

エチレン酢酸ビニル共重合樹脂のオンライン紫外線照射 Py-GC/MS法を用いた迅速劣化評価

【背景】 微量試料を加熱しながら紫外線(UV)を照射し、光・熱・酸化劣化の過程で発生した生成物をオンラインで分析し、引続いて、UV照射後に残った劣化試料を発生ガス分析 (EGA)-MS法¹⁾や熱分解 (Py)-GC/MS法などで測定することも可能な、オンライン紫外線照射 (UV)/Py-GC/MS測定システムを開発してきた²⁾。この測定システムを用いて、耐候性の高いエチレン酢酸ビニル共重合樹脂 (EVA)の光・熱・酸化劣化の評価を行った。

【方法】 試料には、EVAの粉末を横穴付試料カップに採取して測定に供した。この試料カップを、キセノンランプ(水銀入り)を光源とするUV照射装置 (UV-1047Xe、280-450 nm、700 mW/cm²) の、光ファイバー先端に接続し、60°Cに設定したマルチショット・パイロライザー (EGA/PY-3030D) の加熱炉に導入し、空気雰囲気下で10時間にわたりUVを照射した。この間に発生した揮発性劣化生成物は、液体窒素に浸漬した分離カラムの入口付近に冷却捕集した後、液体窒素から取り出して、GC/MS分析した。また、UV照射後の劣化試料は、EGA-MS法で測定し、その熱特性の変化を観測した。

【結果】 EVA試料のUV照射10時間とUV照射無しの場合の、UV/Py-GC/MSによる揮発性劣化生成物の測定結果の比較を図1に示す。UV照射10時間による試料から検出された揮発性生成物の代表的なものは、酢酸、ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、アセトンであった。UV照射により検出された化合物は、EVAが光・熱・酸化劣化して生成した化合物と考えられる。また、EVA試料のUV照射前およびUV照射2時間、20時間後における基質ポリマーの熱特性の変化をEGA-MS法で評価した結果を図2に示す。UV照射前と比較すると、UV照射20時間後のサーモグラムは、ピーク頂が13°C程度低温側にシフトすると共に、全体的にブロードになった。またピークの立ち上がり温度も大きく低温側にシフトした。これらのことから、UV照射によってポリマー骨格に大きな変化が生じていることが示唆された。これらの測定結果から、本システムはEVA試料の熱・光・酸化劣化反応を、迅速に解析評価するのに有効であることが分かった。

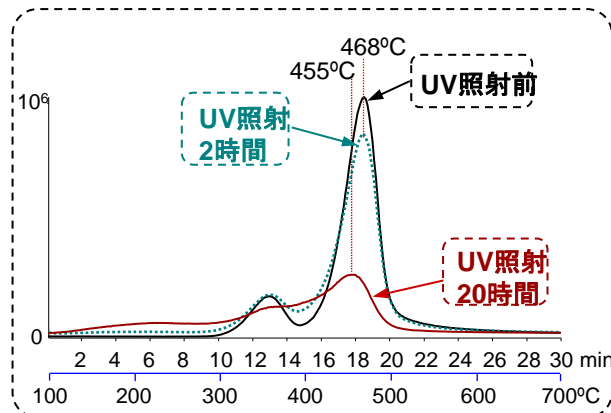
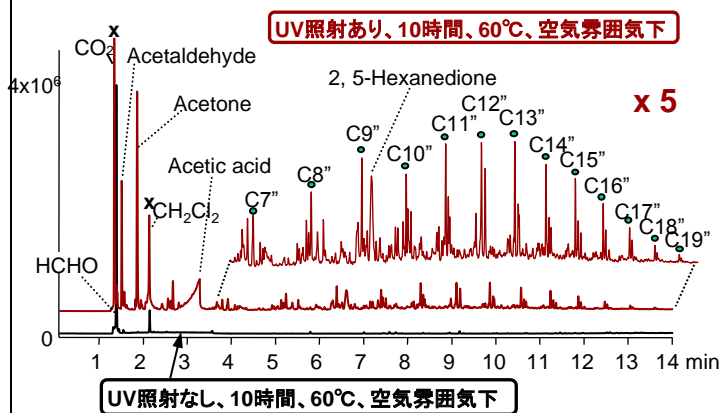


図1 10時間のUV照射に伴う揮発性劣化生成物の分析

図2 UV照射前後のEVA試料のEGAサーモグラム

熱脱着温度: 60 - 200°C (20 °C/min, 5 min hold)
GCオープン温度: 40°C (2 min hold) - 280°C (20 °C/min)
分離カラム: Ultra ALLOY*1 (ジメチルポリシロキサン), L=30 m,
i.d.=0.25 mm, df=0.5 μm
カラム流量: 1 ml/min He, スプリット比: 1/50, 試料量: 0.1 mg

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: 0.1 mg

Ref.:

- 1) テクニカルノート PYA5-004
- 2) C. Watanabe et al.; Polymer Degradation and Stability, 94 (2009) 1467-1472

Keywords: EVA、光・熱・酸化劣化、マイクロUV照射装置、EGAサーモグラム、揮発性劣化生成物、熱脱着

使用製品: 多機能パイロライザー、マイクロUV照射装置、マイクロジェット・クライオトラップ、Vent-free GC/MSアダプター、UA-1、不活性化金属キャピラリーチューブ

応用分野: 耐候性試験

関連テクニカルノート: PYA5-006

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/