用いて、再生ポリプロピレン(PP)試料について熱脱着(TD)-GC/MS法により測定して得たクロマトグラム(TIC)から、その添加剤成分を推定した。

【結果】 再生PPのTD-GC/MS分析によるTICを図1に示す。ここで観測されたピークAとBのマスペクトルを、MSライブラリーで検索した結果を表1に示す。マスペクトルの類似度で候補化合物を絞り込んだうえで、RI値の近さを参照することにより、各ピークを推定した。添加剤ライブラリーに収納されている添加剤のパイログラムを、図1(b), (c), (d)に示す。これらとの比較により、再生PPIに含まれる添加剤は、①酸化防止剤の tris(2,4-di-*t*-butylphenyl) phosphite、または tetrakis(2,4-di-*t*-butylphenyl)-4,4'-biphenylene diphosphonite および、②臭素系難燃剤の decabromodiphenyl ether (DeBDE) の可能性が高いことが推定される。

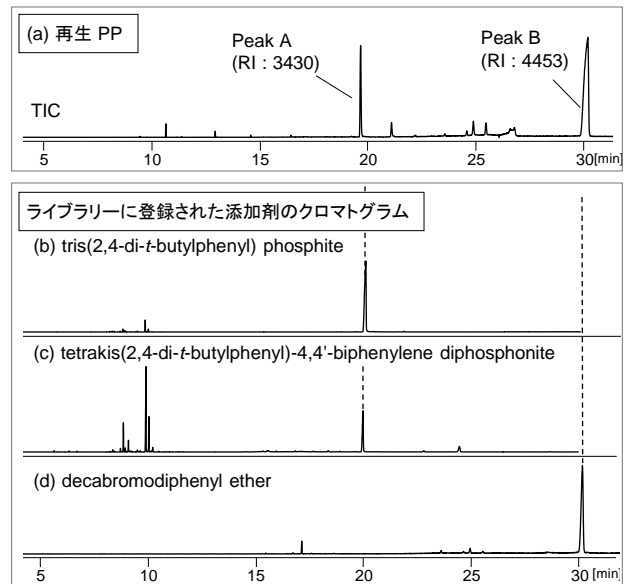


図1 再生PP, ライブラリーに登録された添加剤のクロマトグラム
TD: 100 - 300°C(20°C/min), GC Oven: 40 - 320°C(20°C/min, 4 min) - 340°C(10°C/min),
He: 1.0 ml/min, Split ratio: 1/50, Amount: 0.3 mg, Col : UA5-30M-0.25F

表1 添加剤MSライブラリー検索結果

	候補化合物	類似度[%]	RI
ピークA RI:3430	1. tris(2,4-di- <i>t</i> -butylphenyl) phosphite	62	3451
	2. 2,4,8,10-tetra- <i>t</i> -butyl-5,7-dioxo-6-phospha-dibenzo[a,c]cyclohepten-6-ol	55	2888
	3. 2- <i>t</i> -Butyl-6-methyl-4-ethenylphenol	1	1535
ピークB RI:4453	1. decabromodiphenyl ether	89	4412
	2. isomer of bromophenyl heptabromodiphenyl ether	13	3738
	3. tetrabromo phthalimide	5	2814

1) 松井ら, 日本分析化学会第55年会(2006), B3026

Keywords : 添加剤, MSライブラリー, RoHS規制, DeBDE, PBDE, 再生PP

使用製品 : 多機能パイロライザー, Vent-free GC/MS アダプター, F-Search, UA-5

応用分野 : 高分子分析全般, 添加剤

関連テクニカルノート :

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
http://www.frontier-lab.com/