



聚乙烯中受阻胺光安定劑之UEAT超萃取分析定量技術開發

The Study of UEAT Superextractive Quantitative Analysis Technique for Hindered Amine Light Stabilizers in Polyethylene

簡智嫻 C. H. Chien¹、朱孝培 S. P. Chu²、
黃耀興 Y. H. Huang³、胡傑筆 J. B. Hu⁴
永光化學工業股份有限公司(Everlight Chemicals Ind. Corp.)
特用化學事業處 ¹研究員、²技術副理、³處長
工研院(ITRI) 材料與化工研究所 ⁴技術經理

摘要/Abstract

本研究針對聚乙烯因難以溶解的性質，無法有效量測光安定劑的有效含量，而開發出新型的分析方法UEAT超萃取分析技術，能量測光安定劑在聚乙烯內的含量，達到精準定量和快速量測。使業界對於聚乙烯產品光安定劑的使用與品質控管上，提供快速並有效的分析結果。

This study is focusing on addressing the issue of effectively quantifying the light stabilizer content in polyethylene, which is challenging due to its poor solubility. A novel analytical technique known as UEAT (Ultrasound-Assisted Extraction and Testing) can solve this issue precisely and effectively. UEAT enables the accurate and expedited measurement of light stabilizer content within polyethylene, offering significant utility for the industry in the analysis and precise quantification of polyethylene product quality, thereby enhancing quality control processes.

關鍵字/Keywords

聚乙烯(Polyethylene; PE)、光安定劑(Light Stabilizer)、受阻胺光安定劑(Hindered Amine Light Stabilizer; HALS)、定量分析(Quantitative Analysis)

前言

聚乙烯(Polyethylene; PE)是結構最簡單的高分子，但在生活上是應用最廣的塑膠之一，主要應用在農膜、包裝材、戶外滾塑製品以及IBC桶等，為符合功能性的要求，通常會加入各種添加劑，包括光安定劑(Light Stabilizers)、抗氧化劑(Antioxidants)等來滿足實際用途。由於聚乙烯分子中含有少量雙鍵和雜質，在日曬和雨淋的環境狀態會引起聚乙烯發生老化、變色、龜裂、變脆或粉化，喪失其力學性能，此時受阻胺光安定劑(Hindered Amine Light Stabilizer; HALS)能保護塑膠製品不受紫外線侵襲，HALS能捕捉高分子裂解產生的自由基，中斷高分子裂解的連續反應，提供塑膠製品良好耐候性。HALS捕捉自由基機制如圖一所示。

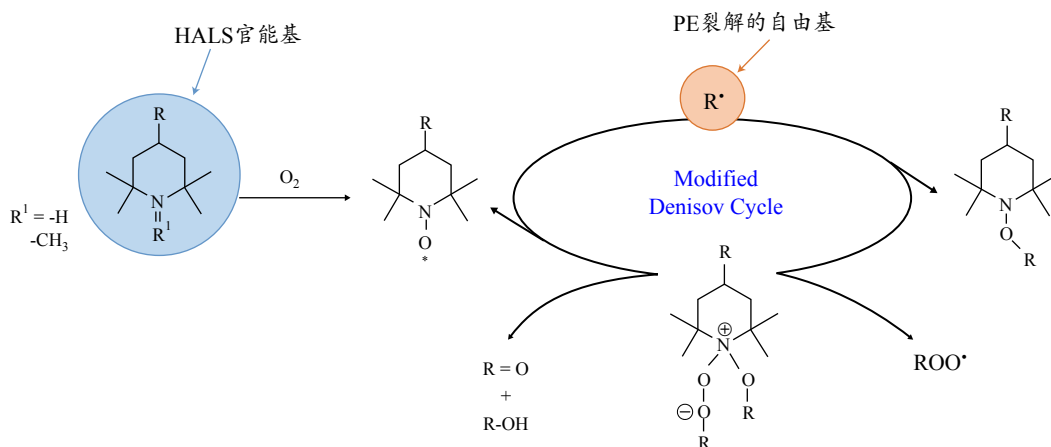
聚乙烯是塑膠用量最大的材料，對於耐候需求一般添加受阻胺光安定劑，但聚乙烯對於酸性和鹼性的耐化學性很好，故

一般有機溶劑難以溶解。所以，業界對於添加多少量的光安定劑，往往無法有效進行定量上的判斷，這對於產品的品質控管上會有許多的疑慮。而在進行各類塑膠成分的分析，業界主要使用索氏萃取法、超音波萃取法、加壓流體萃取法等，每種方式都有其特點，其優缺點如表一所示。

分析方法確效建立

本研究利用聚乙烯為實驗基材，添加劑為受阻胺光安定劑(Eversorb® 91)作為標的物，分析方法分別以索氏萃取法、超音波萃取法以及本研究開發的UEAT超萃取法作為研究探討，本實驗使用的塑膠及添加劑如表二所示。

本研究第一步為建立Eversorb® 91的檢量線，檢量線的目的在於能確認後續萃取的有效量。首先，先建立Eversorb® 91分析圖譜，確認分析方法具有專一性，其分析圖譜如圖二所示，Eversorb® 91之圖譜，以純度角判別此為單一Peak，其滯留



▲圖一 高分子劣化防護機制

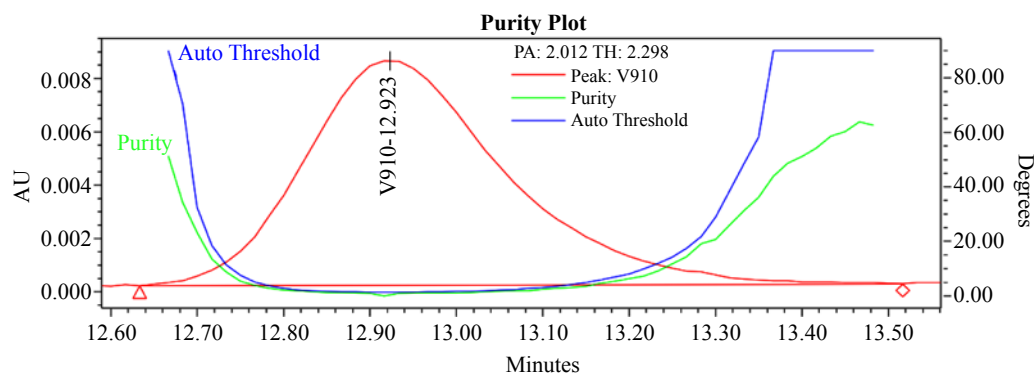


▼表一 萃取法之特點與缺點比較表

	索氏萃取法	超音波萃取法	加壓流體萃取法
特點	用於固體樣品萃取，其設備歷史悠久、構造簡單、原理易懂、價格低廉	利用超音波在試劑中瞬間產生的「增壓」或「減壓」，增強溶劑穿透力並加速萃取效率	用於固體樣品萃取的技術，會將樣品與萃取試劑一起加熱至高溫高壓
缺點	萃取時間長、溶劑用量高、空間使用效率較低、萃取溫度高	樣品中共萃取之干擾物隨來源不同而異。若被萃取後的樣品，因干擾而無法分析，則樣品萃液須再進行淨化	設備建置的難度與成本高，需擔心熱分解問題

▼表二 本實驗使用的塑料及添加劑

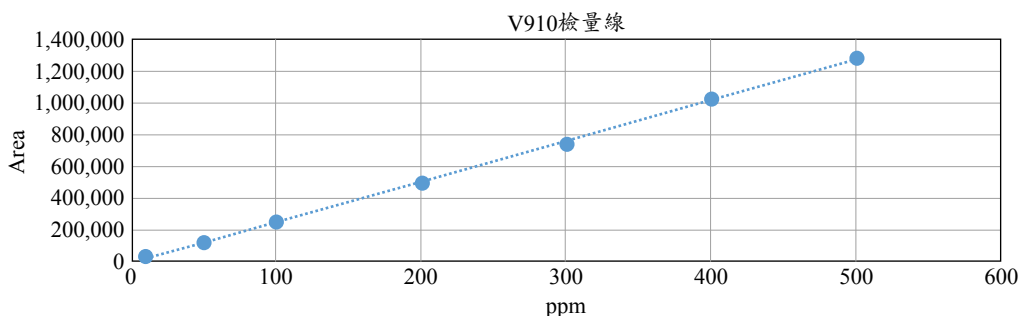
產品名稱	化學結構	CAS No.
聚乙烯 (Polyethylene; PE)		9002-88-4
Eversorb® 91 (LS-944)		71878-19-8



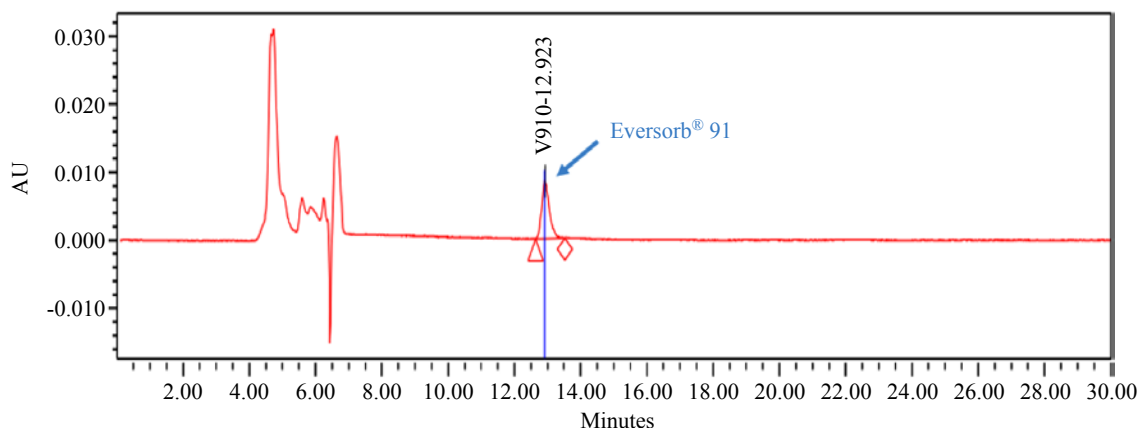
▲圖二 Eversorb® 91標準品分析圖譜(彩圖請見材料世網)

時間(Rf)為12.9~ min，且沒有其他成分之干擾，說明本研究所使用的分析方式具有高的專一性，高專一性表示關鍵性的層析峰能解析分離達某一適當的程度。這種關

鍵性的分離，對物質的分析判斷極其重要。再利用該分析方法，Eversorb® 91檢量線標準品配製濃度為10~500 ppm；R平方(R-squared)≥0.999，表示其檢量線準確性



▲圖三 Eversorb® 91標準品檢量線



▲圖四 PE添加20% Eversorb® 91經混練成PE母粒萃取後HPLC圖譜

高，結果如圖三所示。

前面已針對分析方法的專一性進行建立，本研究將Eversorb® 91添加20%有效量在PE樹脂裡，利用建立的分析方法確認其專一性，其結果如圖四所示，圖譜同樣具有高專一性，即使添加在PE樹脂進行萃取分析，皆具有單一波峰高專一性，說明本研究的分析方法具有高解析度。

不同萃取方法分析測試

本研究利用業界主要的分析方法（索

氏萃取法、超音波萃取法）和永光開發的UEAT (Ultra-Extraction Analysis Technology) 超萃取法進行比較。測試在不同（高/低）濃度下，探討不同萃取方式的萃取率。

1. 低濃度萃取技術確效分析

將0.5% Eversorb® 91添加在PE樹脂裡，分別利用索式萃取法和UEAT超萃取法進行定量分析，其萃取結果如表三所示。因聚乙烯在有機溶劑不易溶解，要確認添加物的添加量，往往不能準確分



▼表三 添加0.5% Eversorb® 91在PE樹脂萃取結果

	索氏萃取法	UEAT超萃取法
萃取率	≤40%	≥90%
標準差	12.429	0.045
分析時間	1~2天	1小時

析，故利用索式萃取方法，分析添加0.5% Eversorb® 91，其萃取率≤40%，表示添加0.5% Eversorb® 91，分析出來只有約0.20%不等，且標準差為12.429，說明分析值再現性較差。反觀，使用UEAT超萃取法分析出的結果，其萃取率≥90%，分析有效量為0.45%不等，標準差只有0.045，說明其分析方法具高度再現性，且分析時間可由1~2天縮短到1小時，達到快速檢測的目的。

2. 高濃度UV母粒萃取技術確效分析

在PE產業常使用高濃度的母粒，其添加濃度從5~20%不等，但添加之後，是否有達到其添加量往往不易量測，故本研究製作20%的聚乙烯UV母粒，分別利用超音波萃取法和UEAT超萃取法進行比較，其測試結果如表四所示。利用超音波萃取法，其萃取率約≤50%，表示分析20%的UV母粒其定量只有約10%左右，原因主要是PE樹脂無法完全溶解，造成萃取率偏低。使用UEAT超萃取法20%UV母粒，其定量能超過約18%（萃取率≥90%），標準差為0.045，表示實驗手法再現性高。同樣地，超音波萃取法為了能達到一定的萃取量，其分析時間一般為1~2天，而UEAT超萃取法則1小時即可完成萃取分析。

▼表四 20% Eversorb® 91在聚乙烯UV母粒萃取結果

	超音波萃取法	UEAT超萃取法
萃取率	≤50%	≥90%
標準差	2.590	0.045
分析時間	1天	1小時

結 論

本研究針對聚乙烯添加光安定劑，利用定量分析提出新的分析技術—UEAT超萃取法，能有效針對高濃度20%和低濃度0.5%這兩種極端的濃度，進行有效的定量分析。在低濃度定量分析，其萃取率可從小於40%提升至大於90%；在高濃度UV母粒定量分析，其萃取率可從小於50%提升至大於90%，且都具有高度再現性，分析時間可從1~2天縮短到1小時，達到快速和更準確的定量分析方法。此萃取方法的建立，能有效解決產業界對聚乙烯之品質控管，並有效地進行分析和定量。

參考文獻

1. 中華民國行政院衛生署現行藥品優良製造規範—分析確效作業指導手冊。
2. Application of Sample Preparation Techniques and Analytical Methods: Recent Developments and Trends, 蔡承諺(Cheng-Yen Tsai)、康智淵(Chih-Yuan Kang)、沈仁祥(Ren-Shang Shen)、李慧玲(Hui-Ling Lee)，《化學》，76卷1期(201803)，p. 17-28。
3. Agilent Technologies，液相色譜柱與方法開發指南。
4. New Sample Preparation Method – QuEChERS, Ren-Jye Lee, Pei-Cheng Wang, Maw-Rong Lee, 科儀新知，第三十三卷，第一期，100.8。