

ポリエチレン中の酸化防止剤:Irganox1076と高分子量のIrganox1010の 熱脱着と反応熱分解GC-MS法を併用した定量分析 – Part 1

【背景】 プラスチック製品中には様々な添加剤が含まれており、製品の性能を左右するため、それらの定性・定量分析が必須である。本報ではポリマー中に微量に添加されるフェノール系酸化防止剤の一種である、Irganox1010(分子量1178)とIrganox1076(分子量530)の分析を紹介する。ポリマー添加剤の分析には、試料をポリマー基材が熱分解しない程度の温度に加熱し、添加剤のみ気化させる熱脱着(TD)-GC/MS法がよく用いられている。比較的分子量である、Irganox1076はこの方法により定量分析が可能と考えられるが、分子量の高いIrganox1010は難揮発性であり、本法を用いることが困難である。そこでIrganox1010については水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)存在下での反応熱分解(RxPy)-GC/MS法を試みた。

【方法】 Irganox1010(470 ppm)またはIrganox1076(340 ppm)が添加されたポリエチレン(PE)を粉末状にし、Irganox1076についてはTD-GC/MS法を、Irganox1010についてはTMAHを用いたRxPy-GC/MS法により定量分析を行った。定量には標準添加法を用いた。分析システムはマルチショット・パイロライザー(フロンティア・ラボ: EGA/PY-3030D)をGC/MSの注入口に直結して使用した。

【結果】 Irganox1076が添加されたPEの熱脱着クロマトグラムをFig. 1aに、またIrganox1010が添加されたPEの反応熱分解法によるパイログラムをFig. 1bに示す。Fig. 1aでは、Irganox1076のピークが明瞭に観測された。また、Fig. 1bのIrganox1010の反応熱分解パイログラムでは、その熱分解生成物のメチル誘導体が観測された。Irganox1010とIrganox1076が単独で添加されているPEについて標準添加法による定量を行った結果、Irganox1010では表示値470 ppmに対して429 ppm、Irganox1076では表示値340 ppmに対して374 ppmの定量値という良好な結果が得られた。

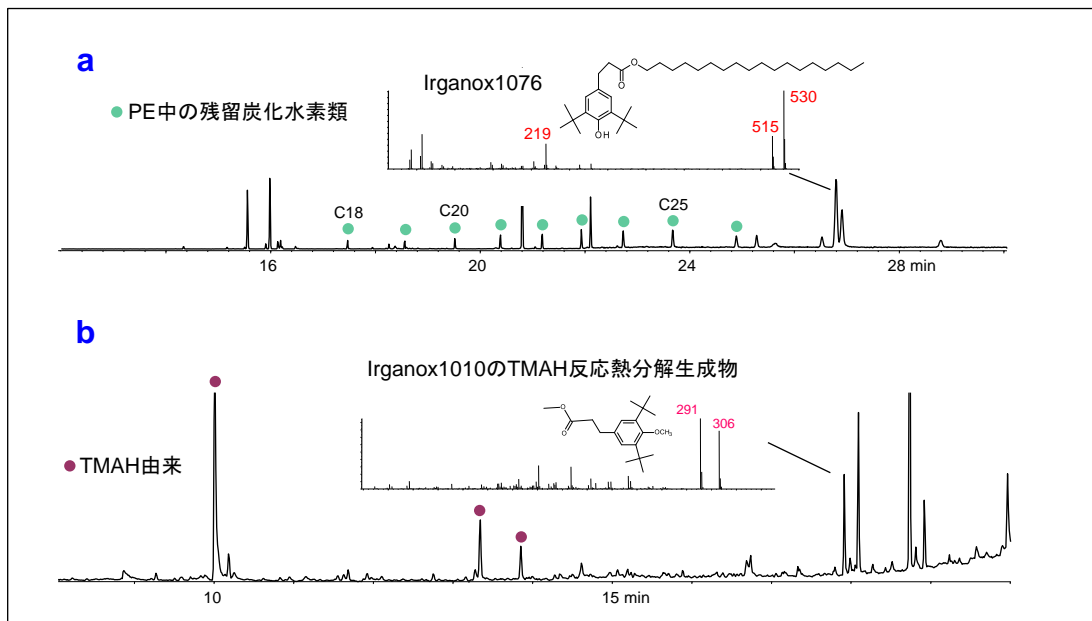


Fig. 1 Irganox1076が添加されたPEの熱脱着クロマトグラム(a)と
Irganox1010が添加されたPEの反応熱分解法によるパイログラム(b)

加熱炉温度: 260°C(反応熱分解), 320°C(熱脱着)
GCオープン: 40-150°C(10 °C/min)-320°C(20 °C/min, 3 min保持)
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=0.25 μm
スプリット比: 1/30, 試料量: 約100 μg, 25% TMAHメタノール溶液: 20 μL

* 第18回 高分子分析討論会にて発表、岩井ら、講演番号I-02、2013

Keywords : Irganox1010, Irganox1076, 熱脱着, 反応熱分解, TMAH

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

応用分野 : 樹脂中の添加剤分析

関連テクニカルノート : PYA1-081

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/