

関連製品：ハイブリッドパイロライザー

ハイブリッドパイロライザーの分析例 2 ナイロン6のハイブリッド分析



ハイブリッドパイロライザー
JHI-08

Keyword:

熱分解-GC/MS、熱抽出-GC/MS、添加剤分析、ポリマー組成分析

緒言

ハイブリッドパイロライザーとは、高周波誘導加熱方式と抵抗加熱方式の2つの加熱方式を兼ね備えたGC/MS用熱分解装置である。

高周波誘導加熱方式は、試料を急速に加熱できる為、熱分解分析に適している。一方で抵抗加熱方式は温度を自由に設定できる為、昇温時の熱抽出物分析に適している。

ハイブリッドパイロライザー JHI-08 には、この2つの加熱方式を組み合わせた「ハイブリットモード」があり、1試料に対して熱抽出物分析と熱分解分析の2つの分析を連続して自動で行う事ができる。

「ハイブリットモード」は、限られた試料からより多くの情報を得ることができ、分析業務の効率化が期待できる。ハイブリットパイロライザー JHI-08 を用いた「ハイブリットモード」による分析事例をご紹介します。

実験

試料 : ナイロン6 (一般グレード、ペレット)

使用機器 : ハイブリッドパイロライザー JHI-08、カラム入口冷却装置 CIC (Option)、GC/MS

分析概要

一連の分析工程を Fig. 1 に示す。ハイブリッドモードでは、以下の全行程が自動で進行する。

第1分析として熱抽出-GC/MS 分析を実施し、試料中の残留溶剤、未反応のモノマー及び添加剤等の分析を行った。

第1分析終了後、直ちに第2分析として熱分解-GC/MS 分析を実施し、ポリマー自体の組成分析を行った。

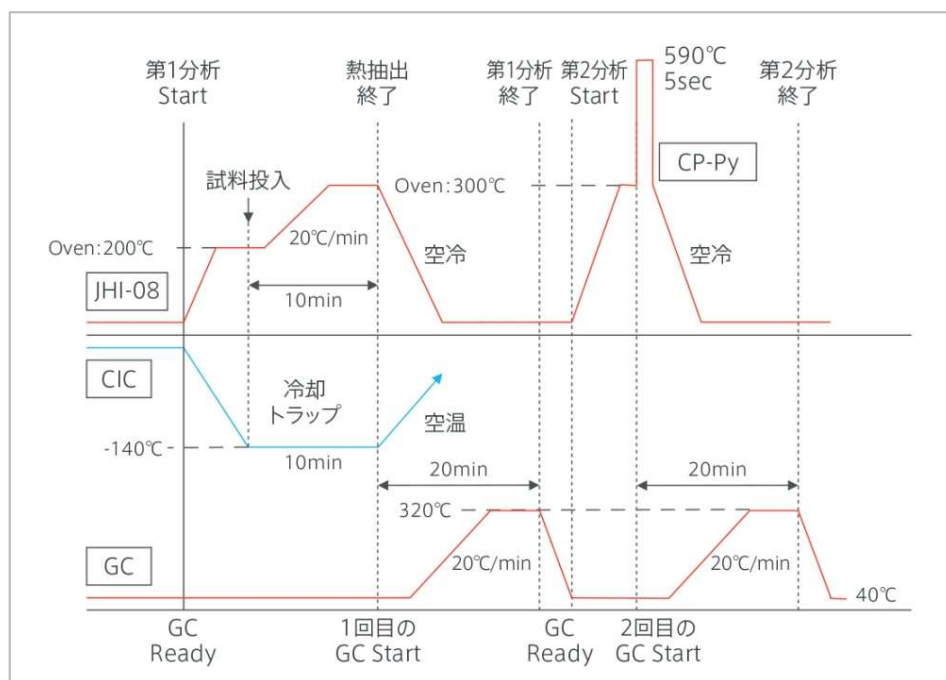


Fig. 1 ハイブリッドモードでの分析工程

結果

第1分析 (熱抽出-GC/MS 分析)

熱抽出温度

200 °C (1 min) > 20 °C/min > 300 °C (4 min)

熱抽出された成分はCICにより-140 °Cに冷却されたカラム入口にトラップし、熱抽出及びトラップ終了後、カラムオープン昇温して熱抽出クロマトグラムを得た。(Fig. 2)

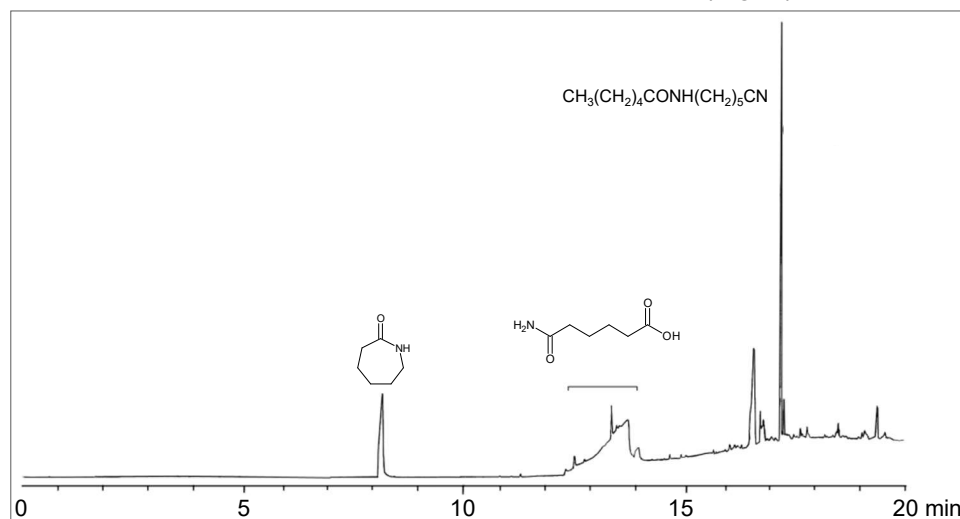


Fig. 2 ナイロン6の熱抽出クロマトグラム

第2分析 (熱分解-GC/MS 分析)

熱分解温度 (パイロヒール)

590 °C (F590)

熱分解-GC/MS 分析にて Fig. 3 のパイログラムを得た。

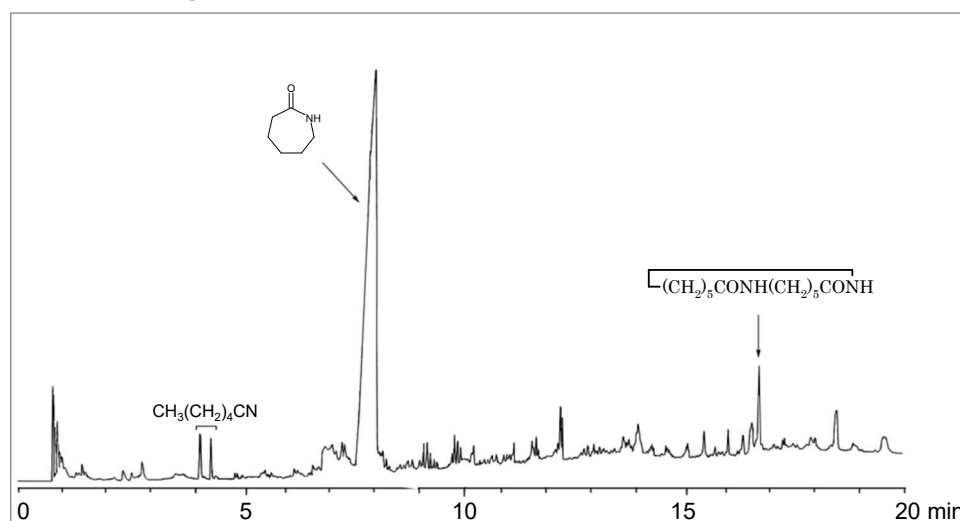


Fig. 3 ナイロン6の590 °Cによるパイログラム

結論・考察

ナイロン6はアウトガスが少ないポリマーとされ、電子デバイス分野でよく使用されているが、Fig. 2の熱抽出クロマトグラムでR.T. 13.6 minを中心とするブロードなピーク(高極性化合物)が検出された。このピークの化学構造は、クロマトグラム上に示すアミド基とカルボキシ基を併せ持つ化合物と推定される。尚、このピークは瞬間熱分解によって得られたFig. 3のパイログラムでは観察されないことから、高極性化合物は熱抽出加熱(緩慢な加熱)中に生じたものと推察される。

本法の詳細につきましては、当社までお問い合わせください。