

TECHNICAL NEWS

分析技術報

加硫ゴム(NBR)中の添加剤分析

試料の組成分析

板厚 2mm の加硫ゴムで用途は自動車のキャブレター周辺に使用される耐油ゴムである。
ゴム約 1mg を Curie Point Pyrolyser による熱分解 GC を測定したところ図 - 1 のパイログラムを得た。このパイログラムから得られる情報としては、ゴム質はありふれた NBR であることが明白である。

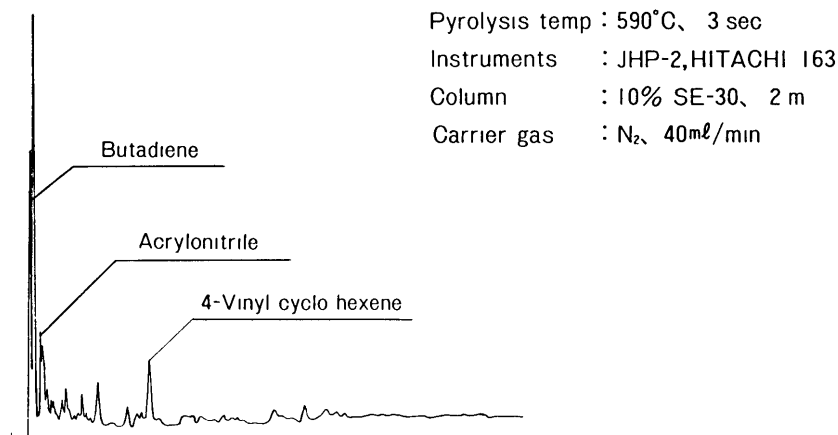


図-1 加硫ゴムのパイログラム

試料の前処理

試料を 10g を鉢みを使用して 2mm 四角こ切断したのち、クロロホルムによる高温ソックスレー抽出を 24 時間行い、抽出物を濃縮したところ不溶物が析出したので濾過し、そのろ液を LC 注入用試料とした。不溶物の IR スペクトルは図 - 3 の最上部で高級脂肪酸と推定されるが、無機分析より亜鉛が検出されたことから Zinc Stearate であると思われる。

LC - 08 による分離

分取液体クロマトグラフ LC - 08 の分析結果及び得られたクロマトグラムは図 - 2 である。

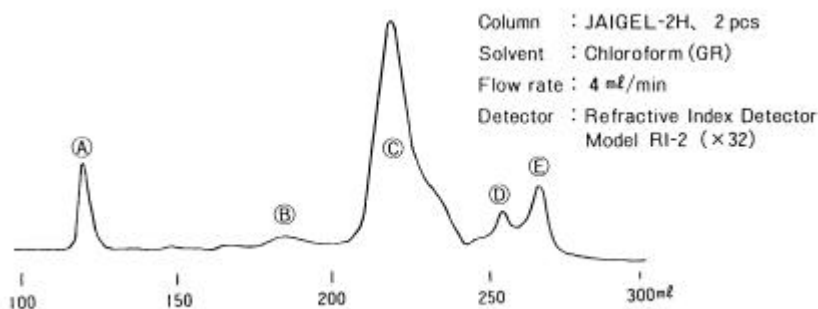


図-2 加硫ゴム抽出物のクロマトグラム

結果

A~Eのピークは分配し、それぞれのIRスペクトル(図-3)より次の化合物であることが推定される。

ピークA: NBR

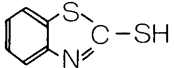
NBRのオリゴマーと思われる

ピークB: フタル酸エステル

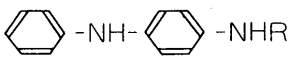
クロマトグラフの保持容量からDOPであると思われる。(可塑剤)

ピークC: 芳香族アミン

この芳香族アミンは分子量に分布を持つフェニルレンジアミン系又はジフェニルアミンとアセトンの反応物と推定される。(老化防止剤)

ピークE: 

2-Mercaptobenzothiazole (加硫促進剤)と推定される。

ピークD: 

N-Alkyl-N'-phenyl-P-phenylenediamine (老化防止剤)と推定される。

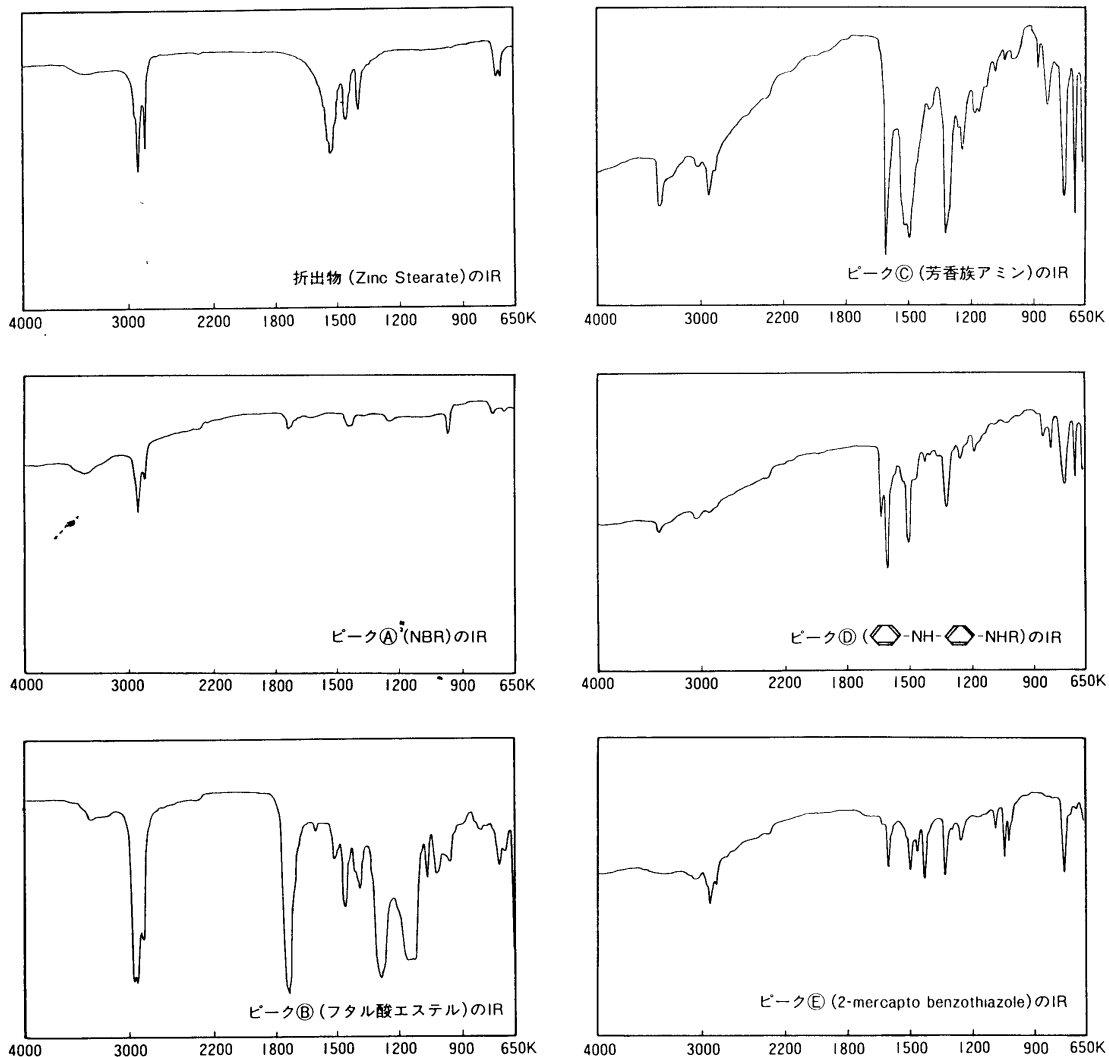


図-3 分取物のIRスペクトル