

エチレン- ビニルアルコール共重合体中の酸化防止剤 Irganox 1098の Py-GC/MS法を用いた定量分析

【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、それらの分析は重要である。本報では樹脂フィルム中のフェノール系酸化防止剤、Irganox 1098のPy-GC/MS法による分析例を紹介する。ポリマー添加剤の分析では、ポリマー母材が熱分解しない程度の温度に加熱し、添加剤のみを気化させる熱脱着(TD)-GC/MS法がよく用いられる。しかし、Irganox 1098は難揮発性であることから、本報では600°CでのPy-GC/MS法により Irganox 1098 を定量分析した。

【方法】 Irganox 1098 (約5000 ppm) が添加されたエチレン- ビニルアルコール共重合体(EVOH)を粉末状にし、Py-GC/MS法により定量分析した。定量には絶対検量法を用いた。分析にはマルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGCの注入口に直結し、分離カラムを介してMSに接続したシステムを用いた。

【結果】 Irganox 1098のパイログラム、図1(a)ではIrganox 1098の熱分解生成物の一つであるBHT-quinone-methideのピークが観測され、そのマススペクトルには、ベースピークの m/z 161と、分子イオンの m/z 218が観測された。また、Irganox 1098が添加されたEVOHのパイログラムを図1(b)に示す。TICではEVOHの熱分解生成物ピークが妨害し、Irganox 1098由来のピークが確認できなかったため、 m/z 161と218の抽出イオンクロマトグラム(EIC)で確認したところ、両者共1.8分付近にピークが観測された。そこで、 m/z 161のピーク面積から作成した絶対検量線により、EVOH中のIrganox 1098について5217 ppmの定量値を得た。

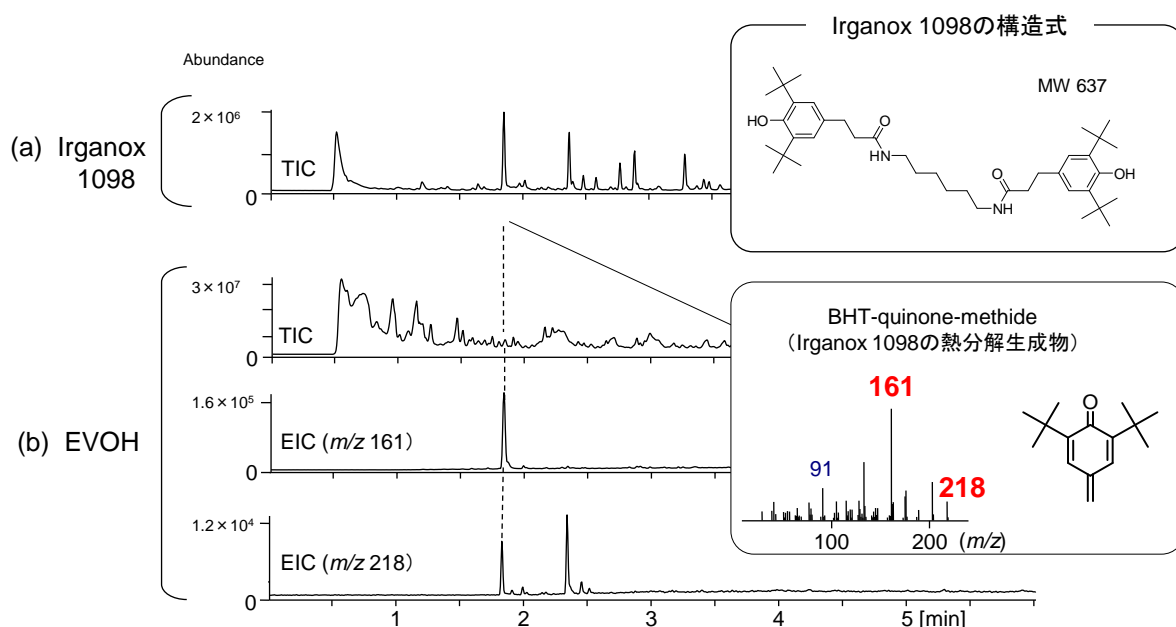


図1 Irganox 1098のパイログラム(a)とEVOHのパイログラム(TICおよびEIC) (b)

熱分解炉温度：600°C、カラム流量：1.2 mL/min、スプリット比：1/50、
GC オープン温度：40 - 350°C (20 °C/min, 4 min hold)、スキャン範囲：29 - 650 (m/z)、
分離カラム：UA*-1 (ジメチルポリシロキサン、長さ 15 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.1 μ m)
試料量：1.5 μ g (Irganox 1098)、ca. 200 μ g (EVOH、5000 ppmのIrganox 1098含有)

Keywords： エチレン- ビニルアルコール共重合体, 酸化防止剤, Irganox 1098, 定量分析, Py-GC/MS

使用製品： 多機能パイロライザー, UA*-1, エコカップLF

応用分野： 高分子分析全般, 添加物分析, 品質管理

関連テクニカルノート： PYA1-080, PYA1-081, PYA2-017

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/