

熱分解GC/MSによるNBRの組成分析

Part 2: 熱分解GC/MSによるポリマー・添加剤の定性とモノマー組成比の定量

【背景】 前報(PYA3-048)ではアクリロニトリル・ブタジエンゴム(NBR)試料2種の発生ガス分析(EGA)-MSを行い、Py-GC/MSにおける加熱炉温度を600℃と決定した。本報では、これらの試料のPy-GC/MS測定を行い、ポリマー・添加剤の定性分析を行った。さらに、モノマーの組成比(アクリロニトリル・ブタジエン比)の定量も行った。

【方法】 測定には、前報と同様、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC/MS装置のGC注入口に直結して使用した。GC注入口とMS検出器の接続には分離カラム(UA5-30M-0.25F)とVent-free GC/MSアダプターを用いた。前報と同一のNBR試料または検量線作成用にアクリロニトリル含有量が既知の標準NBR試料をカッターで削り取ってエコカップに秤取し、600℃の加熱炉に導入して、Py-GC/MS測定を行った。

【結果】 各試料のパイログラムをFig. 1に示す。いずれの試料でも、1,3-ブタジエン(BD)やアクリロニトリル(AN)、4-ビニルシクロヘキセンなどのNBRの熱分解生成物が検出された。添加剤としては、試料1で老化防止剤の*N*-フェニル-1,4-フェニレンジアミン(IPPД)、4,4'-ビス(α,α-ジメチルベンジル)ジフェニルアミン(DCD)および可塑剤のフタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)などが検出された。試料2では、共架橋剤のトリメチロールプロパントリメタクリレート(TMPTM)、老化防止剤のIPPДなどが検出された。続いて、AN:BD組成比定量のための検量線をFig. 2に示す。検量線作成にはAN, BDの抽出イオンクロマトグラム(EIC)(AN: m/z 53, BD: m/z 54)の面積値を使用した。得られた検量線から各試料のAN:BD比を定量した結果をTable 1に示す。いずれの試料も再現性は良好であった。以上より、NBR試料のPy-GC/MS測定によりポリマー・添加剤の定性を行い、さらにモノマー組成比を良好な再現性で定量することができた。

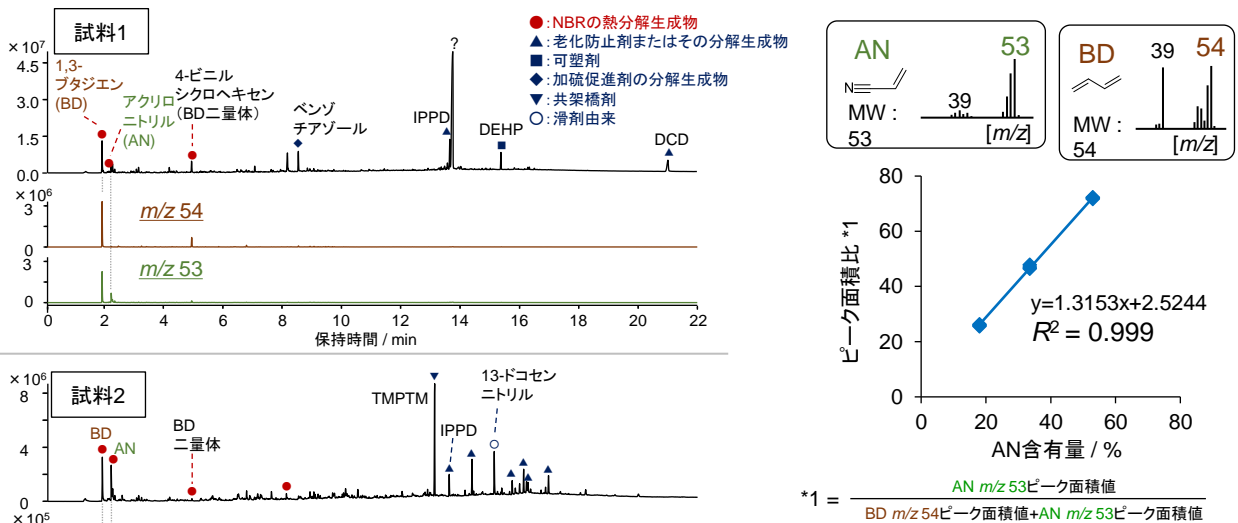


Fig. 1 各試料のパイログラムとAN, BDに特徴的なイオンのEIC.

加熱炉温度: 600℃, GC注入口: 300℃, GCオープン: 40℃(2min) - 320℃(20℃/min, 14min保持), 分離カラム: UA-5 (5%ジフェニル-95%ジメチルポリシロキサン, L=30m, i.d.=0.25mm, df=0.25μm), カラム流量: 1.0 mL/min, スプリット比: 1/20, MSスキャン範囲: m/z 29 - 600, 試料量: 約0.1mg.

参考: 鄭ら, 第23回高分子分析討論会(2018), I-16.

Keywords: NBRゴム, 配合ゴム, 組成分析, 瞬間熱分解法, 熱分解-GC/MS

使用製品: マルチショット・パイロライザー, オートショット・サンプラー, マイクロジェット・クライオトラップ, UA⁺-5, エコカップLF, 石英ウール, F-Search, Vent-free GC/MSアダプター

応用分野: 高分子分析全般, 組成分析, 品質管理, 材料分析, 不良品解析

関連テクニカルノート: PYA3-048 (Part1), PYA1-047

Table 1 AN:BD組成比の定量結果.

試料	AN : BD	RSD (n=3)
1	20.0 : 80.0	2.8 %
2	48.5 : 51.5	0.2 %

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
 www.frontier-lab.com/jp