

ダブルショット法によるアクリルニトリル-ブタジエンゴム (NBR) の分析

高分子材料は一般的に基質ポリマーに各種の添加剤を配合したものが用いられるため、従来行われてきたシングルショット法

(瞬間熱分解法)で得られるパイログラムは、添加剤と基質ポリマーの熱分解生成物のピークが混在した複雑なものとなり、詳細な解析はしばしば困難でありました。このような場合には一段階目として揮発性成分を熱脱着し、分析した後に二段階目として基質ポリマーを瞬間熱分解するダブルショット法(多段階熱分解法)が有効です。

ここでは例としてNBRの分析例をご紹介します。シングルショット法によるNBRのパイログラムを図1に示します。基質ポリマーの熱分解生成物と添加剤が一つのパイログラム上に検出されるため、各ピークが基質ポリマーに由来するものか、添加剤に由来するものかを識別することは困難です。これに対しダブルショット法を用いた場合(図2参照)では、一段階目で各種の揮発性成分および添加剤が検出され、二段階目では基質ポリマーの熱分解生成物が検出されるため、それぞれのピークの由来を容易に特定できます。

ダブルショット法を行う場合の一段階目の熱脱着と二段階目の熱分解条件は、発生ガス分析法で得られるEGAカーブより決定することができます。詳細はPYA3-001をご参照ください。

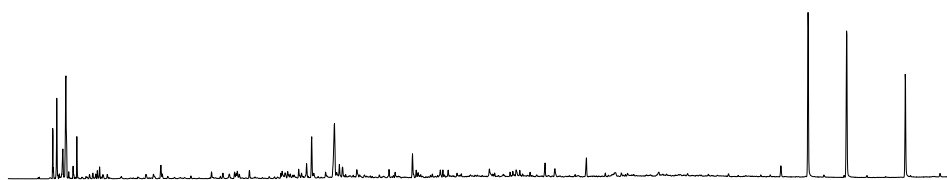


図1. シングルショット法によるNBRのパイログラム(トータルイオンクロマトグラム)

PY:ダブルショット・パイロライザー(PY-2020D), 検出器:質量分析計, スキャン質量範囲:m/z=29-400
熱分解炉温度:550°C, キャリヤーガス:He, カラム流量:1.0ml/min, キャリヤー総流量:100ml/min
分離カラム:Ultra ALLOY-5(5%フェニルジメチルポリシリロキサン)長さ30m, 内径0.25mm, 膜厚0.25µm
GCオープン温度:40°C(3min)→10°C/min→300°C(3min), GC注入温度:320°C, 試料量:0.31mg

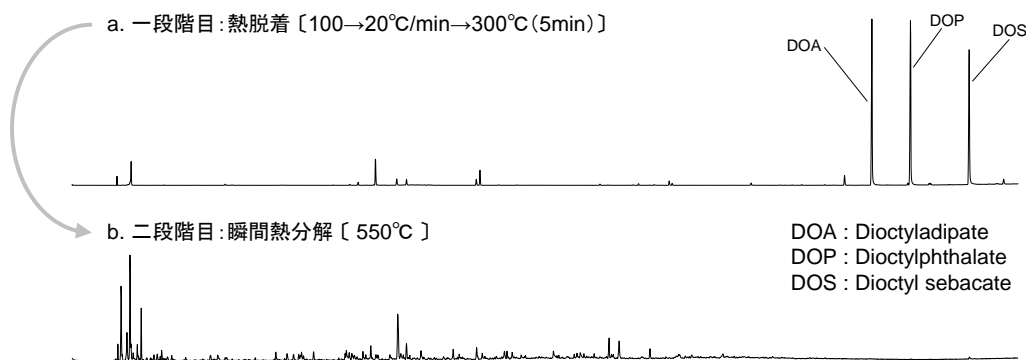


図2. ダブルショット法によるNBRのパイログラム

その他の条件は図1と同じ

Keywords: ダブルショット法, NBR, 添加剤, 熱抽出, 熱脱着分析, DOA, DOP, DOS

使用製品: 多機能パイロライザー, UA-5

応用分野: 高分子分析全般

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/>