

HS/GC/MSによる高分子材料製手袋からの発生ガス分析

関連製品：質量分析計(MS)

お問い合わせ先： 日本電子株式会社 グローバル営業本部 TEL: 03-6262-3568

【はじめに】

クリーンルームや真空部品などの製造現場で使用される手袋は、主に天然ゴムやニトリルゴムなどの高分子材料の成型品が用いられている。これらの材料は耐油性、耐摩耗性のほか、耐熱性も備えている。このため、手袋を装着したまま加温されたものに触れたり、煮沸消毒を行うことも可能となっている。

ここで、一般に高分子材料を加熱したときにはガスが発生するため、このようなゴム製品からもガスが発生すると考えられる。そこでヘッドスペース（HS）法とガスクロマトグラフィー/質量分析法（GC/MS）を組み合わせたHS/GC/MSシステムを用いて、天然ゴム（2種）、ニトリルゴム、塩化ビニル樹脂製の手袋4種を50℃で加熱した時に発生するガス成分を測定し、試料間の発生ガス成分の比較および発生ガス総量の比較を行った。

【測定条件】

切り取った高分子材料製手袋(Fig.1)の指先部分約100mgをHSバイアルに封入し(Fig.2)、Table1およびTable2に示した条件で測定した。



Fig1 Glove for sample

Table1 Measurement conditions for GC/MS

Column	ZB-5MSi (30m x 0.25mm, 0.25μm)
Ramping program	40℃ (1min) -5℃/min - 220℃
Flow rate & mode	1.0mL/min (Constant Flow)
Ionization energy	70eV
Chamber temp.	200℃
GCITF temp.	200℃
Scan range	m/z 10-300



Fig2 Samples in HS vial

- 1 nitrile rubber
- 2 vinyl chloride resin
- 3 natural rubber A
- 4 natural rubber B

Table2 Measurement conditions for HS

Sampling mode	Trap mode
Trap tube	GL Trap1
Times of extraction	3
Dry purge time	2.5min
Transfer line temp.	240℃
Heating temp.	50℃
Heating time	30min

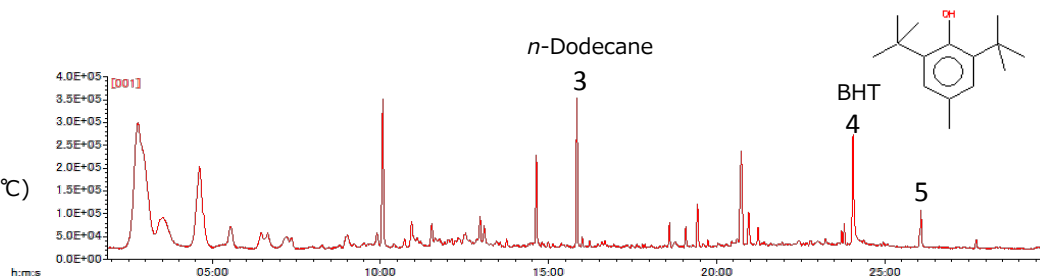
【測定結果と考察】

加熱温度50℃における各試料のTICクロマトグラムをFig.3に示す。

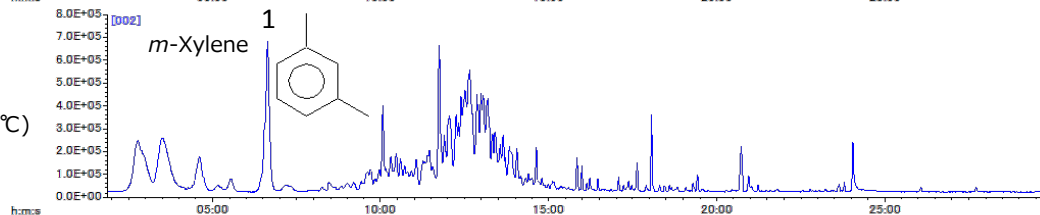
各TICクロマトグラムを比較したところ、試料原料に由来すると考えられる特徴的なプロファイルおよび成分が検出された。各試料での代表的な成分として、ピーク1～5のライブラリ検索による推定結果をFig.3に示した。

天然ゴム製品、ニトリルゴム製品、塩化ビニル樹脂製品を比較したとき、50℃という低温でありながら、それぞれ異なるプロファイルを示す結果であった。また、2種類の天然ゴム製品の結果を比較した場合も、天然ゴム製品Aのほとんどの成分が天然ゴム製品Bでも検出されているが、天然ゴム製品Bでは保持時間(R.T.)9～15minに特徴的な多くの不分離成分が観測された。マススペクトル解析の結果、 $C_{10}H_{22}$ および $C_{12}H_{24}$ の組成をもつ構造異性体であると推察された。

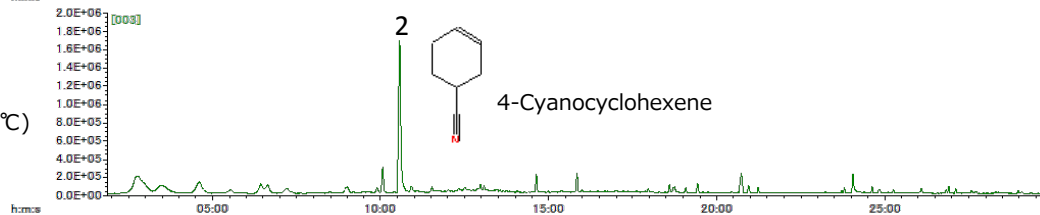
Natural rubber A
(Upper temperature limit: 100°C)



Natural rubber B
(Upper temperature limit: 100°C)



Nitrile rubber
(Upper temperature limit: 130°C)



Vinyl chloride resin
(Upper temperature limit: 60°C)

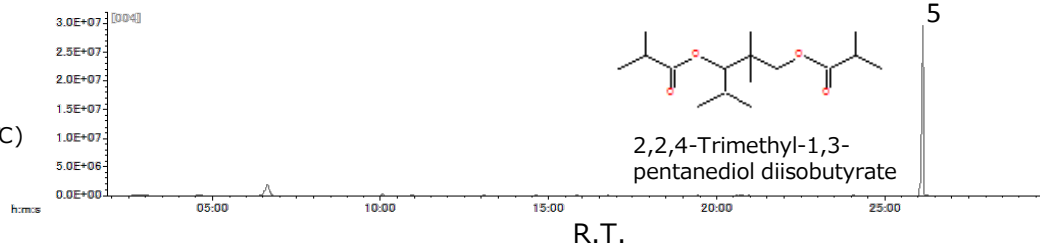


Fig.3 TIC chromatograms of each samples@50°C

各試料からの全発生ガス量を比較するため、TICクロマトグラムの全ピーク面積値を算出し、天然ゴム製品Aの面積値を1として各製品での面積比を求めた。その結果をFig.4に示す。

50°Cにおける総発生ガス量は塩化ビニル樹脂製品が最も多く、天然ゴム製品B、ニトリルゴム製品、天然ゴム製品Aの順であった。

塩化ビニル樹脂製品における発生ガス量の多くを占めた成分はピーク5の2,2,4-trimethyl-1,3-pentenediol diisobutyrateであり、この化合物は造膜助剤などとして用いられる添加剤として知られている。また、ニトリルゴム製品ではピーク2の4-cyanocyclohexeneが優位に検出された。

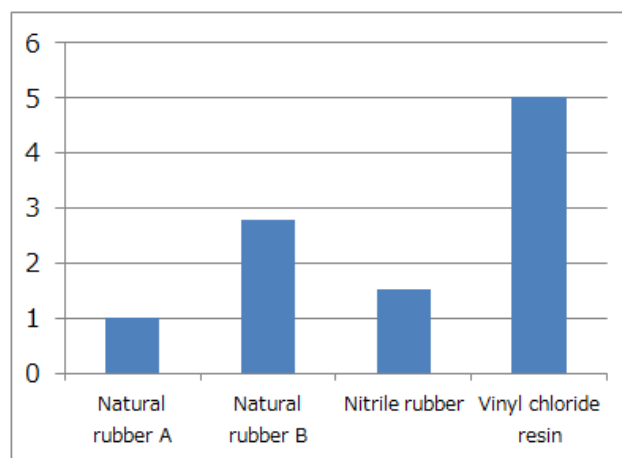


Fig.4 Comparison of total peak area ratio in TICCs of each samples @50°C

【まとめ】

一般に高分子材料の評価・解析には熱分解装置を用いたGC/MS手法がよく用いられる。しかし、比較的低い温度域での発生ガス分析を行う場合、HSを用いた手法で高分子材料製品の評価を行うことが可能である。

< R2611HD-EK >

本誌の記載内容は予告なしに変更することがあります。

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。

JEOL 日本電子株式会社

本社・昭島製作所

〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL: (042) 543-1111 (大代表) FAX: (042) 546-3353
www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

東京事務所 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル13階

営業企画室 TEL: 03-6262-3560 FAX: 03-6262-3577

電子光学機器営業推進室 TEL: 03-6262-3567 分析機器営業推進室 TEL: 03-6262-3568

産業機器営業部 TEL: 03-6262-3570 医用機器ソリューション販売部 TEL: 03-6262-3571

東京支店 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル18階 TEL: 03-6262-3580 FAX: 03-6262-3588

電子光学機器営業グループ TEL: 03-6262-3581 分析機器営業グループ TEL: 03-6262-3582

医用機器営業グループ TEL: 03-6262-3583

東京第二事務所 〒190-0012 東京都立川市曙町2丁目8番3号 新鈴舎ビル9階

半導体機器営業室 TEL: 042-528-3491 ソリューションビジネス部 TEL: 042-526-5098

横浜事務所 〒222-0033 神奈川県横浜市港北区新横浜3丁目6番4号 新横浜千歳ビル6階 TEL: 045-474-2181 FAX: 045-474-2180

海外事業所・営業所 Boston, Paris, London, Amsterdam, Stockholm, Sydney, Milan, Singapore, Munich, Beijing, Moscow, Sao Paulo ほか

札幌支店 〒060-0809 北海道札幌市北区北9条西3丁目19番地 ノルテプラザ5階

仙台支店 〒980-0021 宮城県仙台市青葉区中央2丁目2番1号 仙台三菱ビル6階

筑波支店 〒305-0033 茨城県つくば市東新井18番1号

名古屋支店 〒450-0001 愛知県名古屋市中村区那古野1丁目47番1号 名古屋国際センタービル14階

大阪支店 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル11階

西日本ソリューションセンター 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル11階

広島支店 〒730-0015 広島県広島市中区橋本町10番6号 広島NSビル5階

高松支店 〒760-0023 香川県高松市寿町1-1-12 パシフィックシティ高松5階

福岡支店 〒812-0011 福岡市博多区博多駅前2丁目1番1号 福岡朝日ビル5階

TEL: 011-726-9680 FAX: 011-717-7305

TEL: 022-222-3324 FAX: 022-265-0202

TEL: 029-856-3220 FAX: 029-856-1639

TEL: 052-581-1406 FAX: 052-581-2887

TEL: 06-6304-3941 FAX: 06-6304-7377

TEL: 06-6305-0121 FAX: 06-6305-0105

TEL: 082-221-2500 FAX: 082-221-3611

TEL: 087-821-0053 FAX: 087-822-0709

TEL: 092-411-2381 FAX: 092-473-1649