

ダブルショット法による配合剤入りゴムの分析

配合剤入りゴムの発生ガス曲線を図1に示します。100~300 °Cにかけて各種の添加剤の揮発による微小なピークが観測されます。また、300~500 °Cにかけてはゴム成分の熱分解に由来するピークが観測されます。この結果より、一段目の熱脱着条件を100→300 °C (20 °C/min)とし、二段目の瞬間熱分解の条件を550 °Cとしたダブルショット法による分析結果を図2に示します。

図2 a.に示す熱脱着クロマトグラムではシランカップリング剤由来の環状シロキサン(D3~D6)、加硫促進剤としてのベンゾチアゾール類、加硫助剤の高級脂肪酸および老化防止剤のワックス(●印)等が検出されました。図2 b.に示すパイログラムでは、主にイソプレンとリモネンが検出されることから、この試料の主成分は天然ゴムであることが分かり、さらに微量のブタジエンが検出されていることから、ブタジエンゴムも含まれていることがわかります。

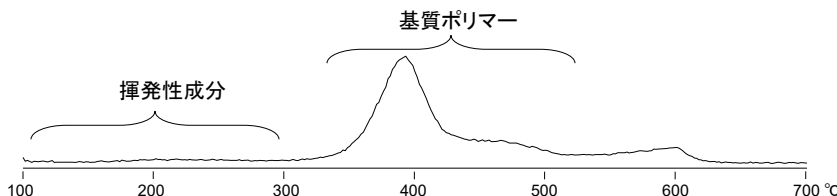
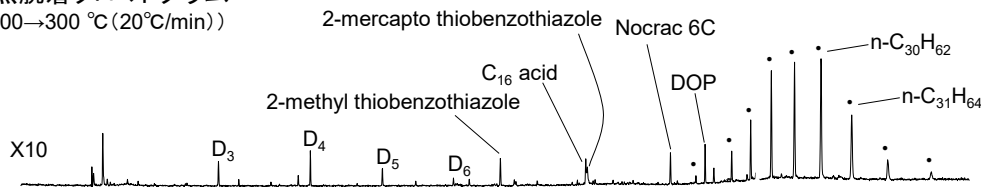


図1 配合剤入りゴムの発生ガス曲線

熱分解炉温度:100 °C →700 °C (20 °C /min), キャリアーガス:He 50 kPa, スプリット比:約1/20
EGAキャピラリーチューブ: 内径 0.15 mm, 長さ 2.5 m (UADTM-2.5N), GCオープン温度:300 °C
注入口温度:320 °C, 試料量:約 500 µg, 検出器:MS (m/z=29-400)

a. 熱脱着クロマトグラム
(100→300 °C (20 °C/min))



b. パイログラム (550 °C)

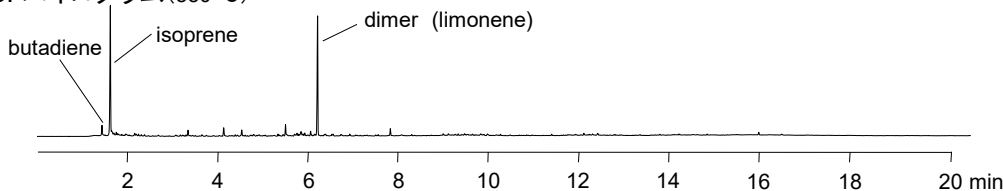


図2 ダブルショット法による配合剤入りゴムのGC/MS分析例

カラム流量:1 mL/min (定流量モード), スプリット比:1/20
分離カラム:Ultra ALLOY*-5(5 %ジフェニルポリシロキサン) 長さ 30 m 内径 0.25 mm 膜厚 0.25 µm
GCオープン温度:40 °C→300 °C (20 °C /min), 試料量:500 µg, 検出器:MS (m/z=29-400, 2 scan/sec)

Keywords : 基本性能, ダブルショット法, ゴム, カップリング剤, 加硫促進剤, 老化防止剤

使用製品 : 多機能パイロライザー, UA-5, UADTM-2.5N

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/