

GC×GCMS による劣化樹脂の分析

1. はじめに

樹脂材料は低コストで加工が容易であることから、私たちの身の回りで広く使用されています。しかしながら、樹脂製品の多くは様々な要因によって劣化することが知られており、色味の変化や機械強度の低下など、元々の製品特性が損なわれることがあります。

劣化した樹脂の評価については、これまでに多くの方法が提案されています。あいち産業科学技術総合センターでは、赤外分光、ラマン分光、X線回折等で評価を行っています。本報では、二次元ガスクロマトグラフ質量分析(GC×GCMS)による事例を紹介します。

2. GC×GCMS について

一般的なGCMSは、カラムと呼ばれる分離管で混合ガス中の成分を分離して、質量分析装置で定性を行います。当センターで所有するGC×GCMS(LECO ジャパン 合同会社製 PEGASUS BT 4D GC×GC-TOFMS)は、異なる分離能を有する2種類のカラムを直列に接続しています。そのため、成分を2次元に分離できることから、高い分離能を有し、製品の品質管理、発生ガス分析、添加剤分析等に活用できます。また、熱分解装置(フロンティアラボ(株)製 EGA/PY-3030D)を備えているため、気体状態のサンプルだけでなく、液体や固体についても分析可能であり、様々なサンプルに利用できます。

3. 劣化模擬サンプルの準備

射出成形機(東洋機械金属(株)製 Si-15V)を使用して、ダンベル試験片(JIS K 7139 タイプ A13 準拠、厚さ 2 mm)を作製しました。原料には6ナイロン樹脂(東レ(株)製 CM1017)を用いました。通常の成形条件で成形した試験片を正常サンプルとして、射出成形機シリンダー内で30分程度樹脂を滞留させた後に成形した試験片を劣化模擬サンプルとして作製しました。図1に示すように明らかな色味の変化が確認され、6ナイロン樹脂の劣化を模擬できていると考えられます。

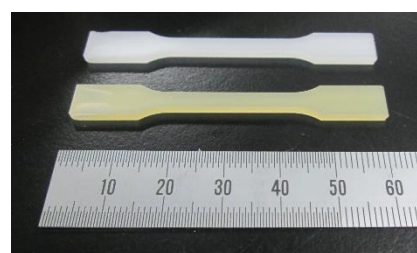


図1 サンプル外観
(上：正常サンプル、下：劣化模擬サンプル)

4. GC×GCMSによる劣化樹脂の分析

用意した2種類のサンプルを、それぞれ同じ箇所を削り取ってサンプリングしました。加熱温度600℃加熱時間0.2 minの熱分解条件でガス化させて、GC×GCMSにより分析しました。

得られた2次元クロマトグラムを図2に示します。2本のカラムによってx軸方向とy軸方向に成分が分離されてピークが現れていることが分かります。図中(ア)(イ)の違いは分かりづらいですが、(イ)劣化品模擬サンプルには6ナイロン分解生成物由来のピークが多く(図中(エ))、分子量低下が起きていることが推定されます。

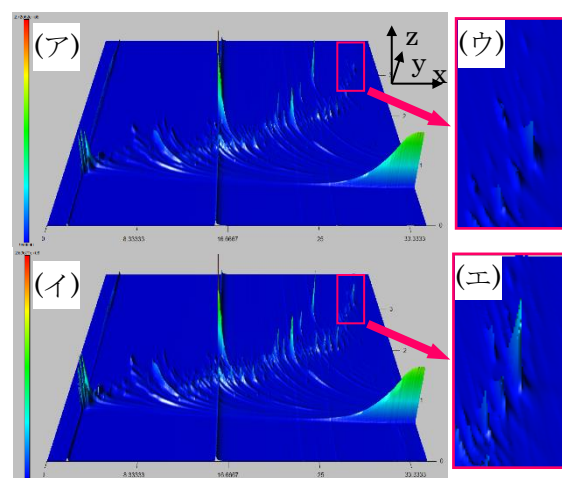


図2 2次元クロマトグラム
(ア)：正常サンプル
(イ)：劣化模擬サンプル
(ウ)：正常サンプル一部拡大図
(エ)：劣化模擬サンプル一部拡大図

5. おわりに

当センターでは劣化樹脂の分析の他にも、工業材料の組成分析やにおいの分析、無機ガス分析も行っております。お気軽にご相談ください。

共同研究支援部 計測分析室 柴田佳孝 (0561-76-8315)

研究テーマ：有機材料

担当分野：有機分析、X線分析