

●高分子中の添加剤の分析

TN098

Analysis of additives in polymers

[概要]

有機高分子製品には通常、劣化防止、抑制ならびに物性改良のために、機能の異なる添加剤が複数配合されています。同じ高分子材料でも加工方法、用途およびメーカーの相違により、配合される添加剤の種類、配合比が異なります。そのため、高分子材料中の添加剤を調査する事は、工程品質管理や製品の性能調査、改良を行う上で大変重要です。

多種にわたる高分子材料中の添加剤を分析するためには、その材料や添加剤成分に応じた前処理法、分析手法を選択する必要があります。

[方法]

ソックスレー抽出法、マイクロウェーブ法、溶媒溶解ポリマー再沈法などで添加剤を抽出した後、それぞれの成分を分離し、定性並びに定量を行います。

[事例 (1)] ポリプロピレン中の添加剤成分

1. FD-MSスペクトル (定性)

あるポリプロピレンのソックスレー抽出物のFD-MSスペクトルをFig.1に示しました。一部抽出されたポリプロピレンのオリゴマー成分と共に、フェノール系酸化防止剤であるSumilizer BP-101、Irganox3114、イオウ系酸化防止剤のSumilizer TPSおよびリン系酸化防止剤であるSumilizer P-16 (酸素付加体) と推定される分子イオンピークを検出しました。

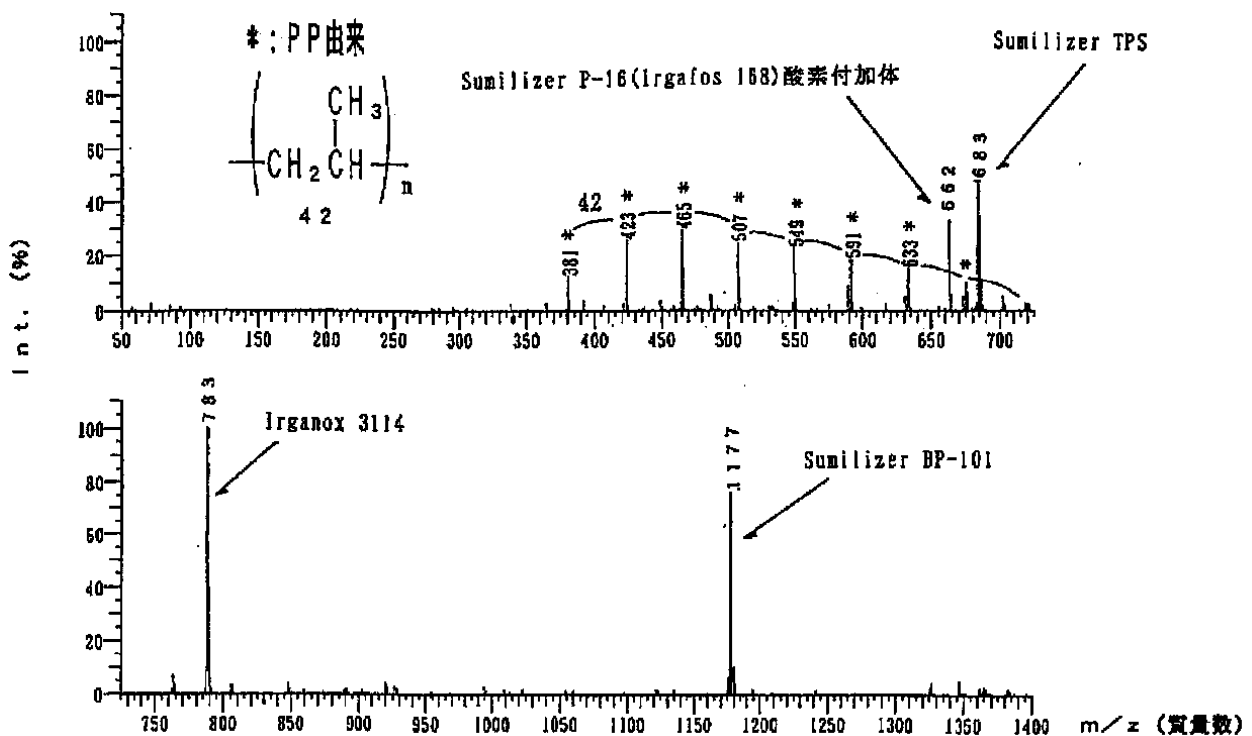


Fig.1 FD-MS spectrum of polypropylene extract

2. LC、GCクロマトグラム（定量）

FD-MS法により定性された添加剤成分は、LC、GC法により定性、定量します。各種添加剤標準品のクロマトグラムをFig. 2、3に示しました。この手法により、多数の添加剤成分を同時に分析することが可能となります。既知濃度の標準品との保持時間及びピーク面積の比較により、各成分の含有量が求められます。

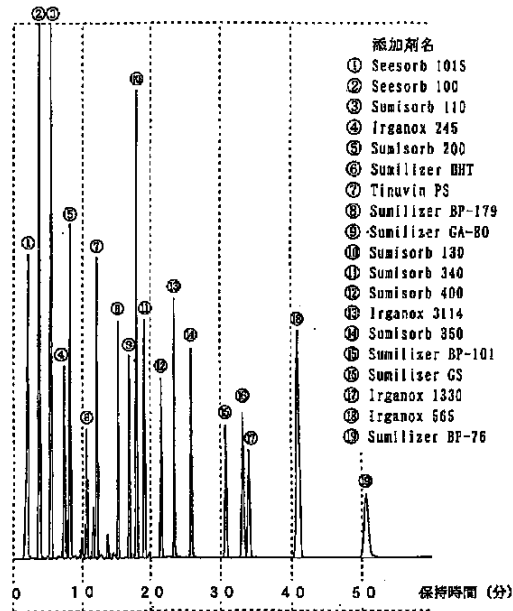


Fig.2 Liquid chromatogram of standard solution of polymer additives

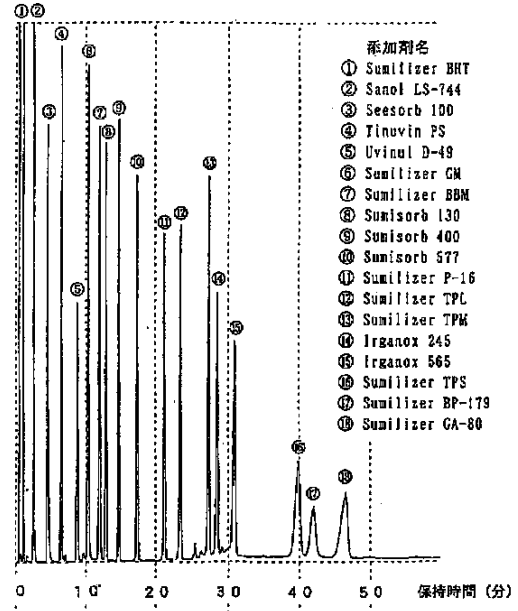


Fig.3 Gas chromatogram of standard solution of polymer additives

3. リン系酸化防止剤の酸化状況の把握

^{31}P -NMR法では、3価と5価のPの区別が容易であり、その存在比により、リン系酸化防止剤の酸化の状況を把握することができます。ポリプロピレンのソックスレー抽出物の ^{31}P -NMRスペクトルをFig. 4に示しました。このサンプルでは、添加されたSumilizer P-16の内、約25%が酸化していることが明らかとなりました。

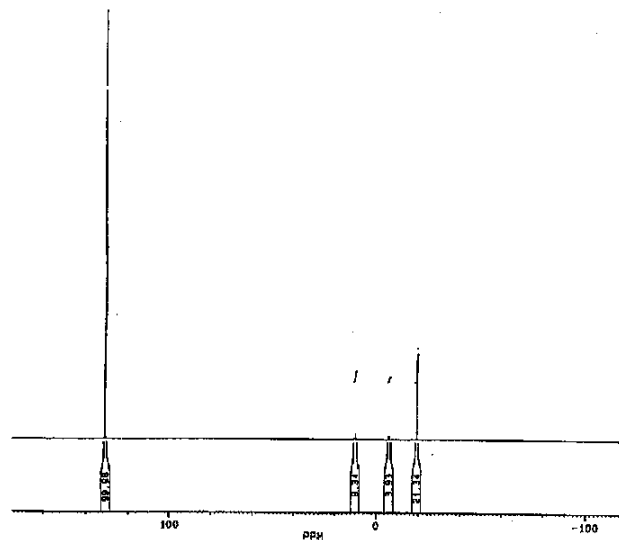


Fig. 4 ^{31}P -NMR spectrum of polypropylene extract