

TECHNICAL NEWS

分析技術報

ポリマー燃焼ガス分析装置の開発

ポリマーが燃焼時に発生するガス分析については、すでに JIS で規格化されているが、燃焼時に発生した有機ガスを再現性よく分析するには満足なものとは言えない。新しい考え方に基づき再現性のよい燃焼ガス分析装置の開発を行った。

JIS 規格の燃焼試験機と新しい燃焼ガス分析装置

すでに JIS で定められているプラスチック燃焼試験機（図 1）が市販されている。この試験機での燃焼ガス捕集法は、塩化水素、シアン化水素、アンモニアなどの水溶性ガスは、それぞれに通じた吸収液中に捕集して、比色法など規定の方法で分析を行っている。

タール状物質、粒状物質などは、裁定のフィルターを燃焼ガス出口に設けておきそれらを捕集している。なお、有機

ガスの捕集には、ナイロン系ラミネートフィルムでできたバッグに常温下で捕集を行っている。分析に際しては、このバッグよりとりだして、次の分析系へ供給しているが、分子量の大きな有機ガスはバッグ内に吸収・吸着してしまい、次の分析系へ供給することができないのが現状である。

一方、M. Faraday (1791-1867) の「ロウソクの科学」(矢島祐利訳、岩波書店)によれば”物の燃焼は気体の状態において行なわれる”との説に基づき、この度当社では、ポリマーを熱分解によって気体の状態にした後直ちに燃焼させる方式の燃焼ガス分析装置を開発した。

この燃焼ガス分析装置は、燃焼ガスサンプラー (CG - 77 型)、ヘッドスペースサンプラー (P&T 型 JHS - 100 型) 及び GC より成り立っている。すなわち、CG - 77 型でポリマーの熱分解・燃焼を行ない生成したガスを吸着管に捕集する。その吸着管を JHS - 100 型に取付け燃焼時に生成したガスを気化させ GC に導きガス組成を分析することができる。

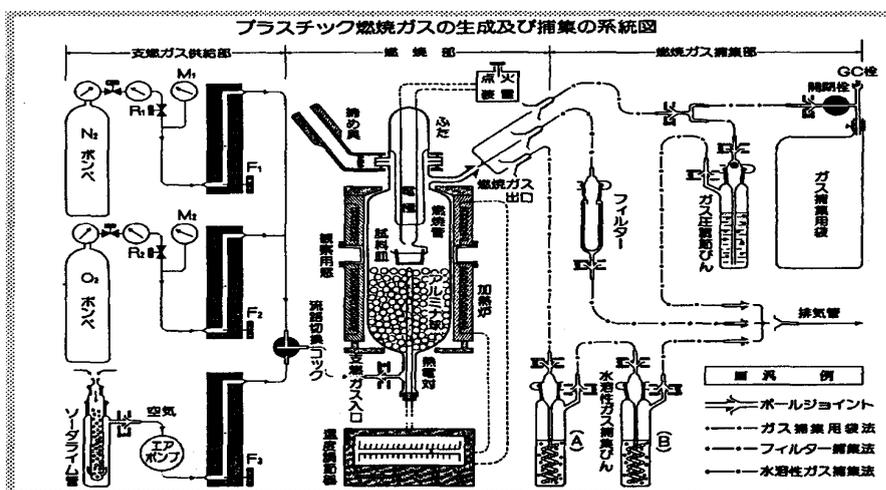


図 1 JIS で定められているプラスチック燃焼試験機

燃焼ガスサンプラー

CG - 77 型に内蔵するキューリーポイント加熱によってポリマーの熱分解を行い、低分子化されたガス及びゾルなどを発生させる。それらを燃焼用ヒーター（点火コイル）によって支燃性物質と反応させる方法である。CG - 77 型の概略図を図 1 に示した。

支燃性物質としては、脱水した空気を、通常 200ml / min 程度の流速で流しておく。JHS - 100 型試料管に充填する吸着剤は分析目的によって選ぶ。たとえば、有機ガスの捕集には Tenax TA を充填する。

分子有機ガスをより確実に捕集したい場合は、JIIS - 100 型試料管全体を液体窒素で冷却することができる。また、無機ガスの捕集には、モレキュラーシーブなどを使用する。

試料量約 1mg のポリマーを Py-GC 分析と同様にパイロヒールに包み込み試料導入棒にセットして図の位置まで挿入する。ただし、パイロヒールの一端はガスが噴出しないうり曲げて塞い

でおいたほうがよい。

試料の熱分解を行なう 4 秒前に、燃焼用ヒーターに通電し、ヒーター温度が一定になったところで、高周波コイルにも通電して、熱分解生成物を燃焼用ヒーターに向けて噴出させ、燃焼させる。燃焼終了後、空気入口よりヘリウムを 100 ml / min の流速で 1 分間流す。燃焼室の容積は、

約 10ml であるにもかかわらず、ヘリウムを 1 分間も流すのは、燃焼ガス中の分子量の大きい化合物を可能な限り JHS - 100 型試料管へ導くことと、JHS - 100 型試料管内で燃焼生成物どうしの反応を防止すること、燃焼時に発生した水、無機ガス及び支燃ガスを除去するためである。

燃焼生成物を捕集した JIIS - 100 型試料管を取り外して、ヘッドスペースサンプラーに取付けて、サンプルヒーターで加熱し、吸着している燃焼生成物を再度ガス化させ吸着剤より脱着させる。ガス化させた成分を、もう一度微量の吸着剤にトラップ、すなわち、フォーカシングを行ない、それをキューリーポイント加熱法によって加熱脱着させ、GC へ導き分析を行なう。なお、燃焼室はガラス管できており、1 試料分析毎に容易に交換することができる。

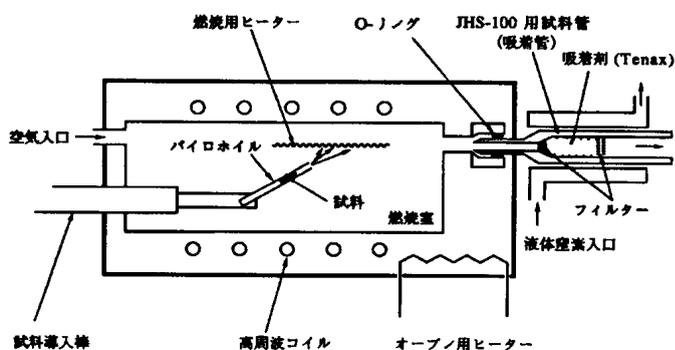


図 1 CG 77 型の概略図

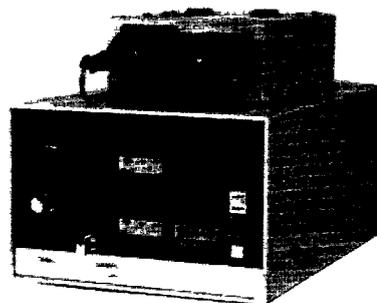


図 2 CG 77 型の外観図

この装置では、燃焼用ヒーターに通電しない状態で、工流しながら熱分解を行いヘッドスペース-GC 分析をすれ空気中でのピログラムを得ることができる。

