

添加剤MSライブラリーを用いたポリスチレン中の添加剤の分析

[背景] 高分子材料には、機能性向上の目的で、酸化防止剤や紫外線吸収剤などの各種添加剤が加えられている。これらの分析法として、熱脱着(TD)-GC/MS法は煩雑な前処理を必要としないことから、近年、注目されている。一般に、GC/MSを用いて検出された化合物は、質量スペクトル(MS)ライブラリー検索により定性を行なうが、WileyやNISTなどの汎用のMSライブラリーには、添加剤自身及び、その熱分解生成物の登録件数が多くはないため、定性が困難な場合もある。本報では、市販の主な358種類の添加剤のクロマトグラムとそのMSスペクトルを含む、添加剤MSライブラリー(ADD-MS08B)を用いて、ポリスチレン(PS)中に含まれる未知添加剤の分析を試みた。

[方法] 分析システムは、ダブルショット・パイロライザーをGC/MSのスプリット/スプリットレス注入口に直結し、不活性化金属キャピラリー管、または金属キャピラリー分離カラムを、Vent-free GC/MSアダプターを介してMSに接続して構成した。試料は、未知添加剤を含むPSを20 mg/mlのジクロロメタン溶液とし、試料カップに50 mlを採取・乾燥後、測定に供した。測定結果については、添加剤MSライブラリーを用いて検索した。

[結果] 揮発性添加剤の熱脱着温度を検討するために、発生ガス分析(EGA)-MS法を用いて、図1に示すサーモグラムを得た。100~300°Cの範囲において、添加剤の溶出が確認されたため、この温度範囲で、分離カラムを用いて、TD-GC/MS法により添加剤の分析を行った。得られたクロマトグラム上の各ピークを添加剤MSライブラリーを用いて検索したところ、マススペクトルの類似度、及び保持指標から、図2に示すように、10種類の添加剤が推定できた。以上の結果から添加剤MSライブラリーが、TD-GC/MS法を用いた未知添加剤の分析に非常に有効であることが示された。

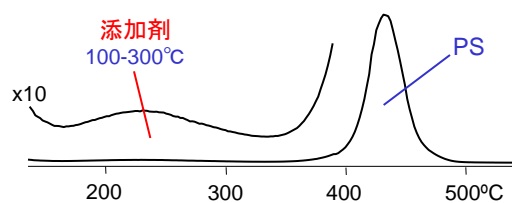


図1. 未知添加剤を含むPSのサーモグラム

加熱炉温度: 100 - 700°C (20°C/min), GCオープン温度: 300°C, 不活性化金属キャピラリー管: UADTM-2.5N(L=2.5 m, i.d.=0.15 mm), カラム流量: 1 ml/min He, スプリット比: 1/50, 試料量: 0.1 mg

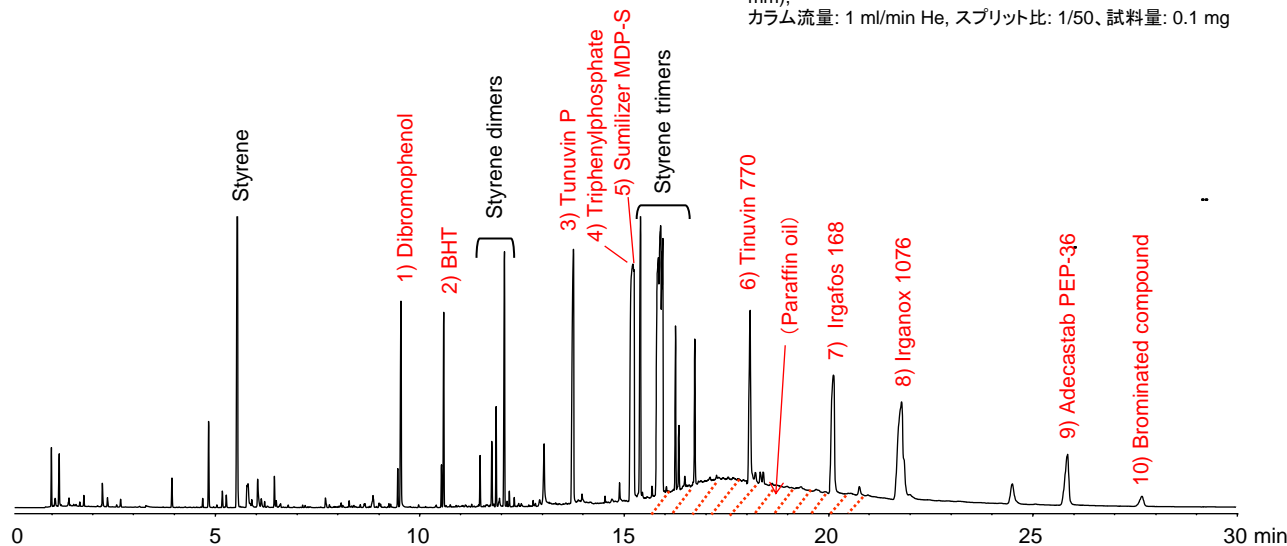


図2. TD-GC/MS法によるクロマトグラムとライブラリー検索結果

加熱炉温度: 100 - 300°C (20°C/min, 5 min), GCオープン温度: 40°C (2 min) - 320°C (20°C/min), 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, i.d.=0.25 mm, df=0.05 µm), カラム流量: 1 ml/min He, スプリット比: 1/20, スキャン速度: 2 scans/sec, スキャン範囲: 29 - 810 (m/z), 試料量: 1 mg

参考: 小田桐ら 第13回 高分子分析討論会(2008), II-11

Keywords : 添加剤MSライブラリー、ポリスチレン、添加剤、熱脱着分析、発生ガス分析

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, 不活性化金属キャピラリーチューブ

応用分野 : 添加剤分析

関連テクニカルノート : PYA1-054, PYA1-057

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/