

油性黒色インクの分析(良品・不良品の比較)

【背景】 有機材料の品質管理に瞬間熱分解(Py)-GC/MSが広く用いられているが、パイログラムのわずかな違いを明瞭に観測することが難しい場合がある。そこで本報告では、発生ガス分析(EGA)-MSおよび、試料中の揮発性・半揮発性の溶剤や添加剤と主成分の樹脂を分別して分析できる熱脱着(TD)-GC/MSを用いた油性黒色インクの良品・不良品解析例を紹介する。

【方法】 液体状油性黒インクを試料とし、その良品と、乾燥に難のある不良品について約0.5 mgをそれぞれ試料カップに秤取した。測定にはマルチショット・パイロライザーをGC注入口に直結したPy-GC/MSシステムを用いた。EGA-MSでは加熱炉温度を100°Cから600°Cまで毎分20°Cで昇温し、EGAサーモグラムを得た。またTD-GC/MSでは加熱炉を100°Cから160°Cまで毎分20°Cで昇温し、試料から発生した揮発成分を冷却捕集した後、分離分析を行った。

【結果】 EGA-MSで得られたEGAサーモグラムを図1に示す。良品・不良品のEGAサーモグラムは類似していたが、100°Cから160°C (Zone A) 領域において、ピーク形状が異なることが分かった。さらに、TD-GC/MSによりZone Aにおける発生ガスを分離分析した結果を図2に示す。良品に比べて不良品では2-ナフトールが著しい高強度ピークとして観察された。一方、Zone Aより高温側では、溶剤成分、アクリル系樹脂及び染料の熱分解生成物が良品・不良品とも同様に観測された。不良品には2-ナフトールとフェノール誘導体がアゾ基により結合した構造を持つ染料 (Solvent Black 29) が使用されており、未反応の2-ナフトールが残留していたと考えられる。

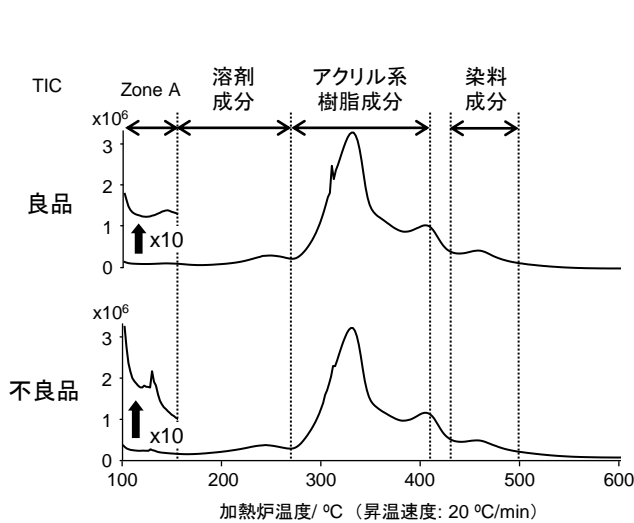


図1 良品・不良品のEGAサーモグラム

熱分解炉温度: 100°C - 600°C (20 °C/min),
EGA チューブ: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm),
チューブ流量: 1 mL/min (He), スプリット比: 1/30,
GCオープン: 300°C, 試料量: 約0.5 mg

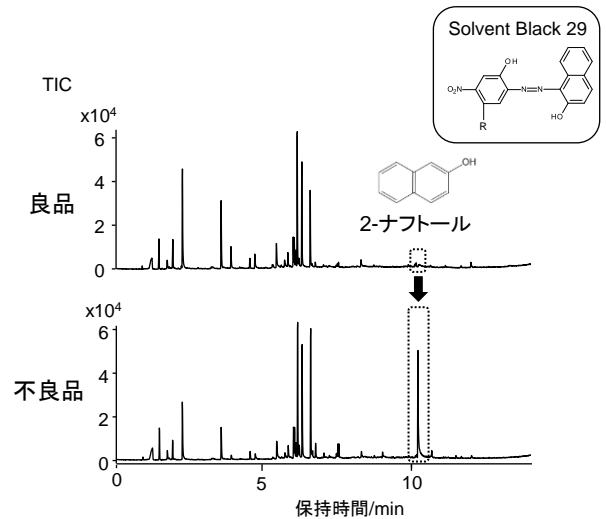


図2 良品・不良品のZone AにおけるTD-GC/MSクロマトグラム

熱分解炉温度: 100°C - 160°C (20 °C/min),
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: 1/30,
GCオープン: 40°C (2 min保持) - 300°C (3 min保持, 20 °C/min),
試料量: 約0.5 mg,
熱脱着成分をマイクロジェット・クライオトラップにより冷却捕集

参考: 鄭ら, 日本分析化学会 第64年会 P3101 (2015)

Keywords: 不良品解析, 品質管理, 染料, インク, EGA-MS, TD-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, UA+5, エコカップLF, F-Search, ベントフリーGC/MSアダプター, マイクロジェット・クライオトラップ

応用分野: 高分子分析全般, 品質管理

関連テクニカルノート: [PYA1-067](#)

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/>