

TECHNICAL NEWS

分析技術報

カーボンブラック中の有機物分析

ゴムの補強剤として使用されるカーボンブラックは、ゴム製品の硬さ、引張り強さ、モジュラス、反発弾性、耐磨耗性、引裂き抵抗などの物性を向上させるために用いられている。化学組成上は、それ自身ほとんど相違がなく、光学的手法によって製品の評価を行っているのが現状である。

ところが、加硫前のカーボンブラックの加硫種類および保存状態によって、カーボンブラックの凝集塊ができて、カーボンブラック回りの稠密構造に変化をもたらすことから加硫ゴムの物性を变化させる原因となっている。また、カーボンブラックはオイルを炭化して作ることから、製品中に芳香族及び多環芳香族化合物が多量に含まれると環境対策上好ましくないとされている。

本報では、カーボンブラック中に含まれる有機物の分析を熱分解 - GC 法によって行った。

試料

乗用車用タイヤに使用されるカーボンブラックとそれを開封して2日間工場内に放置したもの

分析条件

熱分解装置：キューリーポイントパイロライザ JHP - 3S

熱分解（加熱）温度：590 ~ 1040 , 30 秒間

GC / MS：島津 QP-2000

カラム：DB - 5ms , 400 (3min) ~ 300 , 10 / min

分析結果

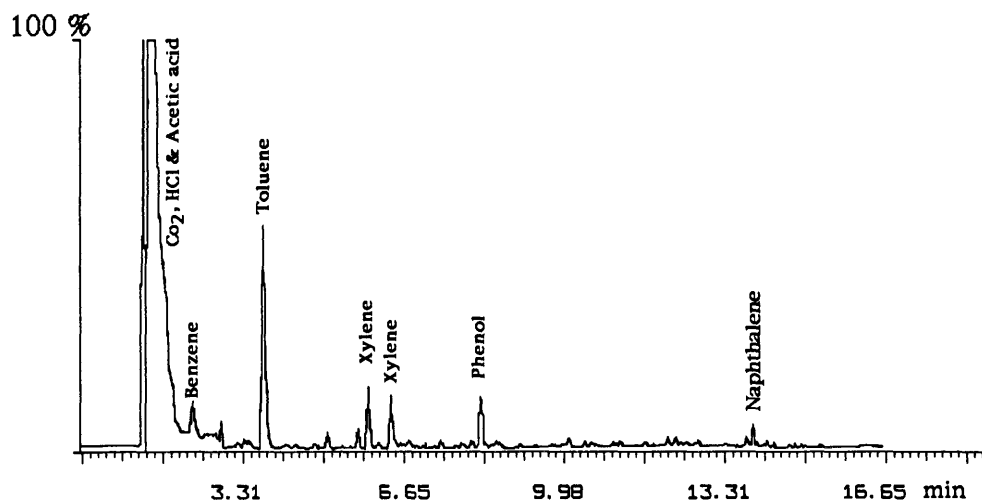


Fig. 1 Chromatogram of heated new carbon black at 590°C for 30 sec

Fig.1 は、購入したカーボンブラックをなんら前処理することなく、そのまま 590 で 30 秒間加熱して得られたクロマトグラムである。最初に現れたフルスケールしているピークは、水、CO₂、塩酸および酢酸を含むピークである。使用したカラム DB-5ms (DB - 5 の MS 用) では、これらの化合物を分能することはできない。分析目的がこれらのピークである場合には、Porapack Q などのカラムに替え再度分析する必要がある。

そのほかベンゼン、トルエン、キシレン、フェノールおよびナフタリンのピークが観察される。これらの成分は、カーボンブラックの製造工程で十分に除去されなかったものと推定される。

加熱温度を 720、920 および 1040 で同一試料を分析してみたが、低分子側のピーク面積が少し変動したが基本的に同一クロマトグラムを示し、590 でこの分析が可能であることが判明した。

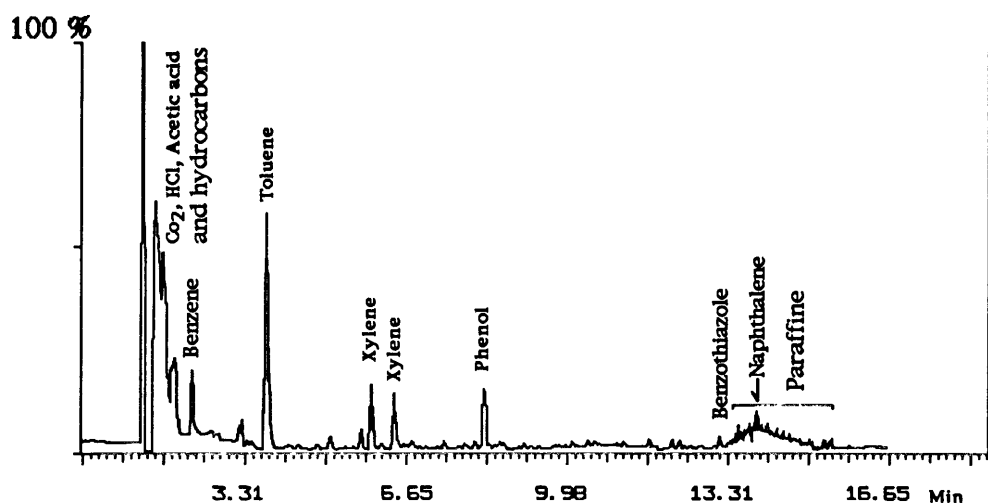


Fig. 2 Chromatogram of heated carbon black which was left 2 days in the factory.

購入したカーボンブラックを開封してゴム加硫工場内に 2 日間放置したものを 590 で加熱して得られたクロマトグラムを Fig.2 に示す。

このクロマトグラムと Fig.1 のクロマトグラムを比較すると、低分子側に低級炭化水素のピーク、高分子側にパラフィンのピーク及び微量ではあるが加硫促進剤の分解生成物であるベンゾチアゾールのピークなどを検出することができた。

結論

加硫ゴムに使用されるカーボンブラック中に残存する有機物を分析するには、熱分解 - GC 法で 590 で瞬間加熱を行うことで分析できることが判明した。

カーボンブラックを工場内に放置すると、低級の炭化水素および微量ではあるがパラフィン、ベンゾチアゾールなどがカーボンブラックに吸着されることが判明した。