

UV/Py-GC/MSシステムを用いた分析例

UV/Py -GC/MS Analysis

高分子材料の耐候性劣化試験では野外暴露による方法やウェザーメーターが用いられていますがその測定には数週間から数ヶ月を要しています。このマイクロUV照射装置

(UV-1047Xe) とGC/MSを組み合わせたシステムでは短時間で光、熱、酸化劣化過程などで発生する劣化生成物と劣化後の高分子材料の化学変化を観ることが出来ます。

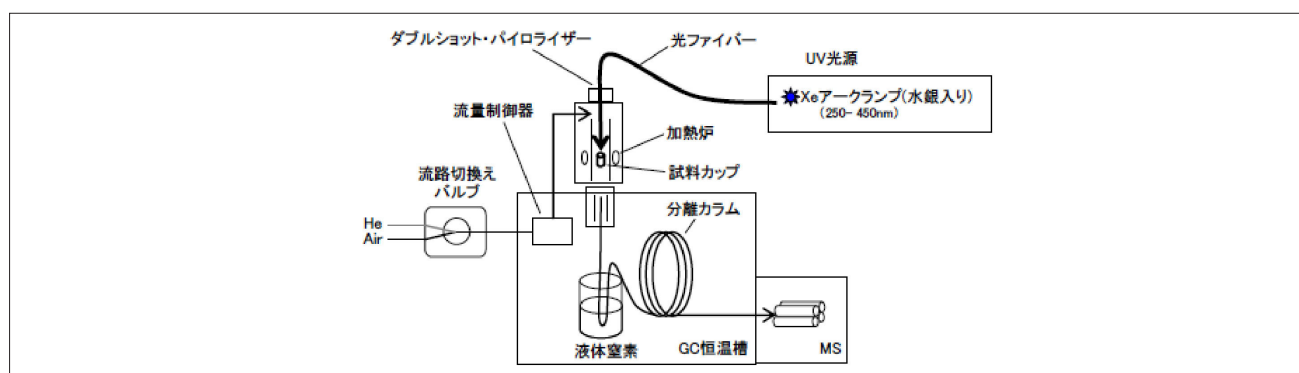


Fig. 1 UV/Py-GC/MSシステムの構成
UV/Py-GC/MS System

UV/Py-GC/MSシステムの構成をFig. 1に示します。本装置は、キセノン (Xe) アークランプからの280 - 450 nm (標準付属フィルターにより、300 - 400 nmも可) の波長範囲の光を、光ファイバーケーブルを介して、ダブルショット・パイロライザーの中心部付近に導入し、試料カップ中の試料に直接照射します。

照射時には雰囲気ガス、温度、時間などが選択可能です。揮発性生成物は、液体窒素に浸漬したキャピラリー分離カラム先端部に冷却捕集し、その後TD-GC/MS分析します。さらに、試料カップ内の変性ポリマーは、EGA-MS法やPy-GC/MS法により測定が可能です。

S. Ohnishi

■ EGAサーモグラム

EGA Thermogram

ABS樹脂 (1 %DBDE含有) をTHFにて溶解し、50 μ g相当をエコカップに秤量、乾燥後UV照射試料としました。空気雰囲気中でのUV照射 (30 min) を行い、揮発性生成物とBr生成物 (DBDEからの分解生成物) の検出を目的としました。EGA-サーモグラムをFig. 2に示します。同一条件でUV照射なし (UV照射前と表記) と30分照射 (UV照射後) と比較すると僅かながらにUV照射後のサンプルにおいて低温側にシフトしていることが判ります。

■ 分析条件

Analytical Conditions

装置	: PY-2020iD/UV-1047Xe/GCMS-QP2010 Plus		
照射温度	: 60 $^{\circ}$ C	カラム温度	: 300 $^{\circ}$ C
雰囲気ガス	: Air	照射時間	: 0.5 h
分離カラム	: UA-DTM (2.5 m \times 0.15 mm I.D.)	試料量	: 10 μ g
		スプリット比	: 1:50

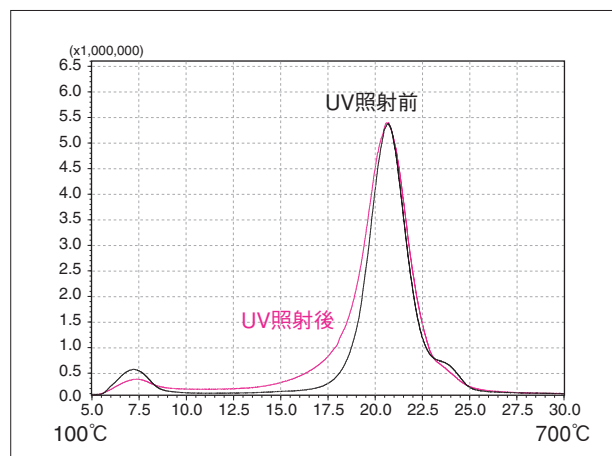


Fig. 2 EGA Thermogram

■ UV照射で生成する揮発性生成物の分析

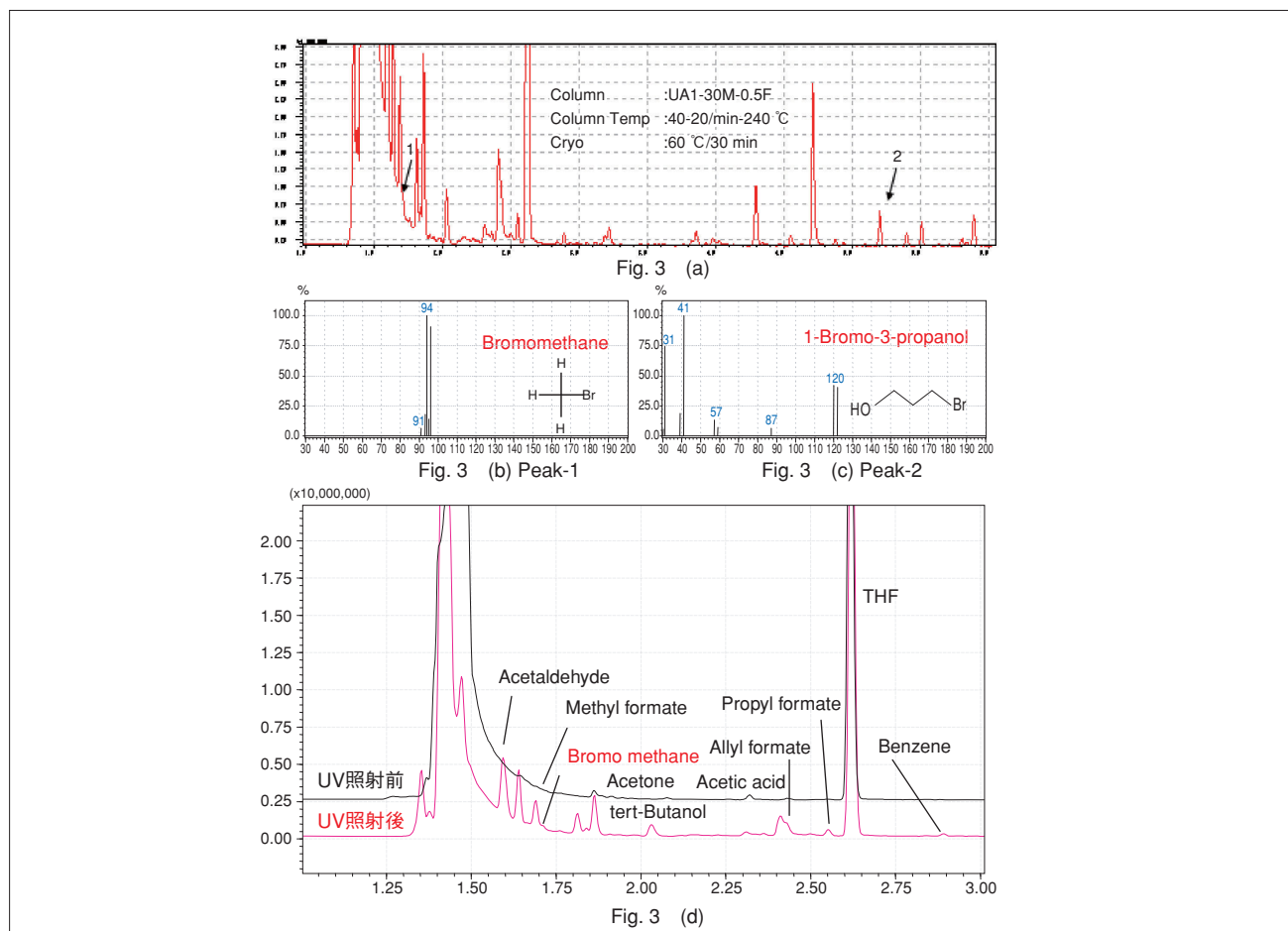
Analysis of VOCs Produced by UV Light Irradiation

本試料を空气中で60℃に加熱しながらUVを30分照射中に生成した劣化生成物のクロマトグラムをFig. 3 (a)に示します。

Bromomethaneや1-Bromo-3-propanolが観測

されています (Fig. 3 (b), (c))。

照射前のクロマトグラムと比較して多くの含酸素化合物が観測されています (Fig. 3 (d))。



■ 照射時間と生成量

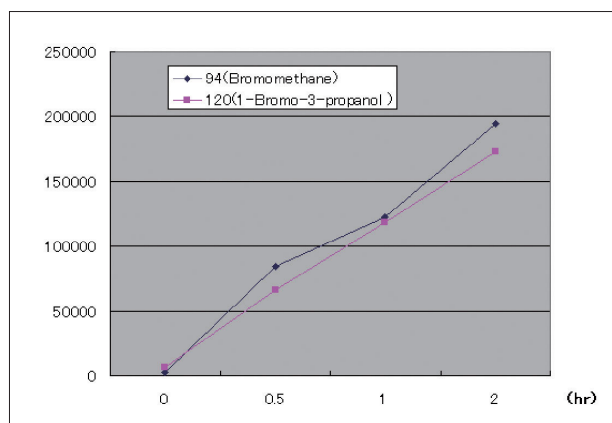
UV Light Irradiation Time vs Peak Area

照射時間とBromomethane, 1-Bromo-3-propanolの生成量との関係をFig. 4に表します。いずれもM⁺ (94,120)の面積は単調増加を示し、照射時間に比例して増大しています。

■ まとめ

Conclusion

臭素系難燃剤 (DBDE) を含むABS樹脂を用いてマイクロUV照射装置の評価を行いました。光、熱、酸化劣化によるABS樹脂からの揮発性生成物の検出、また、UVに敏感なDBDEからの分解生成をBr化合物の検出により確認することができました。また、これらの物質においてUV照射時間との相関も確認することができました。



初版発行：2009年10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。