

EPDMゴムのオンライン紫外線照射Py-GC/MS法による 光・熱・酸化劣化評価

【背景】 エチレン-プロピレン-ジエン共重合(EPDM)ゴムは、耐候性、耐熱性に優れるため、過酷な環境下で使用される自動車部品の材料として広く使用されている。本報では、オンライン紫外線照射(UV)Py-GC/MS測定システムを用いて、EPDMゴムの光・熱・酸化劣化の評価を行った。

【方法】 JSR社製EPDM(EP25; ジエン成分としてエチリデンノルボルネンを5.1 wt%含有)を試料として用い、この約200 µgを通気用横穴の開いた試料カップ(内径4 mm、高さ8 mm)に採取後、光ファイバーの先端に接続して、60°Cに設定したマルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)の加熱炉に導入した。UV照射は、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)を使用して空気雰囲気下で行った。発生した揮発性劣化生成物は、金属キャピラリー分離カラムの入り口付近を液体窒素に浸漬して冷却捕集し、その後冷却部を取り出してからGC/MS分析を行った。さらに、UV照射後の劣化試料は、発生ガス分析(EGA)-MS法¹⁾を用いて、UV照射による熱特性の変化を観測した。

【結果】 EPDM試料にUVを1時間照射した場合およびUV照射なしの場合の、揮発性劣化生成物を分析した結果を図1に示す。アセトアルデヒド、アセトン、アセトフェノン、酢酸などプロピレン単位に由来する各種酸化生成物、およびエチレン連鎖由来と考えられるノナールなど直鎖のアルデヒドが観測され、EPDM試料の光・熱・酸化劣化が確認できた。また、揮発性劣化生成物の測定後に試料カップに残留した劣化ポリマーのEGAサーモグラムを図2に示す。UV照射を1時間行ったEPDM試料のEGAサーモグラムでは、UV照射なしの場合に比べて、480°C付近の主ピークの強度は減少し、またピーク頂温度が10°C程度低温側にシフトするとともに、ピークの半値幅が30°Cから50°Cへと増加し、UV照射によるピーク形状の大きな変化が観測された。このことから光・熱・酸化劣化をサーモグラムのピーク強度、ピーク頂温度、ピーク半値幅で評価できることが分かった。以上の結果から、本報によりEPDMの光・熱・酸化劣化の評価が数時間内で迅速に行えることが示唆された。

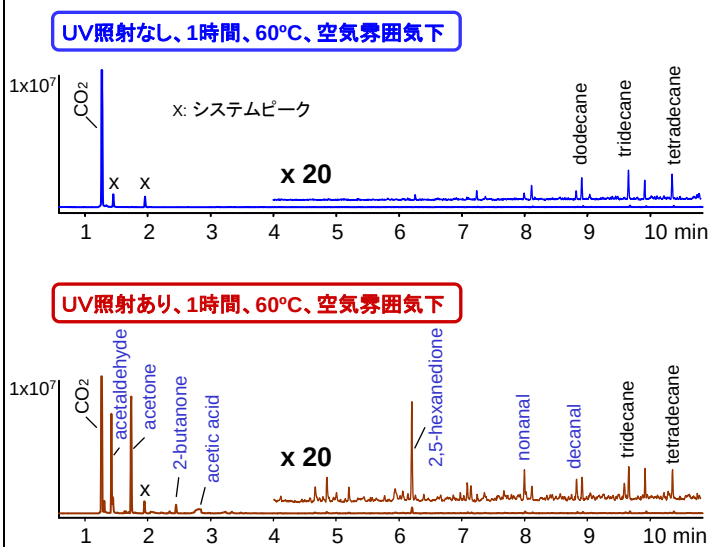


図1 UV照射に伴う揮発性劣化生成物の分析

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 (ジフェニル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: 0.2 mg

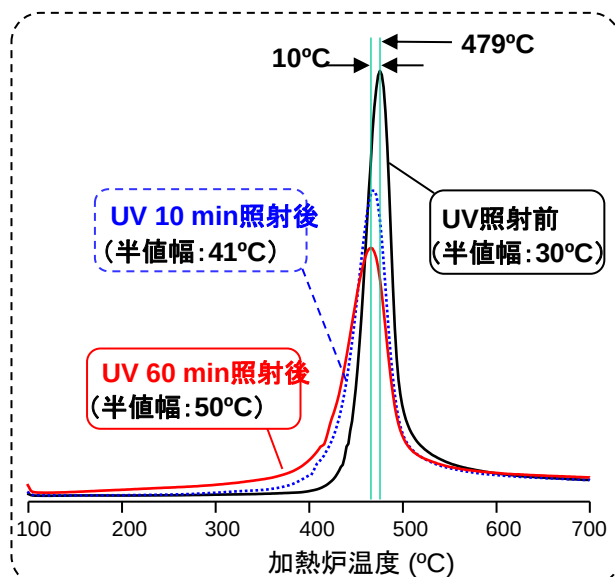


図2 UV照射前後のEPDM試料のEGAサーモグラム

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: 0.2 mg

Ref.: 1) テクニカルノート PYA5-004

Keywords : EPDM、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

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 : PYA5-005

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/