

# 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 2)

**【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1~4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DまたはサンセラーD(化合物名: 1,3-Diphenylguanidine)を推定することができた。ピーク4は元の加硫促進剤そのものの化合物であり、ピーク1~3の分解生成物のピークがクロマトグラム上に観測されることから、当該加硫促進剤がゴム試料中に含まれていることが裏付けられた。以上より、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。

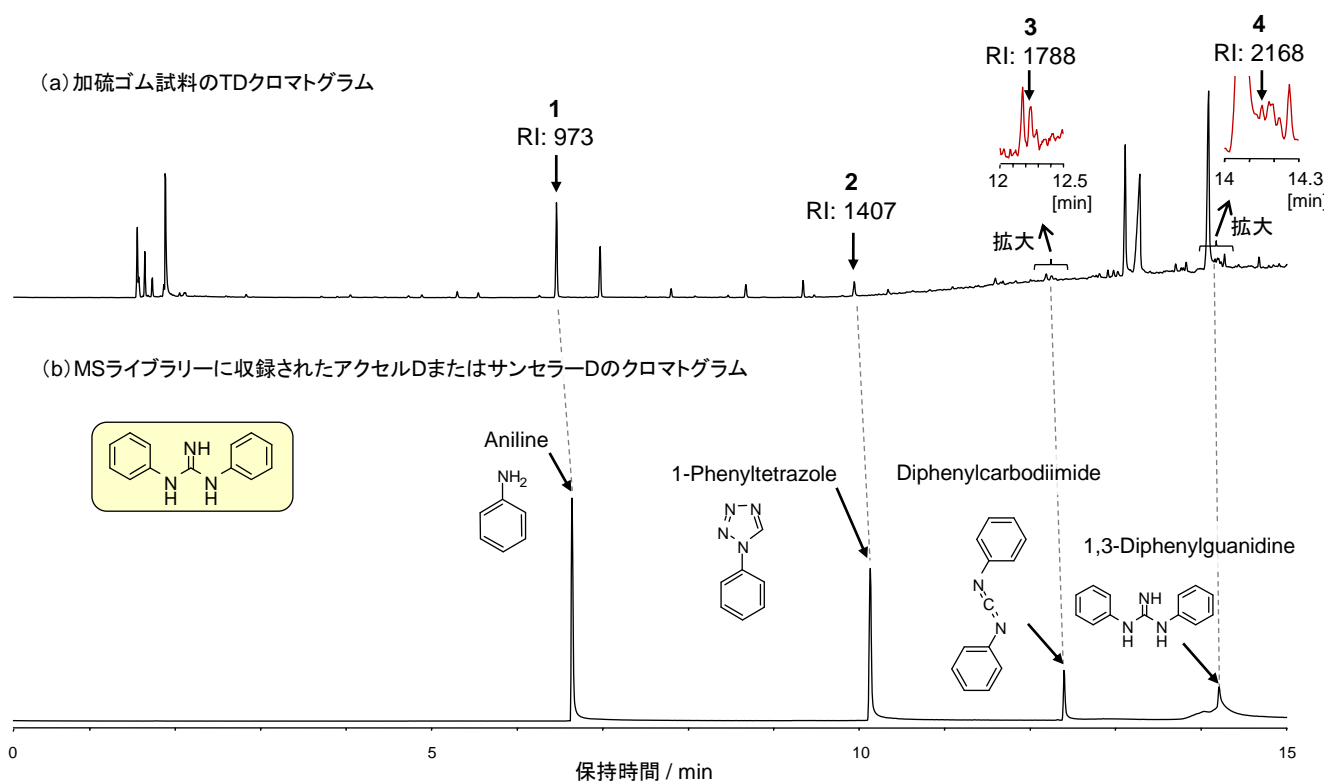


Fig. 1 TD-GC/MSにより得られたクロマトグラム

熱脱着温度: 100 - 340°C (20 °C/min), GCオープン温度: 40 °C (2 min 保持) - 320 °C (20 °C/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, UA<sup>+</sup>-5, 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, PYA1-087 (Part 1)

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/