

●ダブルショット法による高分子材料の解析

TN100

Analysis of macro-molecular materials using Double shot pyrolyzer

[概要]

最近、高分子材料はプラスチック、ゴムなどの成型材料としてだけでなく、さまざまな機能を持ち、エレクトロニクスや医学の分野で活躍する物が増えています。このような複雑な高分子材料を良好に解析する方法としてダブルショットパイロライザーを用いたダブルショット法があります。

ダブルショットパイロライザーとは、基本的にはGCまたはGC-MSと組み合わせて用いる熱分解装置です。

[方法]

ダブルショット法とは、1回目のゆるやかな昇温で低分子量成分の分析を、2回目の瞬時の熱分解によりポリマー成分の分析を行う方法です。

1. 熱脱着過程 一定速度で昇温し、発生したガスをいったんカラムの先端にトラップします。試料を加熱炉よりひきあげた後、GC昇温して、発生ガスの成分分析を行います。
2. 熱分解過程 熱脱着後のポリマーを瞬時に熱分解し、GC分析を行います。

[事例(1)] TAC (トリアセチルセルロース) フィルムの解析

ダブルショット法を用いることにより、極微量 (10 μ g オーダー) で測定ができ、その上従来の様に添加剤成分と樹脂成分を分離して、精製する必要もなく、良好に解析することが可能です。

1. 熱脱着成分 (低分子量成分)

TPP、Smb. 300、Smb. 350、フタル酸エステルといった添加剤成分を検出しました。

2. 熱分解成分 (ポリマー成分)

550 $^{\circ}$ Cで瞬時に熱分解を行ったところ、TACフィルム由来の酢酸やセルロース成分を検出しました。熱脱着および熱分解GC-MS トータルイオンクロマトグラムを Fig.1 に示します。

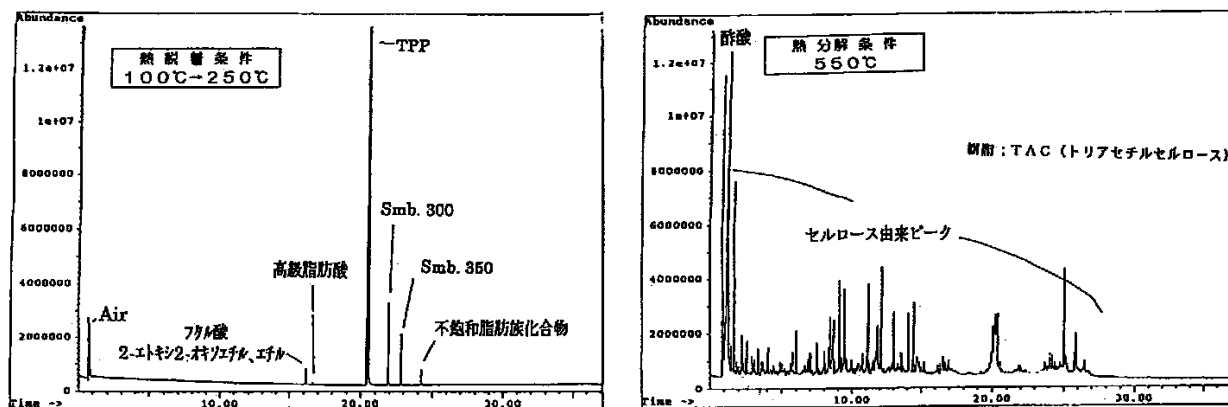


Fig.1 Double shot Py/GC-MS total chromatogram of TAC film

[事例 (2)] 不明顔料の解析

ダブルショット法を用いることにより、難溶性の顔料を良好に解析することができました。不明顔料の100℃から700℃までの発生ガスをモニターしたところ、かなり複雑な形をとることがわかりました。

このうち260℃から410℃の熱脱着成分のMSスペクトルを解析した結果、樹脂由来であることが判明しました。続いて、660℃の熱分解成分のMSスペクトルを解析した結果、フタロニトリル由来のフラグメントピークを観測しました。これより、フタロシアニン顔料Pigment Blue15由来であることがわかりました。

EGA（発生ガス）曲線をFig.2に示します。

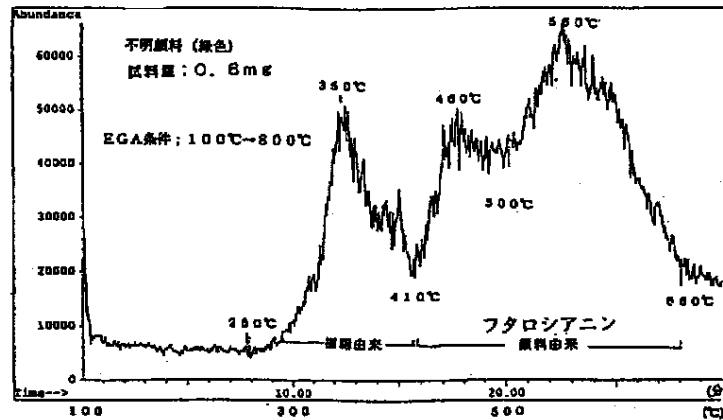


Fig.2 EGA curve of unknown pigment