

温水循環用パイプ内壁の経年劣化の観測(1)

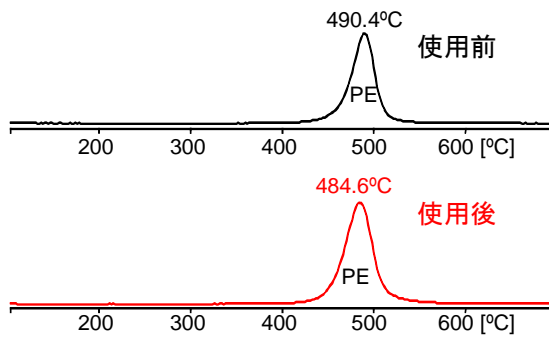
[背景] 樹脂製品の劣化機構を理解するためには物理的性質と化学構造、両方の変化を評価することが重要である。発生ガス分析(EGA)法は熱重量分析(TGA)と同様に高分子材料の熱的性質に関する情報を得る分析手法である。試料からの発生ガスを質量分析計へ導入するEGA-MS法は、熱的性質に加え、化学構造情報も得ることが可能である。本報では、温水循環式の床暖房に用いられた樹脂パイプ内壁(シラン架橋ポリエチレン製, PE-Xb)について、樹脂の経年劣化に伴う変化に注目してEGA-MS測定を行った。

[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、約0.2 mgを試料カップに採取して測定に供した。マルチショット・パイロライザーをGC/MSの注入口に直結し、不活性化金属キャピラリー管をベントフリーGC/MSアダプターを介してMSに接続してEGA-MS測定系を構成した。

[結果] 使用前後のパイプから採取した試料のEGA-MSサーモグラムを図1に示す。サーモグラム上にはPEの熱分解ピークのみが確認されたが、使用後の試料ではピーク頂温度が使用前と比較して約6°C低下しており、高分子主鎖の構造変化が示唆される。

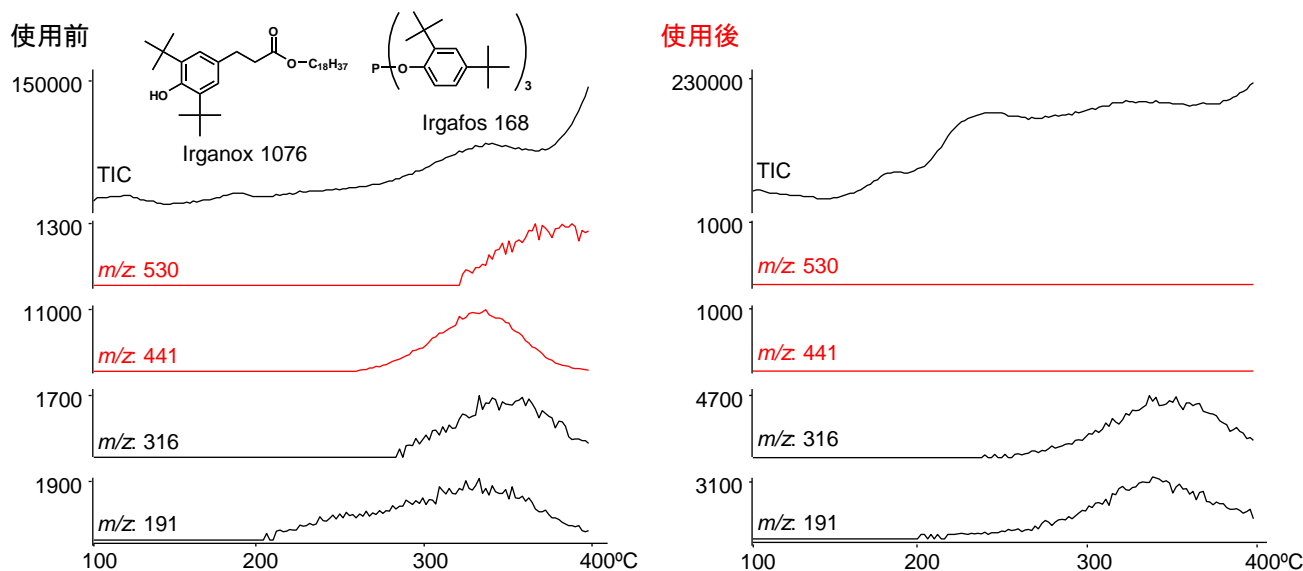
次に、添加剤に注目するため試料量を約1 mgに増加し、スプリット比を1/10に設定して400°CまでEGA-MS測定を行った。サーモグラムを図2に示す。使用前の試料ではPE熱分解ピークの前に添加剤由来と思われるピーク(300 - 350°C)が確認された。特徴的なフラグメントイオンを抽出したサーモグラムでは、Irganox 1076の分子イオン(m/z 530)、Irgafos 168のフラグメントイオン(m/z 441)についてピークが検出された。なお使用後試料ではこれらのイオンに関連するピークは検出されなかった。

EGA-MS測定により、樹脂の経年変化による高分子鎖の構造変化と添加剤の組成変化の情報を得ることが可能であった。



熱分解炉温度: 100 - 700°C (20 °C/min), GCオープン温度: 300°C, EGA チューブ: 不活性化金属チューブ, L=2.5 m, i.d.=0.15 mm, カラム流量: 1 mL/min He, スプリット比: 1/50, 試料量: 約0.2 mg

図1 試料のEGAサーモグラム



熱分解炉温度: 100 - 400°C (20 °C/min), GCオープン温度: 300°C, EGA チューブ: 不活性化金属チューブ, L=2.5 m, i.d.=0.15 mm, カラム流量: 1 mL/min He, スプリット比: 1/10, 試料量: 約1 mg

図2 使用前後PE-Xb試料のEGAサーモグラム(100 - 400°C)と抽出イオンによるサーモグラム

Keywords : 発生ガス分析、添加剤、酸化防止剤、Irganox 1076、Irgafos 168、架橋ポリエチレン、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、EGAチューブ、エコカップLF

応用分野 : 添加物分析

関連テクニカルノート : PYA1-004, PYA1-085

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/>