

添加剤MSライブラリーを用いたゴム試料中の 未知老化防止剤の推定

【背景】 各種ゴム中の老化防止剤(老防)の定性分析においては、老防に元々含まれていた不純物や、製造過程に変性した老防の分解物の情報も重要である。しかし、NISTなどの汎用MSライブラリーでは、元の老防とその不純物や分解物を関連付ける情報が含まれていない。一方、MSスペクトル検索用ソフトウェア F-Search (フロンティア・ラボ社)を用いた場合は、このような関連情報を含むライブラリーを目的に応じて構築することができる。本報では、市販の32種類の代表的な老防のデータを登録した添加剤ライブラリーADD-MS(フロンティア・ラボ社)を試料ゴム中の老防の推定に応用した。

【ライブラリーの構成】 添加剤MSライブラリーは、各種老防について熱脱着(TD)-GC/MS法を用いて測定したクロマトグラム上の主要ピークのマスマスペクトルと、化合物名および保持指標(RI)などの情報に加えて、元の老防名とクロマトグラムを収録している。

【検証試料】 ライブラリーの有用性を検証するための試料は、未知老防を約1%含む、加硫・混練を行った配合ゴムを用いた。

【結果】 未知老防を含む加硫ゴム試料をTD-GC/MS法により測定して得たクロマトグラムと、主ピークA~Cのマスマスペクトルを図1(a)に示す。それら主要ピークは、MSライブラリー検索によって得たマスマスペクトルの類似度とRIの情報から、同図(b)に示す化合物として同定することができた。さらに、図1(b)のMSライブラリー中のクロマトグラムから、これら3種の化合物と関連する老防の候補として、*p*-(*p*-Toluene sulfonylamido) diphenylamineを推定することができた。以上のことから、ADD-MSライブラリーは、クロマトグラム上の各主要ピークと元の老防など各種の情報を有しているため、老防の推定に有用であることがわかった。

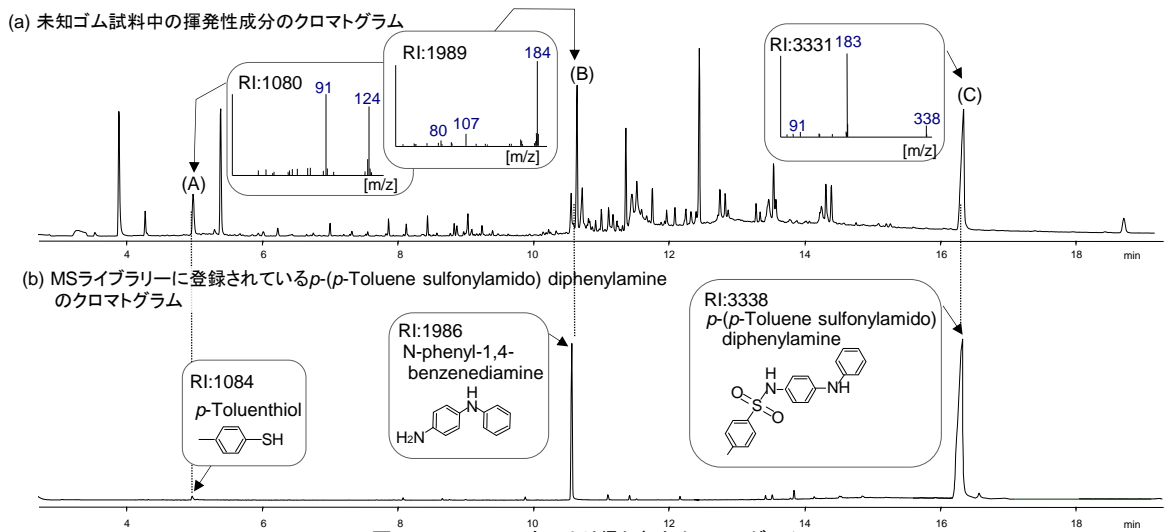


図1. TD-GC/MS法により得られたクロマトグラム
熱分解炉温度: 340°C (1 min) GCオープン温度: 40 → 320°C (20°C/min, 10 min)
カラム: Ultra ALLOY-5(MS/HT) (30 m, 0.25 mm, 膜厚 0.25 μm), 試料量: 1.0 mg

Ref : 松井ら, 第12回 高分子分析討論会(2007), 1-16

Keywords : ゴム, 老化防止剤, 熱脱着

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, F-Search, UA-5 (MS/HT)

応用分野 : 高分子分析全般, ゴム工業関連

関連テクニカルノート : PYA1-054

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/