

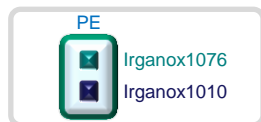
ポリエチレン中の酸化防止剤:Irganox1076と高分子量のIrganox1010の熱脱着と反応熱分解GC-MS法を併用した定量分析 – Part 2

【背景】 前報のPart 1 (PYA1-080) では、ポリマー中に添加されるフェノール系酸化防止剤、Irganox1010 (分子量1178) と Irganox1076 (分子量530) の個別分析を紹介したが、これらの添加剤は併用されることも多いため、今回、両添加剤の共存下における定量分析を検討した。前回、Irganox1076は熱脱着 (TD)-GC法により分析、Irganox1010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法により分析が可能であると報告した。しかしながら、ポリマー中にIrganox1010とIrganox1076の両添加剤が含有されている場合、反応熱分解法を適用すると、両添加剤から生じるメチル誘導体は、Fig. 2に示すように同一化合物であるため、定量には困難が伴う。本報では、両添加剤が共存する場合における定量分析を検討した。

【方法】 ポリエチレン (PE) 中に添加された両酸化防止剤の分析は、Fig. 1の手順で行った。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】 Irganox1010とIrganox1076が既知濃度で添加されているPEについて、Fig. 1に示す様な方法で定量を行った。その結果、Irganox1010が1000-1500 ppmの表示値に対して1406 ppm、Irganox1076が450-550 ppmの表示値に対して476 ppmの定量値がそれぞれ得られた。前回の個別分析と同様に両添加剤の共存時における定量分析についても良好な結果が得られた。

- ① 両添加剤を含有したPEに対してTD-GC/MSによりIrganox1076を定量する



TD-GC/MSにより
Irganox1076を定量

- ② Irganox1076のみを含有したPEのTMAHを使用した反応熱分解による標準添加検量線を作成する。①で求めたIrganox1076の濃度に相当するIrganox1076 (メチル誘導体) のピーク面積を求める。

- ③ 両添加剤を含有したPEにTMAHを加えた反応熱分解による標準添加検量線を作成する。添加する標準はIrganox1010のみ。ここで作成する検量線の縦軸はIrganox1076とIrganox1010メチル誘導体を合計したピーク面積である。

- ④ ①で求めたIrganox1076の定量値と同じ濃度のIrganox1076 (メチル誘導体) のピーク面積値を、②の検量線から得る。次に、③で作成した検量線から②で求めた面積値を減算することで、Irganox1010のみの検量線を作成する。この検量線よりIrganox1010の定量を行う。

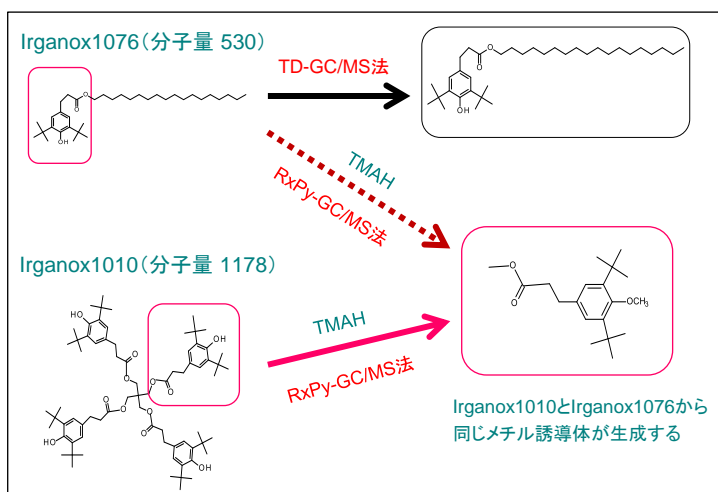


Fig. 2 Irganox1010とIrganox1076のメチル誘導体

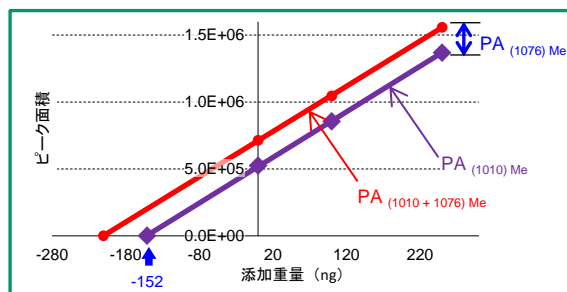


Fig. 3 Irganox1010メチル誘導体の標準添加検量線

$$PA_{(1010) Me} = PA_{(1010 + 1076) Me} - PA_{(1076) Me}$$

PA: ピーク面積 PA_{Me}: メチル誘導体ピーク面積

Fig. 1 Irganox1010とIrganox1076の共存時における定量分析の手順

* 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 : PYA1-080

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/