

ダブルショット・パイロライザーとその周辺装置を用いた熱硬化性樹脂の分析 その①: 発生ガス分析法(EGA)と発生ガス-MSライブラリー(EGA-MS LIB)を用いた検索

ダブルショット・パイロライザーを用いた熱分析法の一つである発生ガス分析と、質量分析計を組み合わせたEGA-MS検索法は未知試料の一次検手段として有効です。ここでは熱硬化性樹脂を分析した例をご紹介します。熱硬化性樹脂のEGA曲線およびこの曲線中の区間A, B, C の平均スペクトルを図1に示します。これらのスペクトルをEGA-MSLIBを用いて検索した結果を表1に示しますが、区間Bはクレゾール樹脂およびフェノール樹脂、区間Cはクレゾール樹脂が高い一致度で検索されました。区間Aは溶出温度が低いことから、低分子化合物の揮発に由来するためと考えられるため、通常のMSライブラリー(Wiely275)を用いて検索したところ、反応触媒である Triphenylphosphineoxide が検索されました。

このようにEGA-MS法と EGA-MS LIB による検索は、未知高分子材料の組成を予測するための一次検索法として極めて有効です。

表1 区間BとCのEGA-MSライブラリー検索の結果

区間B			
Name	Ref No.	Qual	
1. Cresol formaldehyde resin (Novolak)	#165	53	
2. Cresol formaldehyde resin (Novolak)	#163	53	
3. Phenol formaldehyde resin (Novolak) : PF	#156	32	
区間C			
Name	Ref No.	Qual	
1. Cresol formaldehyde resin (Novolak)	#165	38	
2. Poly-m-phenyleneisophthalamide	#195	16	
3. Poly(phenylene oxide) : PPO	#210	10	

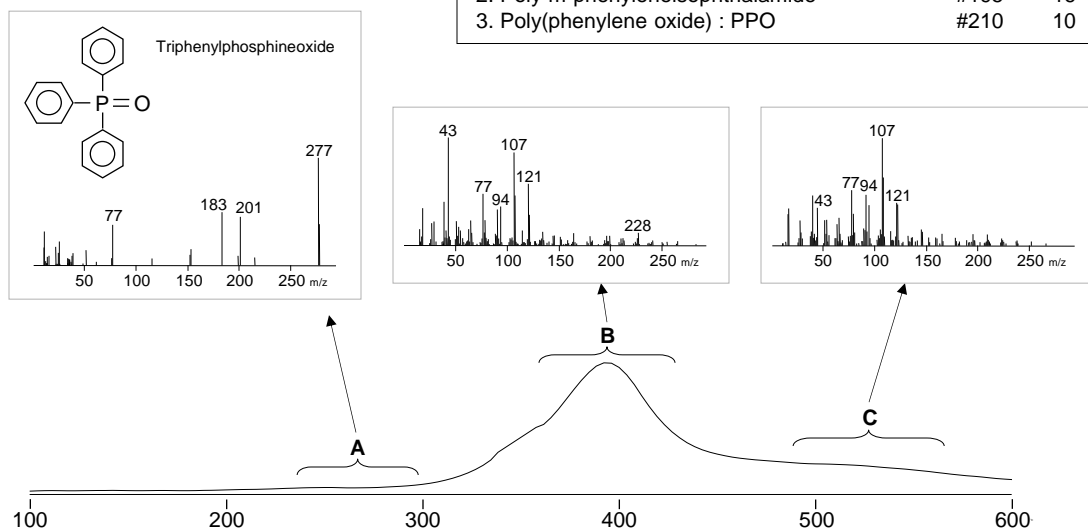


図1 難燃化樹脂のEGA曲線

熱分解炉温度: 100°C→600°C (20°C/min), キャリヤーガス: He 50kPa, スプリット比: 約1/50
EGAキャピラリーチューブ: 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 (m/z=10-400, 0.1Scans/sec)
PY-GCインターフェース温度: 320°C (AUTOモード)

Keywords: 熱硬化性樹脂, 発生ガス分析, EGA-MSライブラリー, 反応触媒

使用製品: 多機能パイロライザー, F-Search, UA-DTM-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/>