

アクリルニトリル-ブタジエンゴム (NBR) 中の老化防止剤の分析 その① 発生ガス分析法 (EGA) による熱脱着条件の検討

高分子材料中の添加剤の分析に瞬間熱分解法を用いた場合に、しばしばポリマー骨格に由来する熱分解生成物によるパイログラム上での妨害や、添加剤の熱分解に伴う定量精度の低下といった問題が生じますが、熱脱着法を用いることにより、このような問題を解決することができます。ここでは、NBRに老化防止剤として添加されているNOCRAC 810-NAおよび NOCRAC 6C (構造式とマススペクトルを図1に示す) の定量分析の例をご紹介します。この分析を始めるにあたって、最初に熱脱着条件を検討することが必要となりますが、この検討には発生ガス分析法が有効です。NBRを50°Cから600°Cまで昇温加熱して得た発生ガス曲線 (TIC) を図2のAに示します。120~320°Cにかけての添加剤等の揮発性成分の揮発に由来するピークと (A-1)、320~520°Cにかけてのポリマー骨格の熱分解に由来するピーク (A-2) が観測されます。さらに、NOCRAC 810-NAおよび NOCRAC 6Cの特徴的なイオンのマスプロファイルグラムを図2のBに示しますが、これらは350°Cまでに溶出していることが分かります。この結果から、定量分析の熱脱着条件は100°C→10°C/min→350°C (5min) と決定しました。次報 (PYA-005) はこの熱脱着条件で定量分析を行い、その再現性について検討した結果をご紹介します。

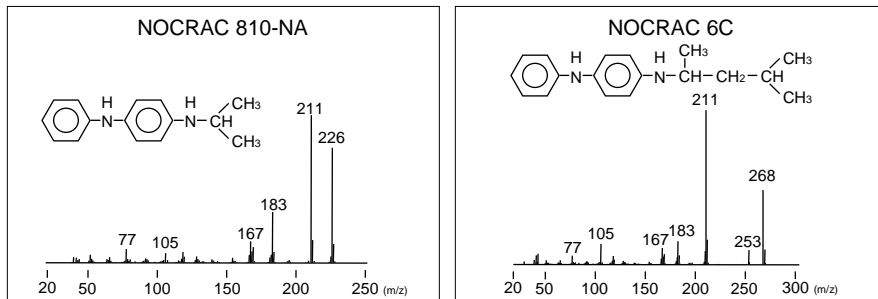


図1 老化防止剤の構造とマススペクトル

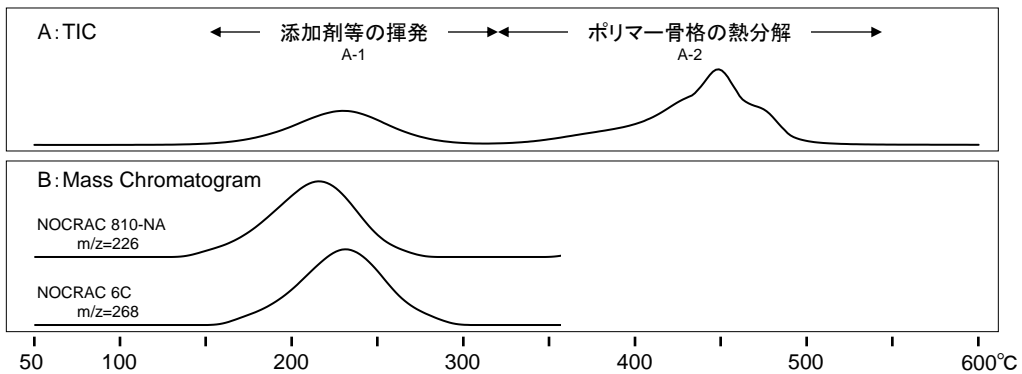


図2. NBRの発生ガス分析

熱分解炉温度: 50°C→600°C (10°C/min), キャリヤーガス: He 50kPa, 60ml/min, スプリット比: 約1/50
EGAチューブ: 内径 0.15mm, 長さ 2.5m (UADTM-2.5N), GCオープン温度: 300°C
注入口温度: 320°C, 試料量: 約 0.5mg, 検出器: MS, スキャンレンジ: m/z=29-400, スキャンスピード: 0.1 Scans/sec
PY-GCインターフェース温度: 320°C (AUTOモード)

Keywords: NBR, 熱脱着, 定量分析, 添加剤, 老化防止剤, NOCRAC 810-NA, NOCRAC 6C, 発生ガス分析

使用製品: 多機能パイロライザー, UA-DTM-2.5N

応用分野: 高分子分析全般, ゴム工業関連

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/>