

熱脱着ガスクロマトグラフィー(TD-GC)法によるポリエチレン中のジブチルヒドロキシトルエン(BHT)の分析

【背景】 高分子材料中の添加剤の分析に瞬間熱分解法を用いた場合に、しばしばポリマー骨格に由来する熱分解生成物によるパイログラム上での妨害や、添加剤の熱分解に伴う定量精度の低下などが問題となる。一方、瞬間熱分解法よりも比較的低い温度で試料を加熱するTD-GC法を用いることにより、これらの問題はある程度回避できる可能性がある。さらに、本手法は溶媒抽出法で問題となる、煩雑な試料の前処理を必要としない。ここでは、ポリエチレン(PE)中に酸化防止剤として添加されているジブチルヒドロキシトルエン(BHT; 化学構造とマススペクトルを図1に示す)をTD-GC法により定量分析した例を紹介する。

【方法】 約500 ppmのBHTを含むPE試料について、予め100~600°Cの温度範囲での発生ガス分析法(EGA)による測定を行ない、試料の熱特性を調べた。さらに、この結果から定めた熱脱着条件により、BHTのTD-GC分析を行った。PE試料は約1 x 1 x 3 mm四方に切削した一片(約3 mg)を試料カップに採取し、測定に供した。この際に、試料の形状は定量分析の精度へ影響を及ぼすが、その影響と対策については別途報告する¹⁾。

【結果】 PE試料の発生ガス分析法(EGA)により得たサーモグラムを図2に示す。TIC上にはPEの熱分解に由来するピークのみが観測されるが、BHTの特徴的なイオンであるm/z: 205, 220のマスプロファイル上には、100~200°Cの温度画分AにBHTの揮発に由来するピークが観測された。この結果より、PE試料からBHTをほぼ定量的に熱脱着する条件として、100→200°C (20°C/min, 3 min保持)を選択した。この条件によるTD-GC法で得たクロマトグラムを図3に示す。ここで観測されたBHTの試料重量当たりのピーク測定の再現性は、RSD値で3%以下と良好な値が得られ、定量値も510 ppmであり、試料の既知情報とほぼ一致する情報が得られた。

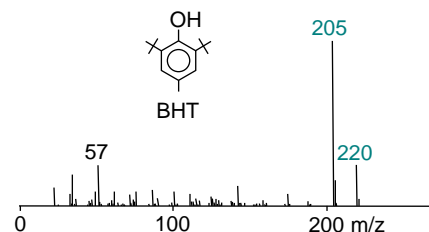


図1. BHTの化学構造とマススペクトル

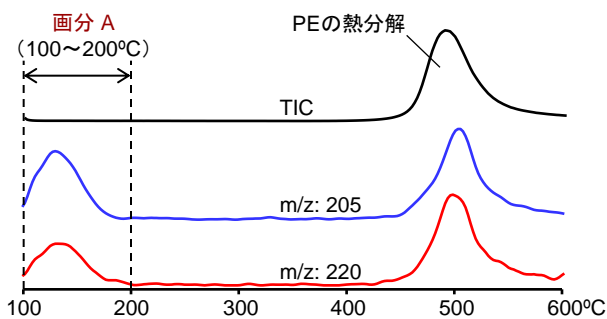


図2. PE試料のサーモグラム

熱分解炉温度: 100→600°C (20°C/min), スプリット比: 1/50
試料量: 約 0.5mg, 検出器: MS

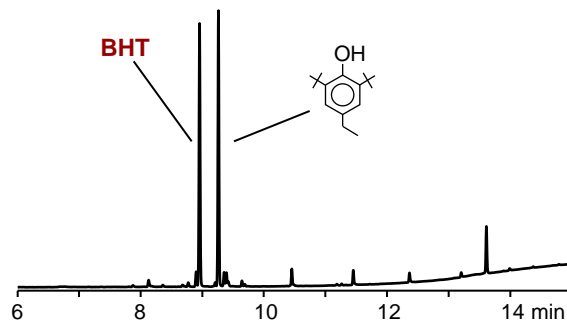


図3. PE試料の熱脱着成分のクロマトグラム

熱分解炉温度: 100 → 200°C (20°C/min, 3 min保持), カラム流量: 1 ml/min
スプリット比: 1/50, GCオーブン温度: 40 → 320°C (20°C/min)
試料量: 約3 mg, 検出器: FID
分離カラム: Ultra ALLOY-5
(5%ジフェニル95%ジメチルポリシロキサン, L=30 m, id.=0.25 mm, di=0.25 μm)

Keywords: 添加剤, 熱脱着, BHT, 酸化防止剤, ポリエチレン

使用製品: 多機能パイロライザー, オートショット・サンプラー, Vent-free GC/MS アダプター, UA-5, 不活性化金属キャピラリーチューブ

応用分野: 高分子分析全般

関連テクニカルノート: PYA1-056

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/>