

熱分解 GC-MS によるゴムの添加剤量比較分析

1. はじめに

熱分解 GC-MS (ガスクロマトグラフ質量分析計装置) は、約 1000°C まで任意の温度に加熱できる炉が試料導入部にあり、主に固体試料からの揮発ガスや、熱分解による発生ガス成分の定性に用いられます。具体的には、プラスチックやゴムといった高分子材料の、主成分や添加剤の定性や含有量の比較分析ができます。また、GC-MS はガス成分を高感度に検出できるため、試料量が数百 μg の微量の異物分析にも用いられます。今回は、ゴムの添加剤含有量の比較分析に関する事例を紹介します。

2. ゴムの添加剤含有量の比較分析

2-1. 分析条件の確認

使用中のゴム成形品に生じる亀裂の原因の 1 つとして考えられるのが劣化防止用の添加剤含有量の減少です。それを確認するため、熱分解 GC-MS で新品と亀裂品の添加剤含有量の比較分析を行いました。添加剤は既知成分で 3 種類あり、添加剤 A は耐熱性・耐酸性、添加剤 B は耐光性・耐オゾン性、添加剤 C は熱老化防止性の機能を有しています。まず、熱分解 GC-MS の加熱炉の温度条件を決めるため、それぞれの添加剤について熱重量分析 (TG) で熱分解温度測定を行いました。測定により、添加剤 A、B 及び C の熱分解温度は、それぞれ 360°C、330°C 及び 400°C と確認できたことから、最も温度が高い 400°C を加熱炉の温度条件としました。次に、今回の熱分解 GC-MS の条件設定でそれぞれの添加剤が検出できることを確認しました。それぞれの添加剤を測定したところ、カラム保持時間と抽出イオンクロマトグラム (EIC) の m/z (質量電荷比) は、添加剤 A は保持時間 15.43 分、 m/z 177、添加剤 B は保持時間 15.19 分、 m/z 268、添加剤 C は保持時間 16.50 分、 m/z 331 として検出できることがわかりました。

2-2. 分析結果

上記で設定した分析条件で、新品と亀裂品の熱分解 GC-MS を行った結果を図に示します。それぞれの添加剤の EIC のピーク面積から添加

剤の含有量を比較することができます。亀裂品は新品と比較して、添加剤 A は 78% 減、添加剤 B は 77% 減、添加剤 C は 17% 減でした。特に添加剤 A と B が大きく減少したことにより劣化が進行し亀裂となったと推定されます。これは、ゴムの使用環境に合わせて添加剤量を調整することで、さらに寿命を延ばすことができると考えられます。

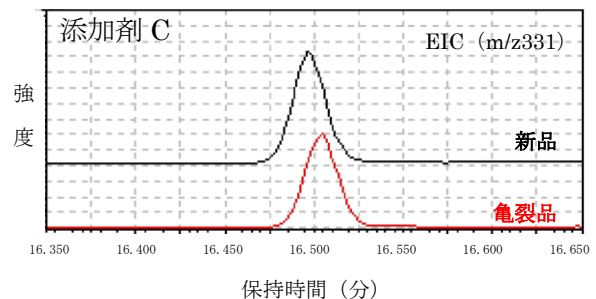
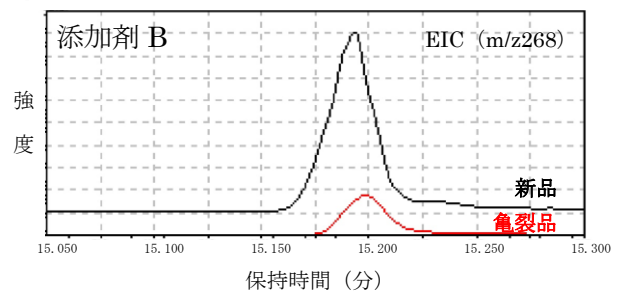
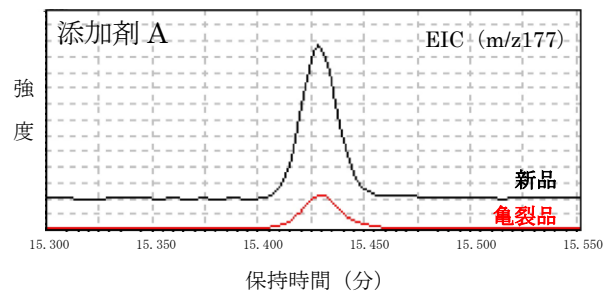


図 新品ゴムと亀裂品ゴムの熱分解 GC-MS

3. おわりに

産業技術センターでは、プラスチックやゴムなどの高分子材料に関する成分分析、加熱発生ガス分析、また引張、曲げ、衝撃、摩耗など物性評価に関する技術相談や依頼試験を行っています。お気軽にお問合せ下さい。

産業技術センター 化学材料室 山田圭二 (0566-45-5643)

研究テーマ：プラスチック表面の機能性薄膜の開発

担当分野：高分子材料