

熱分解GC/MSによるNBRの組成分析

Part 1: 発生ガス分析による基礎検討

【背景】 アクリロニトリル・ブタジエンゴム(NBR)は、耐油性、耐摩耗性などに優れた合成ゴムである。また、耐候性や機械的特性などを向上させるため様々な添加剤が配合されており、主成分であるゴムの分析だけでなく添加剤の分析も求められている。本報では、NBRの組成分析の基礎検討としてEGA-MS測定を行い、試料の熱脱着・熱分解挙動からPy-GC/MSにおける適切な加熱炉温度と、各温度画分の平均マスペクトルを確認した。

【方法】 測定には、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検出器の接続には不活性化金属チューブ(UADTM-2.5N)とVent-free GC/MSアダプターを用いた。試料には配合の異なる2種類のNBR試料を用いた。カッターで削り取った試料をエコカップに秤取して加熱炉に導入し、EGA-MS測定を行った。

【結果】 EGA曲線と各温度領域での平均マスペクトルをFig. 1に示す。Zone 1-A, 2-Aでは主に添加剤成分が検出されていると考えられる。Zone 1-B, 2-BはNBRの熱分解由来のピークであり、F-SearchのEGA-MSライブラリーを用いた平均マスペクトルの検索でもポリマー種はNBRであることが示唆された。また、いずれの試料においても600 °Cまでに添加剤と主成分からのガス発生が完了したことから、Py-GC/MSにおける加熱炉温度を600 °Cとした。次報(PYA1-173)では、Py-GC/MS測定によりポリマー・添加剤成分の定性分析を行い、さらにモノマー組成比(アクリロニトリル・ブタジエンの組成比)を定量した結果を報告する。

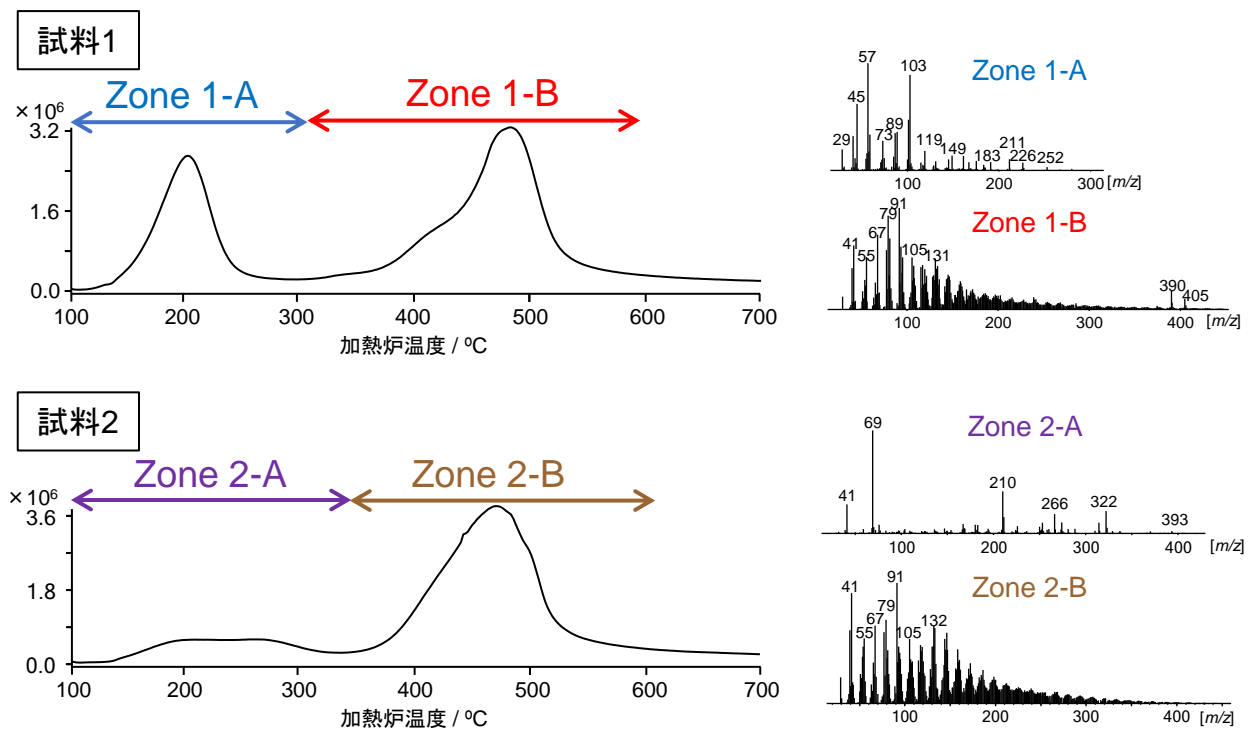


Fig. 1 NBR試料のEGA曲線と各温度領域の平均マスペクトル。

加熱炉温度: 100 – 700 °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: 1/20, GCオープン: 300 °C, MSスキャン範囲: m/z 29 - 600, MSスキャン速度: 約0.2 scans/s, 試料量: 約0.1 mg.

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, EGA-MS, 発生ガス分析

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, UADTM-2.5N, 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, 添加剤分析, 品質管理, 材料分析, 不良品解析

関連テクニカルノート: PYA1-173 (Part2), PYA1-047

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