

ポリエーテルスルホン(PES)の成形加工中に発生するガスの分析と飛行時間型質量分析計を用いたUnknownピークの定性

Part 1: 発生ガス分析(EGA)-MS

[背景] ポリエーテルスルホン(PES, Fig. 1)はスーパーエンジニアリングプラスチックの一種で、汎用プラスチックに比べ機械的強度や耐熱性に優れ、金属では製造できない複雑な形状にも成形することができる。そのため、機械部品や電気・電子機器部品などに幅広く使用されている。本報では、PESの成形加工中(400 °C)に発生する有害ガスの分析の基礎検討として、空気雰囲気中における発生ガス分析(EGA)-MSの結果を報告する¹⁾。

[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注入口に接続したGC/MSを使用した。不活性化金属チューブ(UADTM-2.5N)によりGC注入口とMS検出器を接続した。空気雰囲気中のEGA-MS測定には、テクニカルノートPYA3-033の流路を使用した。PES試料0.2 mgをエコカップLFに採取し、昇温速度20 °C/minで加熱して空気雰囲気中でEGA-MS測定を行い、EGA曲線を得た。

[結果] 空気雰囲気中のPES試料のEGA曲線をFig. 2に示す。PESの熱分解に由来するピーク頂点温度が586と644 °Cの2つのピークが主として観測された。一方、PESの成形加工温度に対応する低温側(100-400 °C)でピークが観測されなかったため、試料量を100倍増やして、低温側のEGA測定を行い、赤線で示したEGA曲線を得た。温度領域をZone 1-5の5個に分け各Zoneの平均化マススペクトルをFig. 3に示す。空気雰囲気中における熱脱着および熱分解で生じた化合物として、CO₂(*m/z* 44)とSO₂(*m/z* 48, 64)由来のイオンが検出された。次報では、このPES試料について400 °Cの熱脱着分析を行った結果を報告する。

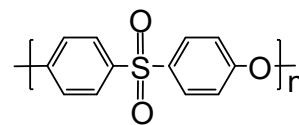
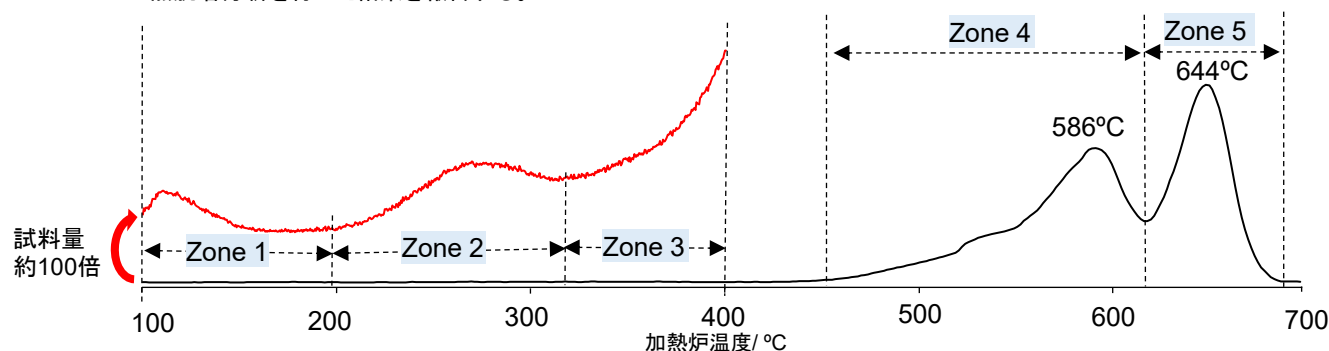


Fig. 1 PESの構造式



加熱炉温度: 100-700 °C(20 °C/min) (試料量: 0.2 mg) or 100-400 °C(20 °C/min) (試料量: 20 mg)
GC注入口温度: 300 °C, GCオープン温度: 300 °C, スプリット比: 1/50
不活性化金属チューブ: 内径 0.15 mm, 長さ 2.5 m(UADTM-2.5N), カラム流量: 1.0 mL/min, MSスキャン範囲: *m/z* 42 - 600

Fig. 2 PES試料の空気雰囲気におけるEGA曲線

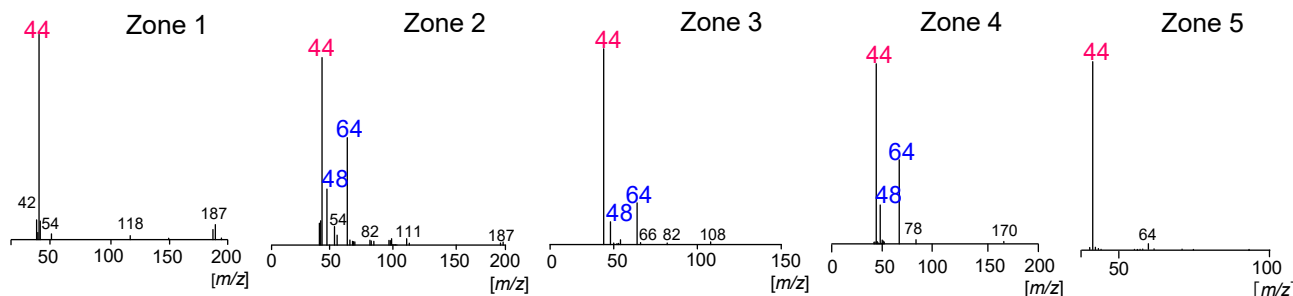


Fig. 3 PES試料のEGA曲線に対するZone1-5のマススペクトル

1) ショケイティラ、第28回高分子分析討論会(2023)、II-12

Keywords: ポリフェニレンサルファイド, 空気雰囲気, 発生ガス分析

使用製品: 多機能パイロライザー, オートショット・サンプラー, Vent-free GC/MS アダプター, エコカップLF, キャリヤーガス切換え装置, F-Search

応用分野: 高分子分析全般, 電気・電子工業

関連テクニカルノート: PYA3-033, PYA3-042, PYA1-149, PYA1-176 (Part-2), PYA1-177 (Part-3)

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