

発生ガス分析法によるゴムの分析

Analysis of Rubber by Evolved Gas Analysis Method

高分子材料の分析に広く使われている熱分解-GC/GC/MS法 (Pyr-GC/GC/MS) には、瞬間熱分解法 (シングルショット法) と熱脱着法があります。前者では基質ポリマーに関する情報が、後者では添加剤などの情報が得られます。両者は最も有益な情報が得られる温度設定が重要で、発生ガス分析はこの温度設定を決める上で

合理的な方法でもあります。この方法は試料を連続昇温加熱して発生するガスを直接検出する方法 (Evolved Gas Analysis: EGA法) です。広範囲な温度における発生ガスの状態を知ることができます。

ここではEGA法、熱脱着などを用いたゴムの分析例についてご紹介します。 S. Ohnishi

ゴムのEGA曲線

EGA Curve of Rubbers

Fig.1はA,B二種類の天然ゴム (NR) を発生ガス分析法にて測定した結果です。

いずれの試料においてもP-1とP-2のピークが観測されます。P-1,P-2のマススペクトルをFig.2に示します。このマススペクトルを見る限りではこの二種の差が明確には現れていませんが、下記の成分であることが検索により推定されます。

P-1.....老化防止剤 NOCRAC 6C m/z 211,268から

P-2.....シクロパラフィン m/z 41,43,55,69から

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP2010
	: PY-2020D (FRONTIER LAB)
He	: 60kPa 60mL/min Split: 1/50
PYR. Temp.	: 50°C-10°C/min-500°C
Column	: UA-DTM-2.5N (2.5m×1.5mm I.D)

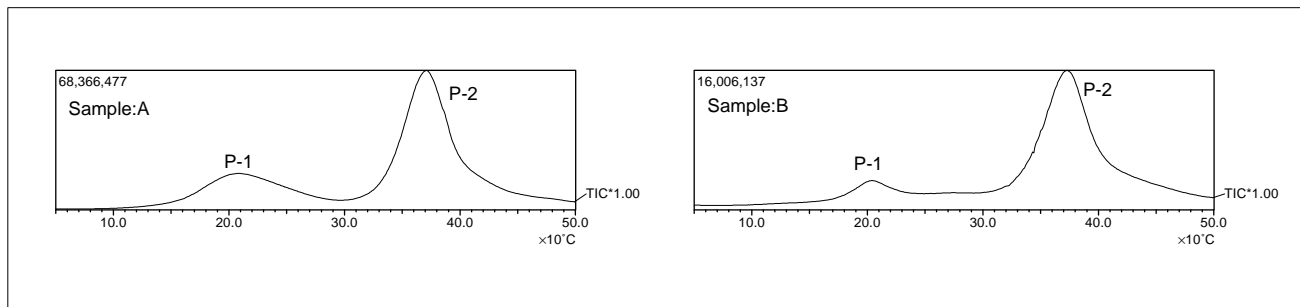


Fig.1 ゴムのEGA曲線
EGA Curves of Rubbers

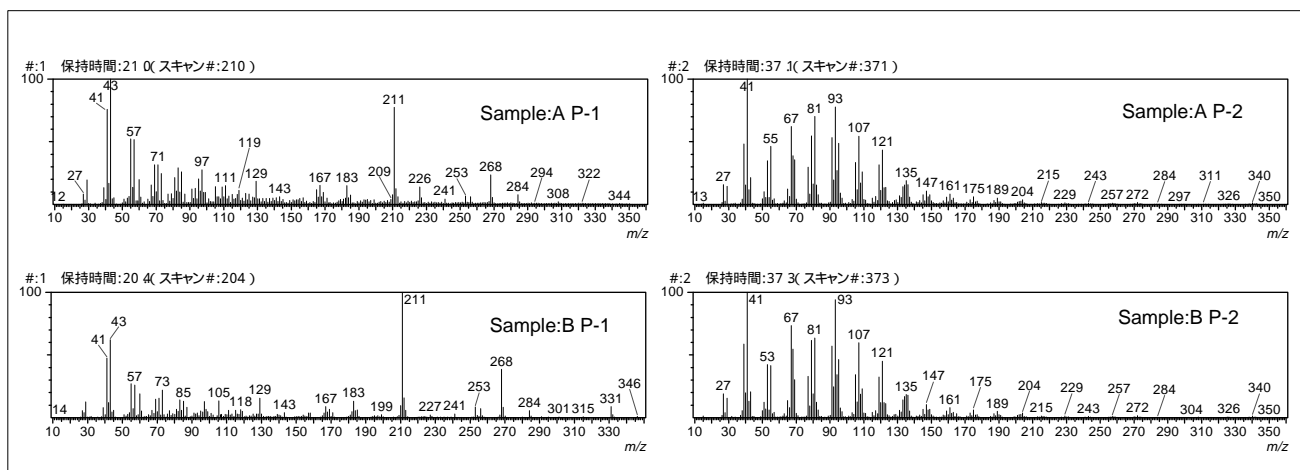


Fig.2 P-1,P-2のマススペクトル
Mass Spectra of P-1, P-2

熱脱着法によるGC/MS分析

GC/MS Analysis using Thermal Desorption Method

Fig.3は熱脱着法300 におけるGC/MSデータです。この熱脱着温度はFig.1のEGA曲線から決めました。定性結果をTable 2に示します。

Peak-2,-4の脂肪酸C16,C18は加硫助剤, Peak-3,-5は老化防止剤, 炭化水素 (Peak-6 ~ 14) は, 軟化剤として添加されていることが推測されます。試料Bからは炭化水素

系が少ないことが判明しました。

同定された成分の特徴イオン (m/z 57:炭化水素 60:脂肪酸 211:老化防止剤) をEGA曲線に盛り込み, 温度に対する発生ガス成分を検討すればどのような温度でどのような成分が出現するかを観測することができます。(Fig.4)

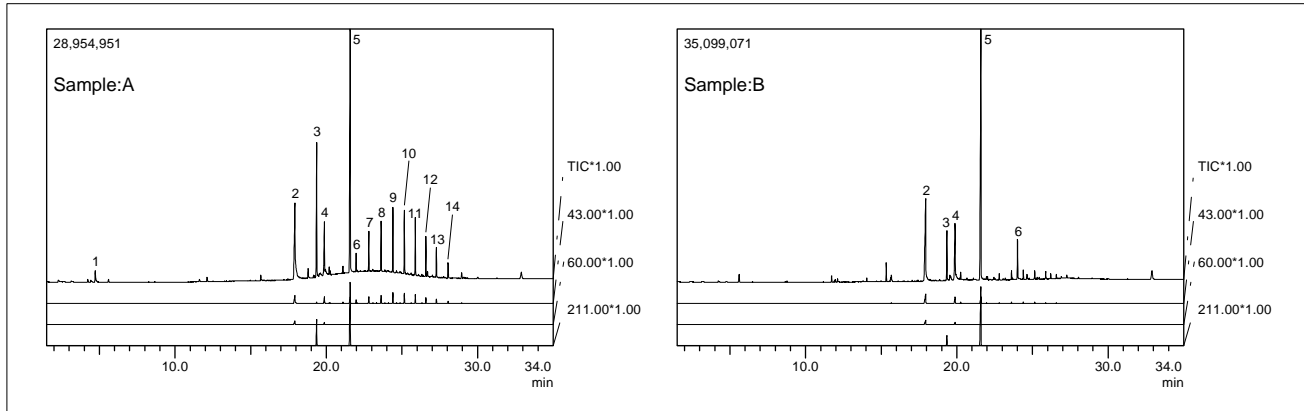


Fig.3 ゴム(300)のマスキロマトグラム
Mass Chromatograms of Rubber (300°C)

Table 2 定性結果
Identification Result

Peak No.	成分	分子式	MW
1	Aniline	C6H7N	93
2	n-Hexadecanoic acid	C16H32O2	256
3	NOCRAC 810-NA	C15H18N2	226
4	n-Octadecanoic acid	C18H36O2	284
5	NOCRAC 6C	C18H24N2	268
6	n-C24	C24H50	338
7	n-C25	C25H52	352
8	n-C26	C26H54	366
9	n-C27	C27H56	380
10	n-C28	C28H58	394
11	n-C29	C29H60	408
12	n-C30	C30H62	422
13	n-C31	C31H64	436
14	n-C32	C32H66	450

Table 3 分析条件
Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP2010
	: PY-2020D (FRONTIER LAB)
GC	
Column	: DB-5ms 30m × 0.25mm I.D df=0.25μm
Column Temp.	: 50°C (2min)-10°C/min-300°C (20min)
Carrier Gas	: He 100kPa
Injection Temp.	: 300°C
Split	: 1/50
MS	
Inetrface Temp.	: 280°C
Ionsouce Temp.	: 200°C
Scan Range	: m/z 35-500
Interval	: 0.5sec

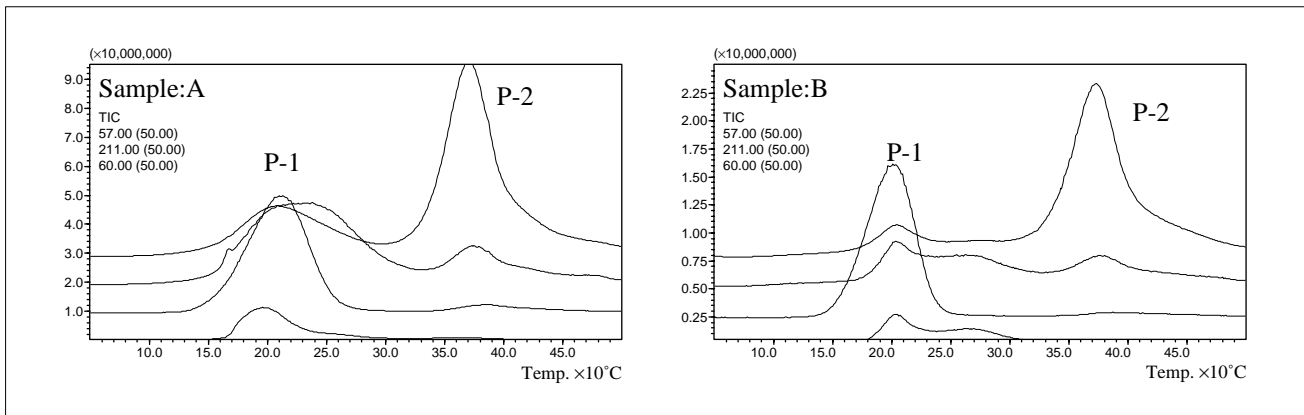


Fig.4 ゴム(EGA)のマスキロマトグラム
Mass Chromatograms of Rubber (EGA)

初版発行：2003年1月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており, 予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制 Web の閲覧だけでなく, いろいろな情報サービスが受けられます。