

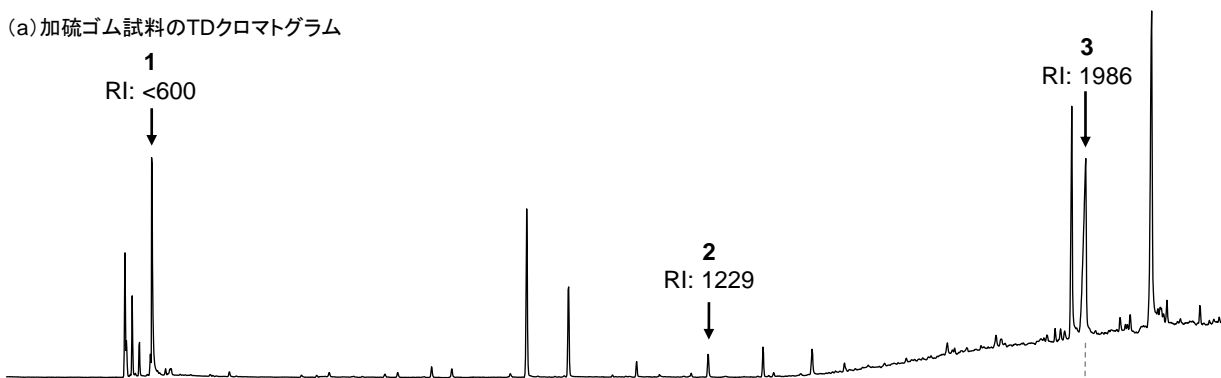
# 添加剤MSライブラリーを用いた 加硫ゴム試料中の未知加硫促進剤の定性 (Part 1)

**【背景】** 加硫ゴム試料中の加硫促進剤の分析には、溶媒抽出-GC/MSや熱脱着(TD)-GC/MSが一般的に用いられている。しかし、加硫促進剤が加硫工程にて硫黄と反応していることに加え、汎用のMSライブラリーでは加硫促進剤及びその分解生成物の登録数は多くないため、加硫促進剤の定性が困難な場合がある。本報では、添加剤MSライブラリー-ADD-MS22B(フロンティア・ラボ)を用いて、加硫ゴム試料中の未知加硫促進剤の定性を試みた。

**【方法】** 試料には、未知加硫促進剤を約1%含む加硫ゴムを用いた。熱脱着温度は基材ゴムがほとんど熱分解しない100~340℃としてTD-GC/MS法により加硫ゴム試料を測定し、データ解析には本MSライブラリー及びF-Searchを用いた。

**【結果】** 加硫ゴム試料のTDクロマトグラムをFig. 1(a)に示す。得られたクロマトグラムの主要ピーク1~3を、マススペクトルの類似度と保持指標(RI)よりFig. 1(b)に示す化合物として同定した。さらに、同図(b)に示した本MSライブラリーに収録されたクロマトグラムとのピークの強度比の比較から、加硫促進剤であるアクセルBNS-RまたはサンセラーNS(化合物名: *N-tert-Butyl-2-benzothiazolesulfenamide*)を推定することができた。加えて、元の加硫促進剤がクロマトグラム上に検出されない場合でも分解生成物の情報による推定が可能であり、本MSライブラリーは未知加硫促進剤の定性に有用であることがわかった。

(a) 加硫ゴム試料のTDクロマトグラム



(b) MSライブラリーに収録された アクセルBNS-RまたはサンセラーNSのクロマトグラム

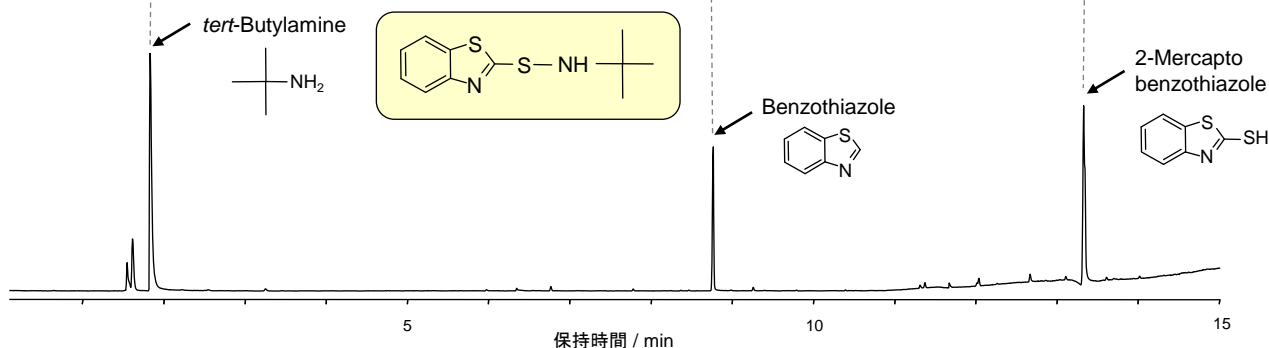


Fig. 1 TD-GC/MSにより得られたクロマトグラム

熱脱着温度: 100-340℃ (20℃/min), GCオープン温度: 40 (2 min 保持) - 320℃ (20℃/min, 14 min 保持), 分離カラム: Ultra ALLOY-5 (MS/HT), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm, カラム流量: 1 mL/min, スプリット比: 1/10, 試料量: 1.0 mg

参考: 塩野ら, 第20回 高分子分析討論会 (2015), IV-18

**Keywords:** ゴム, 加硫促進剤, MSライブラリー, 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, マイクロジェット・クライオトラップ, Vent-free GC/MS アダプター, UA5, F-Search

**応用分野:** 高分子分析全般, ゴム工業関連, 添加剤分析

**関連テクニカルノート:** [PYA1-054](#), [PYA1-057](#), [PYA1-066](#), [PYA1-142 \(PART 2\)](#)

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/>