

TECHNICAL NEWS

分析技術報

ナイロン6 - 66 共重合体の分析

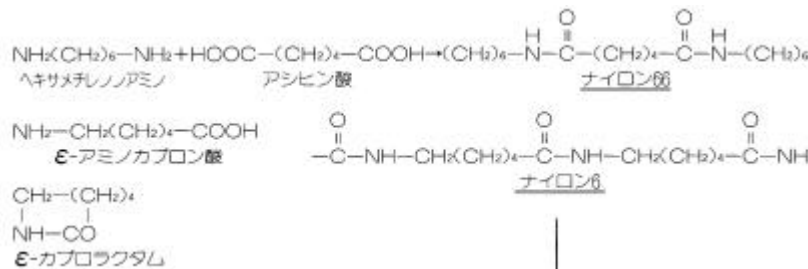
Analysis of Nylon6 - 66 Copolymer

要旨

ナイロン6はε-アミノカプロン酸あるいはε-カプロラクタムから作られ、ナイロン66はアジピン酸とヘキサメチレンジアミンから作られているが、これらの構造は全く同一の平均的な元素組成(C, H, N,)であるため、6-66ナイロン共重合体の組成を元素分析によつて決めることはできない。この為通常は、共重合体を塩酸で加水分解し生成するアジピン酸をヨードメタンでエステル化しガスクロ分析をする手法がよく用いられているが、これらのポリアミド化合物の分析方法については適当な方法がないのが現状である。

そこで弊社では、キューリーポイントパイロライザとガスクロマトグラフによる熱分解分析法(PGC法)により6-66ナイロン共重合体の分析を行なった。

ナイロン6及びナイロン66の構造



試料の分析条件

熱分解温度：590
熱分解時間：3秒
カラム：10%SE-30 3mm × 2000mm (ガラスカラム)
カラム温度：50 - 220 10 / min
キャリアーガス：N₂ 40ml / min
検出器：FID
パイロライザ JHP-3S型
ガスクロマトグラフ 日立163型

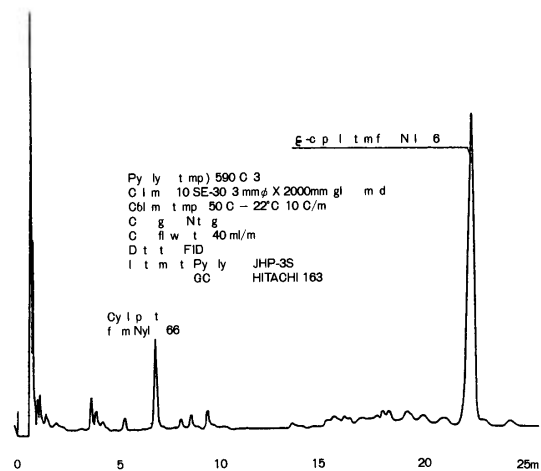


Fig 1 Py g m f Nyl 6(60)/Nyl 66(40) bl d d d p l y m

パイログラム

試料ナイロン6とナイロン66のホモポリマーをフレンドしたのち590で3秒間熱分解するとFig-1のパイログラムが得られた。パイログラム中のシクロペンタノン、ε-カプロラクタムのピーク面積を測定しFig-9のように仕込比を横軸に、ピーク面積比を縦軸にとり面積比をプロットすると再現性よく定量分析ができた。共重合比50% - 50%の既知共重合体を同一条件で分析したところ検量線と一致した。

結論

シクロペンタノンは66ナイロンのアジピン酸部分から生じたものでε-カプロラクタムは6ナイロンのもとのモノマーである。この2つのピークを定性することで6ナイロン、66ナイロンの判別が容易にできる。またナイロン6とナイロン66のフレンド品、及びそれらの共重合体について分析を行つたが仕込比と面積比は同一であった。このことからフレンド品、共重合体品についても定量分析をすることができるとわかった。

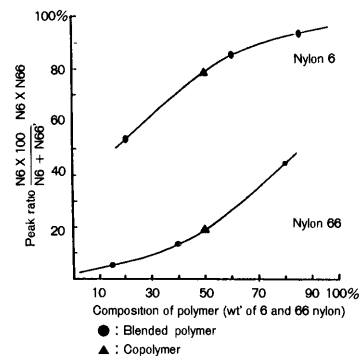


Fig-2 Calibration curve for quantitative analysis of Nylon 6-Nylon 66 co-polymer

ハイインパクトポリスチレン中のゴムの分析

Analysis of Rubber in Polystyrene High impact

要 旨

ポリスチレン樹脂に耐衝撃性を持たす為、ゴムとの共重合物を作りポリスチレン樹脂の欠点である衝撃に弱く亀裂が入りやすい点を改良しているが成形性、表面光沢、耐油性がポリスチレンに比へ悪くなる。そこで、耐衝撃性が実用的に良好な範囲でゴムの量を定めている。

弊社は、キューリーポイントパイロライザとガスフロマトグラフによる熱分解分析法（PGC法）を用いハイインパクトポリスチレン中のゴムの測定を行った。

分析条件

試 量 量：0.4mg

カラム温度：100

熱分解温度：590、3秒間

キャリアガス：N₂、20ml/min

カラム：10%SE-30 3mm × 2mm

検出器：FID

ハイインパクトポリスチレンの測定

ハイインパクトポリスチレン0.4mgを用い、590で3秒間熱分解するとFig-1のパイログラムが得られた。

Fig-1中のトルエンとスチレンのピークは、ポリスチレンから生成したものである。又、フタジエンのピークが出ることから、試料のハイインパクトポリスチレンにフタジエンゴムが使われており、そのフタジエンの構造は4-ピニルシクロヘキセンのピークが出ていることから推定できる。4-ピニルシクロヘキセンはフタジエンのダイマーであるが、1,4-フタジエンからしか生成せず、1,2-フタジエンからは生成しない。このことから使用されているフタジエンゴムは、1,4結合のフタジエンゴムであることがわかった。

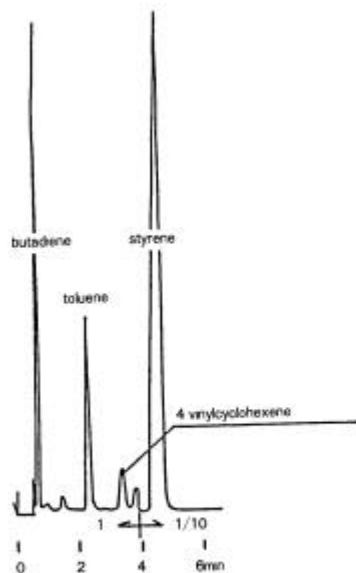


Fig 1 Pyrogram of Polystyrene high impact

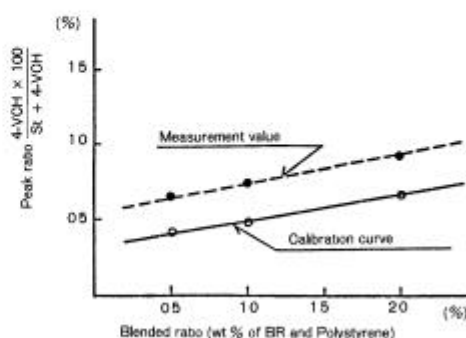


Fig 2 Calibration curve for quantitative analysis of BR in Poly styrene high impact

ハイインパクトポリスチレン中のゴムの定量

弊社は、ハイインパクトポリスチレンの標準品を手てきなかつたので以下の方法で検量線を作成し定量を行なった。ハイインパクトポリスチレンサンプルにフタジエンゴムを0.5Wt%、1.0Wt%、2.0Wt%をそれぞれ加え590で3秒間熱分解を行い、フタジエンのダイマーである4-VCHのピーク面積を測定する(A)、次にフタジエンを加えていないハイインパクトポリスチレンサンプルの4-VCHのピーク面積を測定(B)し、その差(A-B)を計算する。

横軸こ仕込み比を、たて軸こピーク面積比をとり、面積比(4-VCH/St+4-VCH×100)をプロットした。Fig-2にその検量線を示した。

図中に示してある測定値は、元来ハイインパクトポリスチレン中に含まれているフタジエンゴムと加えたフタジエンゴムとの合計値(A+B)の面積比をプロットしたものである。

なお、この検量線はハイインパクトポリスチレン中に入っているフタジエンゴムが1,4結合のものであるとして作成しており、1,2結合のものが混ざっているとすればそれ用に作り換える必要がある。