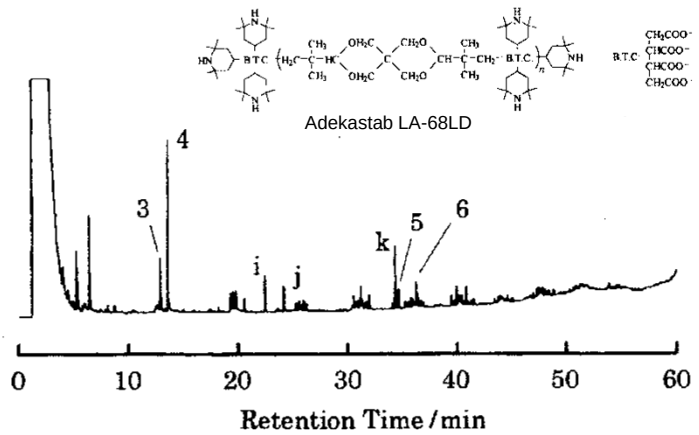
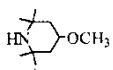
# 有機アルカリ共存下での反応熱脱着GCによる ポリプロピレン中の高分子量ヒンダードアミン系光安定剤の高感度定量

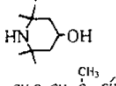
**[背 景]** 熱脱着GCの手法は、ポリマー材料中に含まれる、様々な添加剤成分の直接分析に威力を発揮する実用分析法である。最近、この方法に、有機アルカリと試料成分間の化学反応を採り入れた「反応熱脱着GC（RTD-GC）」が新たに提案され、分子構造中にエステル結合や、遊離のカルボキシル基および水酸基などを有する添加剤成分の高感度検出を行った研究例が報告されている。ここでは、水酸化テトラメチルアンモニウム（TMAH）共存下でのRTD-GCにより、ポリプロピレン（PP）中に微量添加された高分子量ヒンダードアミン系光安定剤（HALS）を、溶媒抽出を行わずに直接定量した内容を紹介する。

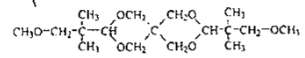
**[実 験]** 高分子量HALSには、Adekastab LA-68LD [MW ≈ 1900] を用いた。このHALSを、酸化防止剤であるIrganox 1010およびIrgafos 168と共に、添加剤を一切含まないPP基質に加えて、得られた混合物を180-190℃ で5分間混練して、所定量のHALS成分を含む一連のPP試料を調製した。その約30μgに対して、TMAHの25wt%メタノール溶液を2μl添加した後、300℃においてRTD-GC測定に供した。

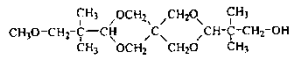
**[結 果]** 図1に、PP試料（HALS含量 10,000 ppm）を300℃において、TMAH共存下でRTD-GC測定して得られた典型的なクロマトグラムを示す。このクロマトグラム上には、もとのHALS成分の分子構造のうち、ピペリジン部位（ピーク3, 4）およびスピロ環部位（ピーク5, 6）に由来する反応生成物が、基質ポリマーであるPPの分解物ピークによる妨害をほとんど受けることなく、明瞭に観測された。これらのピーク強度を基にして、PPに微量添加されたHALS成分の含有量を、1,000から50,000 ppmまでの濃度範囲にわたる直線性をもって、迅速、簡便かつ高精度（変動係数 5%以下）に定量することができた。




3


4


5


6


i, j Peaks derived from Irgafos 168

k Peaks derived from Irganox 1010

**図 1.** RTD−GCにより得られたポリプロピレン試料の典型的なパイログラム

熱分解炉温度: 300℃, GCオーブン温度: 50℃-（5 ℃/min）-300℃
分離カラム: HP Ultra1（100%ジメチルポリシロキサン） 長さ 25 m 内径 0.2 mm 膜厚 0.33 μm
キャリヤーガス流量: 50 ml/min, カラム流量: 1.0 ml/min

*K. Kimura, T. Yoshioka, Y. Taguchi, Y. Ishida, H. Ohtani, S. Tsuge, *Analyst* **2000**, 125, 465-468.より抜粋

**Keywords :** 高分子量ヒンダードアミン系光安定剤, ポリプロピレン、反応熱脱着GC, TMAH

**使用製品 :** 多機能パイロライザー

**応用分野 :** 添加剤分析

**関連テクニカルノート :**

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/

®: フロンティア・ラボ株式会社の登録商標