

熱脱着ガスクロマトグラフィー(TD-GC)法による高分子材料中の揮発性添加剤の分析における留意点

[背景] BHTなどの揮発性の高分子材料用添加剤の定量分析においては、それらの室温付近の温度における材料表面からの揮散が定量精度を低下させることが懸念される。ここでは、TD-GC法によるPE中のBHTの定量分析における、揮散の影響の程度とその対策について検討した。

[方法] BHTを約500 ppm含む約3 mgのPE試料を、20片ほどの約0.5 mm四方の小片として採取する切削法1と、約1x1x3 mmの1片で採取する切削法2により試料カップに採取し、TD-GC測定により得た定量値とその再現性を比較した。さらに、試料の切削を行ってから測定を開始するまでに経過した時間の影響についても検討した。

[結果] TD-GC法で得たクロマトグラムを図1に示す。ここで観測されたBHTの定量値と5回の繰返し測定における再現性(RSD値)は、切削法1では456 ppm(RSD = 5.3%)であったのに対し、切削法2では510 ppm(RSD = 2.5%)であった。この結果は、切削法1による試料に対し、切削法2による試料の表面積が約1/3程度であるため、切削作業などを行う間の、試料表面からのBHTの揮散が抑えられているためと考えられる。さらに、試料の切削から測定を開始するまでに経過した時間の影響を調べた。その結果を図2に示す。経過時間が長くなるにつれて、BHTの定量値は減少し、1時間後には約8%、3時間後には約13%の減少が認められた。この結果は、室温付近の温度においても、表面付近に分布するBHTが揮散していることを示唆している。一方、3時間以上経過した後は、ピーク面積値はほぼ一定となったが、これは、試料中心部に分布するBHTは、室温では表面まではほとんど拡散移動しないためと考えられる。これらの結果から、TD-GC法による高分子材料中のBHTなどの揮発性添加剤の定量分析においては、室温付近における試料最表面からのそれらの揮散の影響を最小限にするため、表面積ができるだけ小さくなる試料形状にすることと、試料切削あるいは粉砕後には速やかに試料を測定に供することが肝要であることが分かった。

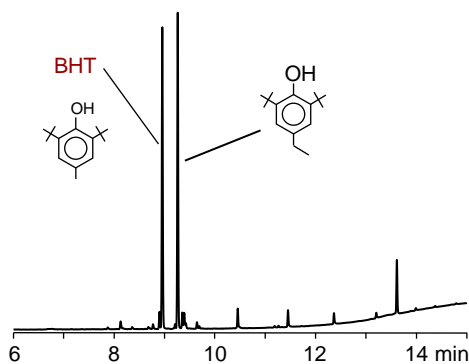


図1. PE試料の熱脱着成分のクロマトグラム

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オープン温度: 40 → 320°C (20°C/min)
 試料量: 約3 mg, 試料前処理: 切削法2, 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, df=0.25 μm)

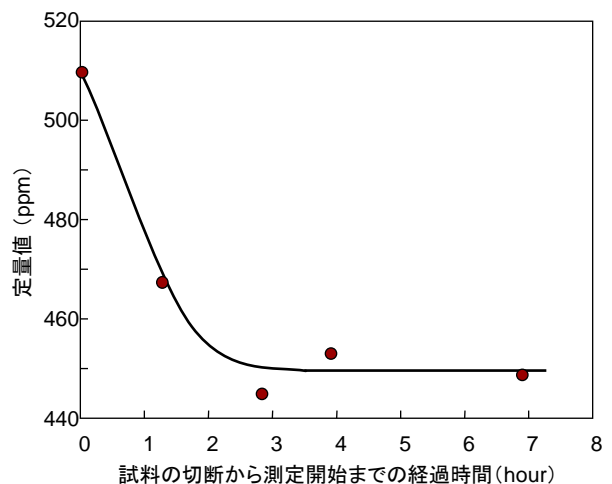


図2. 試料切削からの経過時間が与えるBHTの定量値への影響

分析条件は図1と同じ

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

応用分野: 高分子分析全般

関連テクニカルノート: PYA1-055

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/>