

Py-GCによる水素化アクリロニトリル-ブタジエンゴムの構造解析

【背景】 アクリロニトリル-ブタジエンゴム(NBR)は耐油性に優れているため広く利用されているが、ブタジエンに二重結合が存在するために耐熱性は比較的低いと言う問題がある。従って、耐熱性を改善するために水素化が必要となる。よって、微細構造や水素化メカニズムを分析することが重要となる。

【方法】 水素化NBRはTHFにNBRを溶解させた後、Pd触媒を用い水素化して調製した。縦型熱分解炉を有したPy-GCシステムは直接GC(FID検出器)に接続して使用した。それぞれ70μgのサンプルはキャリアガスに窒素(50mL/min)を用いて550°Cで熱分解した。ピークの解析にはGCに直接接続したGC/MS(EIおよびCI)で行った。

【結果】 図1は熱分解温度550°Cで得られた水素化前後のNBRのパイログラムを示す。分離カラムには固定相ポリ(ジメチルシロキサン)の溶融シリカキャピラリーカラムを使用した。N-37(0)のパイログラム中にはブタジエン(BD)モノマー、BDダイマーおよびアクリロニトリル(AN)のピークが観測された。一方、水素化NBRのパイログラムにはモノニトリルの直鎖(MN(A))でC₁₂まで観測された。それぞれα-オレフィンMN(A)(前者)および飽和MN(A)(後者)がダブルレットとして観測された。また、モノニトリルの位置異性体群(MN(B))も観測された。さらに炭化水素(HC)のピークはα,ω-ジオレフィン、α-オレフィン、およびn-アルカンのトリプレットとして観測された。これらの特徴的な生成物は表1にまとめるように、水素化NBRの連鎖構造についての情報を与えることがわかった。

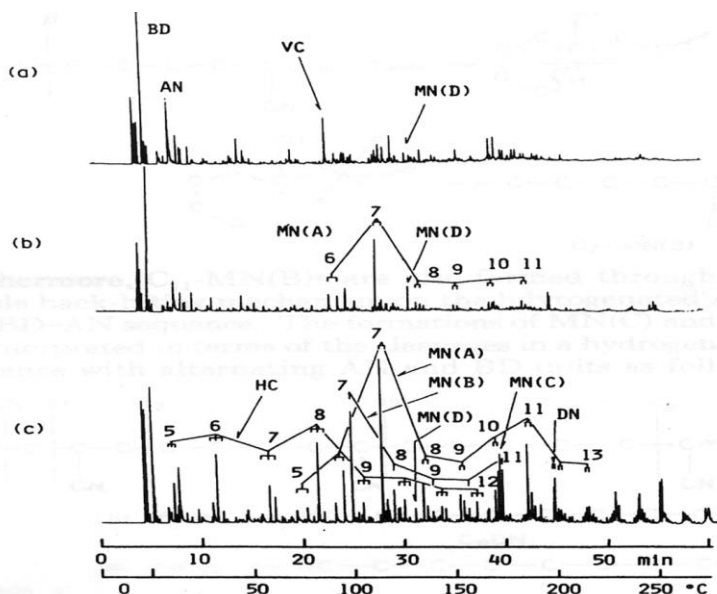


表 1 水素化NBRからの特徴的な分解物

化合物	略記号	配列
ブタジエン	BD	B
ブタジエンダイマー (4ビニルシクロヘキサン)	VC	BB
アクリロニトリル	AN	A
炭化水素	HC	EE EEE
モノニトリル	MN(A)	EA EEEA
	MN(B)	EA EEA
	MN(C)	EAE
	MN(D)	BA
ジニトリル	DN	AEA

図 1. NBRの水素化前後のパイログラム(熱分解温度550°C、ポリ(ジメチルシロキサン)カラムで分離) : (a) N-37(0); (b) N-37(44); (c) N-37(98). 略記号については表1を参照。数値は炭素数を示す。

*A.Kondo, H. Ohtani, Y. Kosugi, S. Tsuge, Y. Kubo, N. Asada, H. Inaki, A. Yoshioka, *Macromolecules* 1988, 21, 2918-2924 より抜粋

Keywords : NBR, Py-GC, 水素化, パイログラム

使用製品 : 多機能パイロライザー

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/>