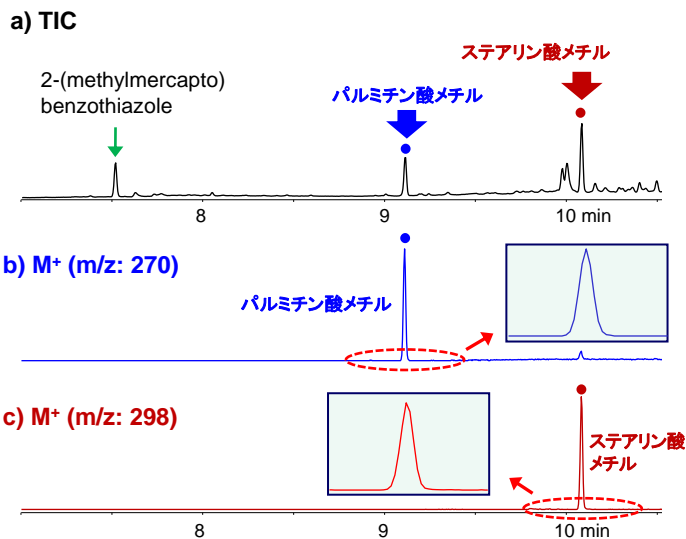


反応熱分解GC/MS法を用いた加硫SBRゴム中の脂肪酸 (ステアリン酸等)の定量分析

[背景] ゴム中に含まれる添加剤の種類や配合量は化学的・物理的特性に大きく影響する。その定性・定量分析には、溶媒抽出などの前処理により添加剤を抽出後に滴定、GC、LC、IR等を用いて分析する方法が一般的である。例えば、SBR中の総脂肪酸の分析では、エタノール・トルエン溶液を用いて抽出し、滴定分析する手法がある(ISO-7781やJIS-K6237)。この手法は多量の溶媒と時間を要するため、新たな分析法が求められている。簡便な手法としては、試料をそのまま熱脱着GCや熱分解GCにより分析することが可能であるが、回収率や再現性の問題があり、また有機酸のピークは通常クロマトグラムにテーリングが生じるため、定量分析に大きく影響する。そこで本報では、水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)を用いた反応熱分解GC/MS法を適用し、加硫SBRゴム中の加硫促進剤・滑剤や離型剤として使用されているステアリン酸などの簡便な定量分析法について検討した。

[方法] 反応熱分解GC/MS法には、MSを検出器としたGCの注入口に、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)を直結し、さらにオートサンプラー(同社: AS-1020E)を使用した分析システムを用いた。分離カラムには5% ジフェニル 95% ジメチルポリシロキサンを固定相とした金属キャピラリーカラム(同社: Ultra ALLOY-5)を用いた。マイクロパンチャー(同社: FMP-2.00S, 2 mm)を使用して、汎用ゴムである加硫SBR試料の切片約200 µgを試料カップに採取後、25 wt% TMAH メタノール溶液を2 µl添加して、350°Cの加熱炉に自由落下させ、反応生成物を分析した。

[結果] 反応熱分解GC/MSにより得られたSBR試料のパイログラム上には、主としてパルミチン酸(C16:0)とステアリン酸(C18:0)のメチルエステルが観測された(Fig. 1a)。また、それぞれの脂肪酸メチルエステルのM+イオンを選択して描いたマスクロマトグラムでは、夾雑物のピークがほぼなくなり、ピークのテーリングもなく良好な形状で観測された(Fig. 1b,1c)。これらのピーク面積値から、絶対検量線法により算出したパルミチン酸とステアリン酸の定量値は、それぞれ0.16 と0.46 wt%であり、総配合濃度の0.6 wt%と良い一致を示した。また、定量値の再現性はRSD値(n=5)でそれぞれ2.1及び3.8%と良好であった(Table 1)。以上の様に、本法は加硫SBRゴム中に添加された脂肪酸の定量分析法として、特別な前処理を必要としない簡便かつ信頼性の高い手法である。



加硫SBR試料中の脂肪酸の定量値(wt%) < 配合濃度 0.6 wt% >			
試料量 (µg)	パルミチン酸	ステアリン酸	総脂肪酸 (%)
197	0.160	0.456	0.616
194	0.155	0.441	0.596
203	0.152	0.449	0.601
202	0.156	0.479	0.635
204	0.159	0.479	0.639
平均	0.156	0.461	0.617
相対標準偏差 (RSD%)	2.12	3.84	3.16

Fig. 1 反応熱分解-GC/MS分析を用いた加硫SBRのクロマトグラム

Table 1 加硫SBR中の総脂肪酸の定量と再現性(n=5)

熱分解温度: 350 °C, GCオープン温度: 70 - 280°C(20 °C/min, 2 min 保持), GC注入口温度: 300°C
 分離カラム: Ultra ALLOY®-5(5% ジフェニル 95% ジメチルポリシロキサン), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm
 カラム流量: 1 ml/min(He), スプリット比: 1/100, 試料量: 約200 µg

Ref.: A. Watanabe, et al. Rubber Chemistry and Technology, 87 (3), 516-525 (2014)

Keywords: 加硫SBRゴム, 添加剤, 脂肪酸, ステアリン酸, パルミチン酸, 反応熱分解GC/MS, TMAH

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, Vent-free GC/MSアダプター, UA-5, マイクロパンチャー

応用分野: 一般高分子分析

関連テクニカルノート: PYA2-022

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/>