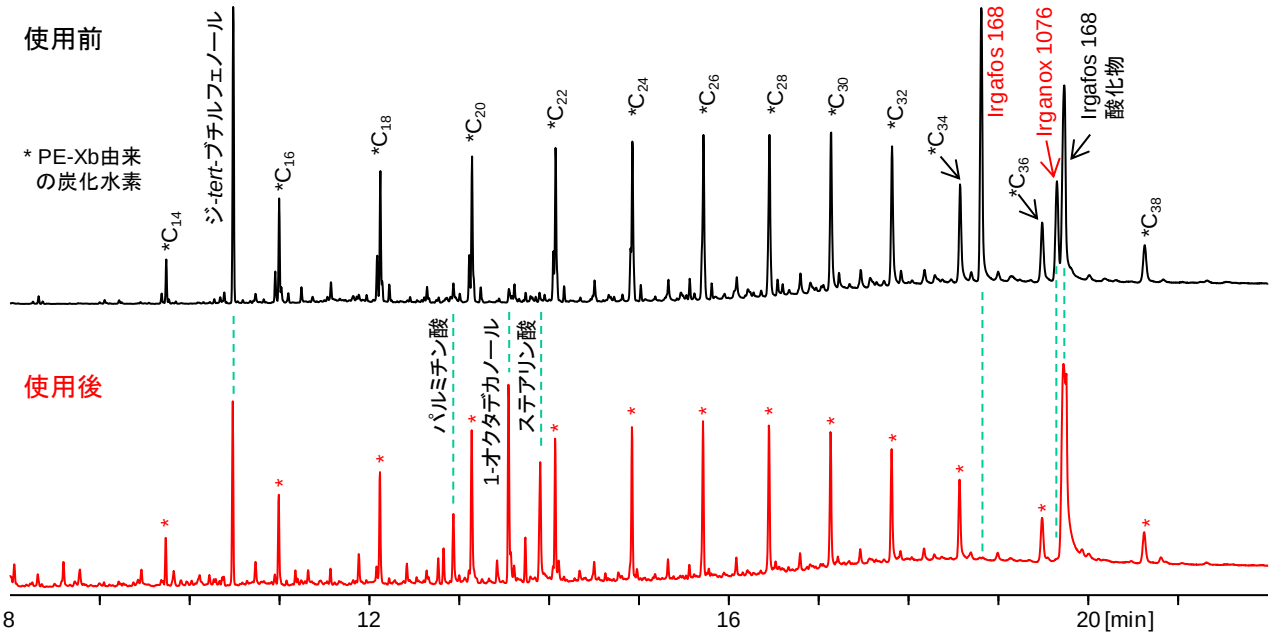
# 温水循環用パイプ内壁の経年劣化の観測(2)

**[背景]** 樹脂製品には劣化を抑制し、性能を維持させるために、種々の添加剤が添加されている。この添加剤の経時変化に関する情報は材料物性や寿命を評価する上で重要である。本報では、溶媒抽出などの煩雑な前処理が不要であるため近年樹脂中の添加剤分析に多用されている熱脱着(TD)-GC/MS法を用い、床暖房用温水循環パイプ内壁(材質:シラン架橋ポリエチレン, PE-Xb)について、添加剤の経年劣化に伴う変化に注目して測定を行った。

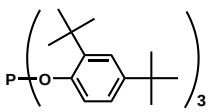
**[方法]** パイプを切断、展開して内壁を露出させた後にカッターナイフでPE-Xb表面層を削り取った試料を、試料カップに約1 mg採取して測定に供した。TD-GC/MS測定はマルチショット・パイロライザーをGC/MS注入口に直結したPy-GC/MSシステムにより行った。TD測定に先立ってEGA-MS測定を行い、添加剤の溶出が確認された100 - 350ºCを熱脱着温度範囲とした(PYA1-085, 図2参照)。

**[結果]** 使用前後の試料のTD-GC/MSクロマトグラムを図1に示す。使用前の試料中には添加剤としてIrgafos 168(酸化物含む)およびIrganox 1076が含まれていることが確認された。一方、使用後試料のクロマトグラムにおいてIrgafos 168およびIrganox 1076のピークは検出されなかった。その一方、使用後の試料においてはIrgafos 168酸化物のピーク面積は増加し、ステアリン酸、1-オクタデカノール、パルミチン酸が強く検出され、添加剤が酸化により変化、消失したものと考えられる。

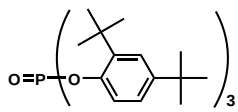
以上の結果から、TD-GC/MS法は添加剤の定性・定量分析手法として、材料の寿命を評価する上で極めて有効な分析手段であると言える。



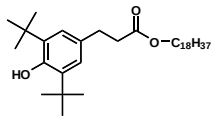

熱脱着温度: 40 – 350ºC ( 40 ºC/min, 1 min hold ), GCオーブン温度: 40 ( 2 min ) – 340ºC ( 20 ºC/min, 13 min hold ), 分離カラム: Ultra ALLOY⁺-5 ( 5 % ジフェニル 95 % ジメチルポリシロキサン ), *L*=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm, カラム流量: 1 mL/min He, スプリット比: 1/10, 試料量: 1 mg




Irgafos 168




Irgafos 168酸化物




Irganox 1076

図1 使用前後のPE-Xb試料のTD-GC/MSクロマトグラム

**Keywords :** 熱脱着分析、添加剤、酸化防止剤、Irganox 1076、Irgafos 168、架橋ポリエチレン、添加剤ライブラリー、劣化

**使用製品 :** 多機能パイロライザー、ベントフリーGC/MSアダプター、UA5、エコカップLF

**応用分野 :** 添加剤分析

**関連テクニカルノート :** PYA1-066, PYA1-080, PYA3-020

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/

®: フロンティア・ラボ株式会社の登録商標