

オレフィンエラストマーを含む PPS 樹脂の IR スペクトル分析

[目的]

エンジニアプラスチック成型用樹脂と、これに含まれるエラストマー樹脂の同定分析。



[測定]

成形体、ペレットとも樹脂を削りだしにより薄片とし FT-IR 装置による透過法で測定。

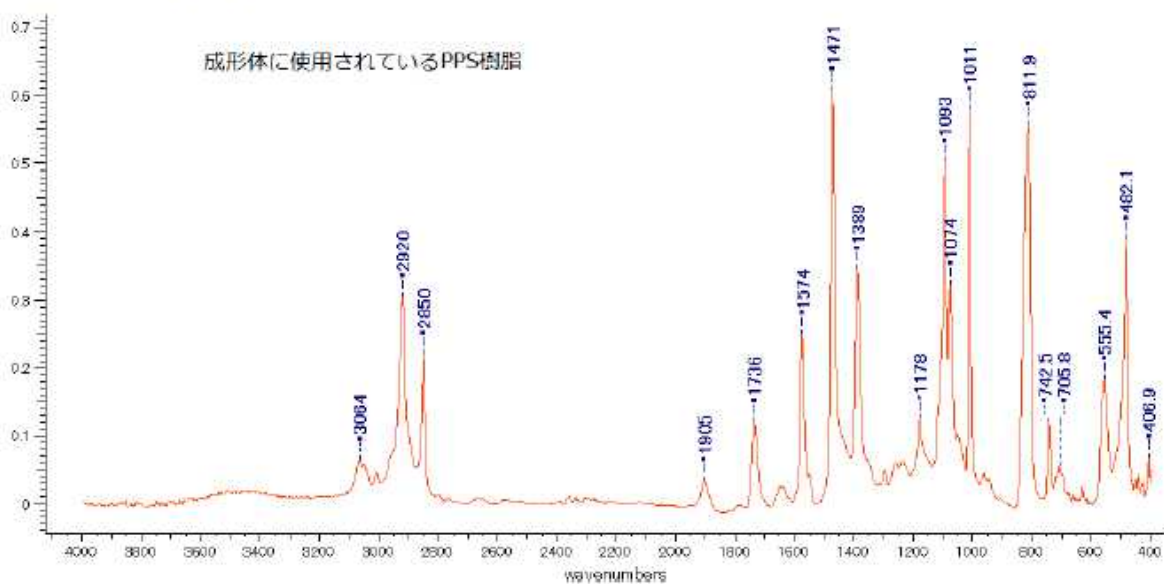
装置：JEOL FT-IR 装置 winspec-50 形

(エラストマーの採取)

当エンジニアリングプラスチックはトルエンに不溶であったので、成形体を削り取りトルエンで加熱し溶解抽出し乾燥してエラストマー採取した。ペレットは同様にトルエン加熱抽出により採取した。

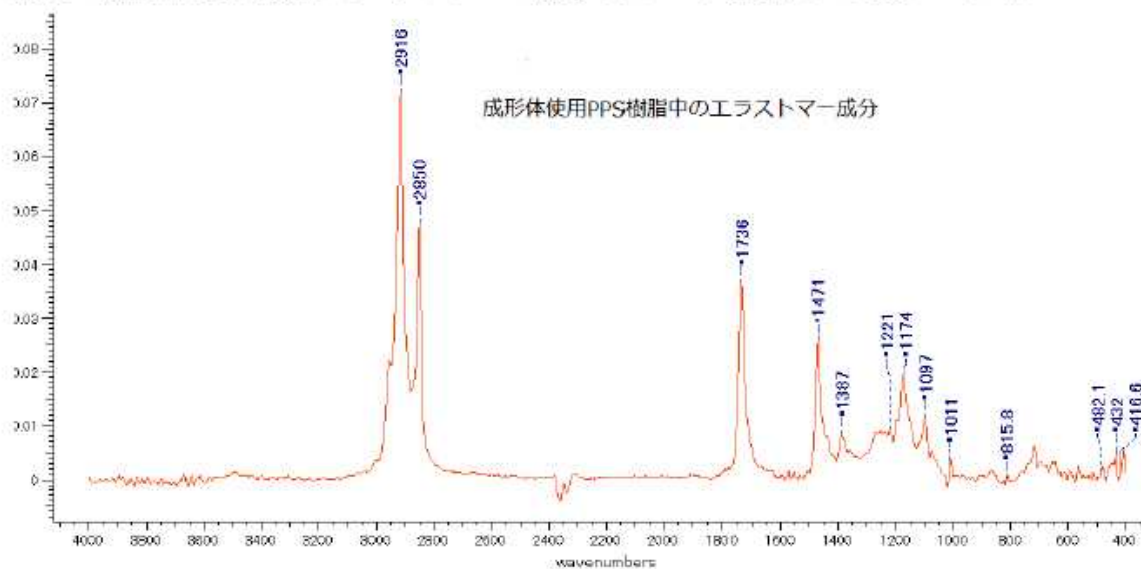
1. 成形体の樹脂分析

IR-1 成形体の IR スペクトル



(解釈) PPS で、長鎖アルキル基を有するエステル系エラストマーが推察される。

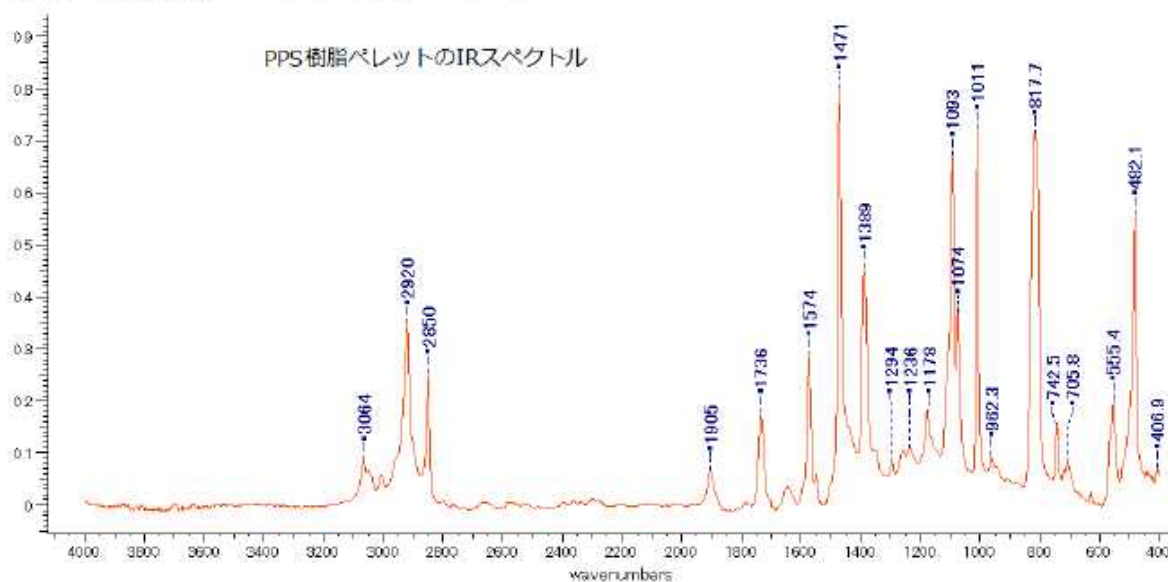
IR-2 成形体 PPS 樹脂中のエラストマー成分（トルエン溶解物）の IR スペクトル



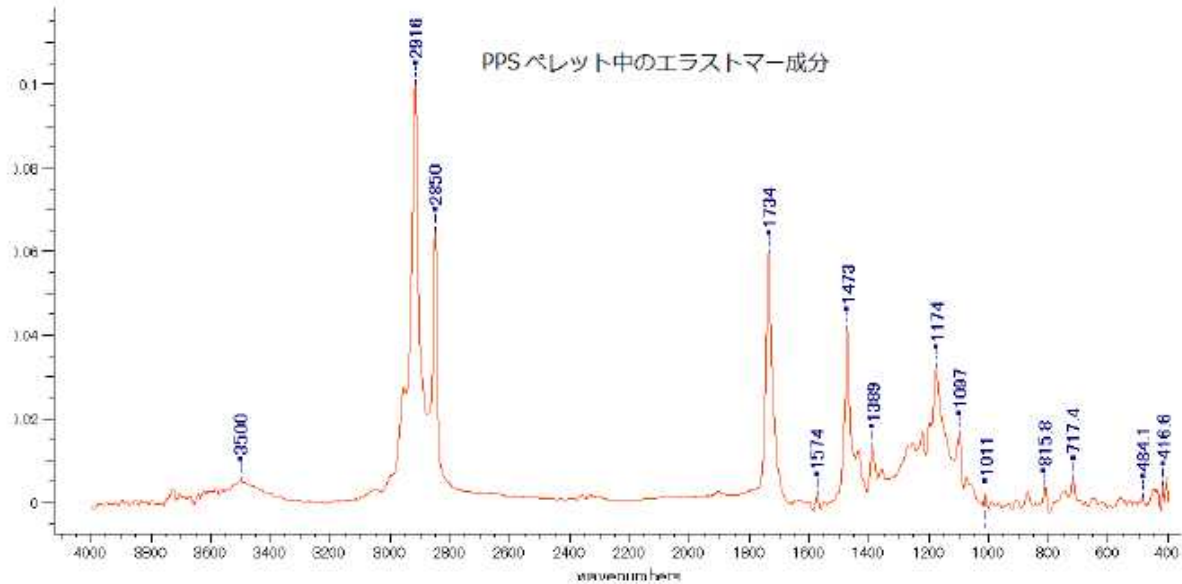
(解釈) エラストマー成分の低分子オリゴマーと推察される。ペレット中のエラストマーと同一。長鎖脂肪族ポリエステル樹脂ないし、高級脂肪酸をペンダントとしたビニル系樹脂と推察。

2. [PPS 樹脂ペレット中のエラストマー]

IR-3 PPS 樹脂ペレットの IR スペクトル



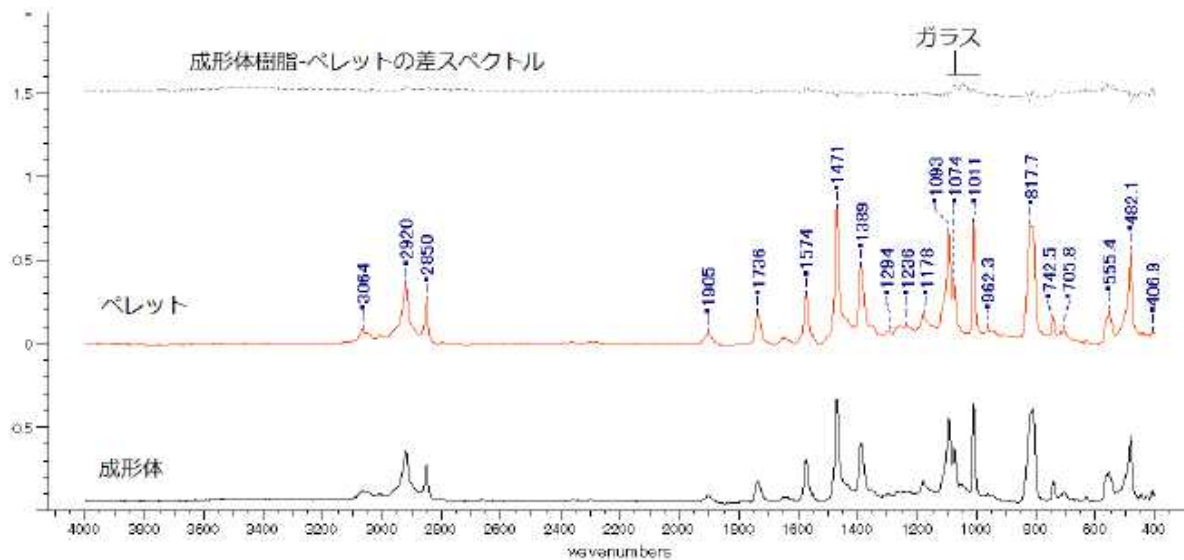
IR-4 PPS 樹脂ペレット中の熱トルエン可溶分



(解釈) エラストマー成分の低分子オリゴマーと推察される。

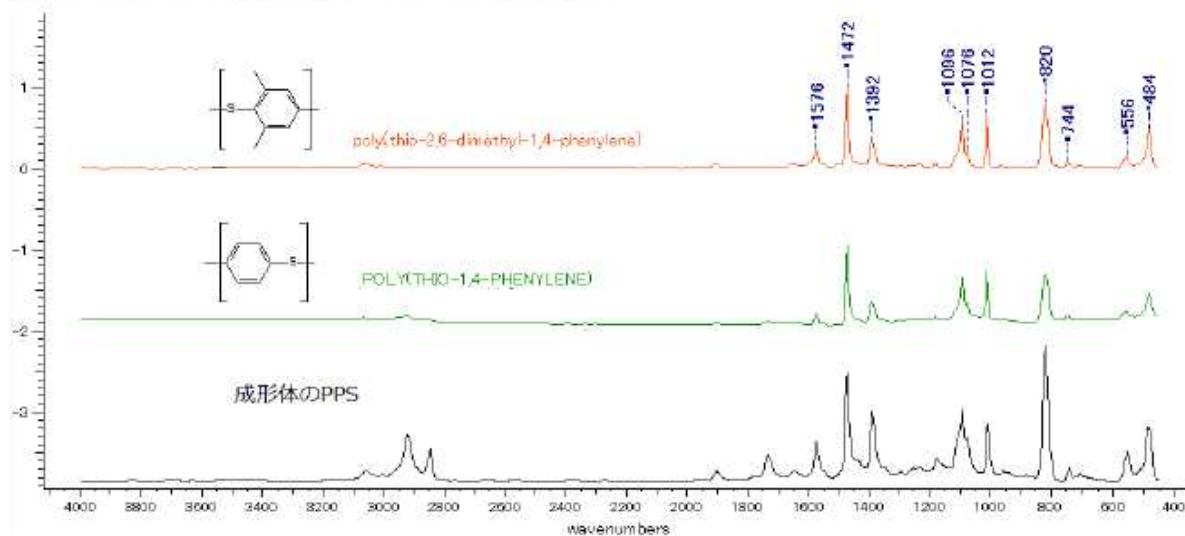
3. [IR スペクトルにみる樹脂情報]

IR-5 成形体とペレットの双方 PPS 樹脂の同一性判定

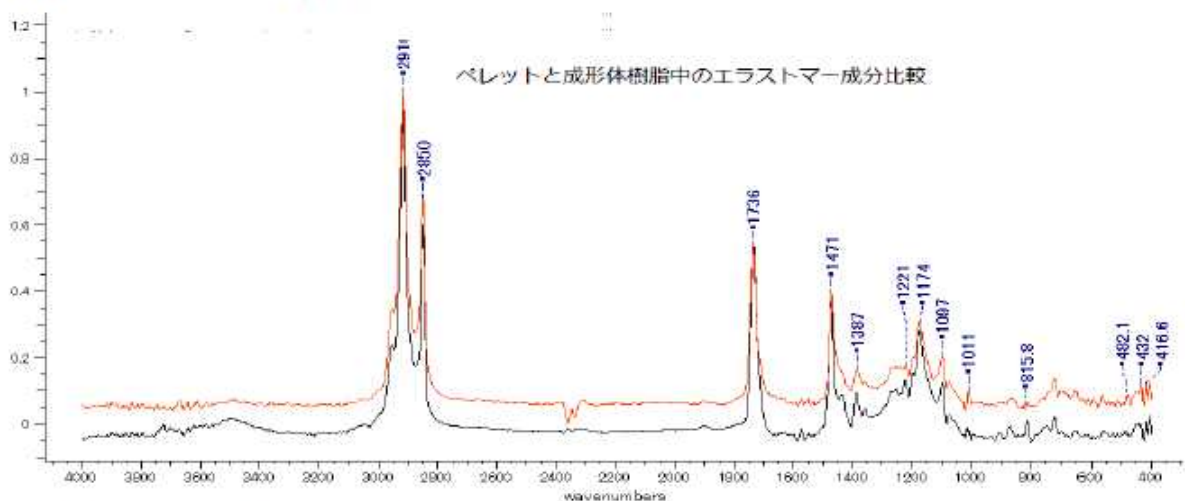


(解釈) ガラス繊維の局部濃度ムラ以外は同一配合の樹脂組成である。

IR-6 成形体の PPS 樹脂と PPS 同類樹脂比較

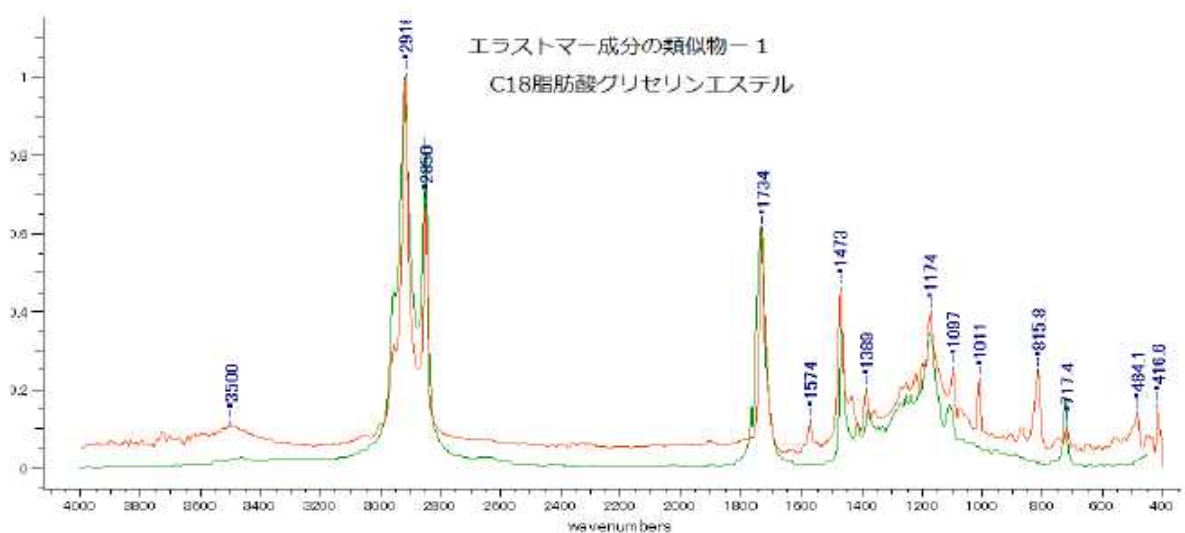


IR-7 エラストマーの同一性

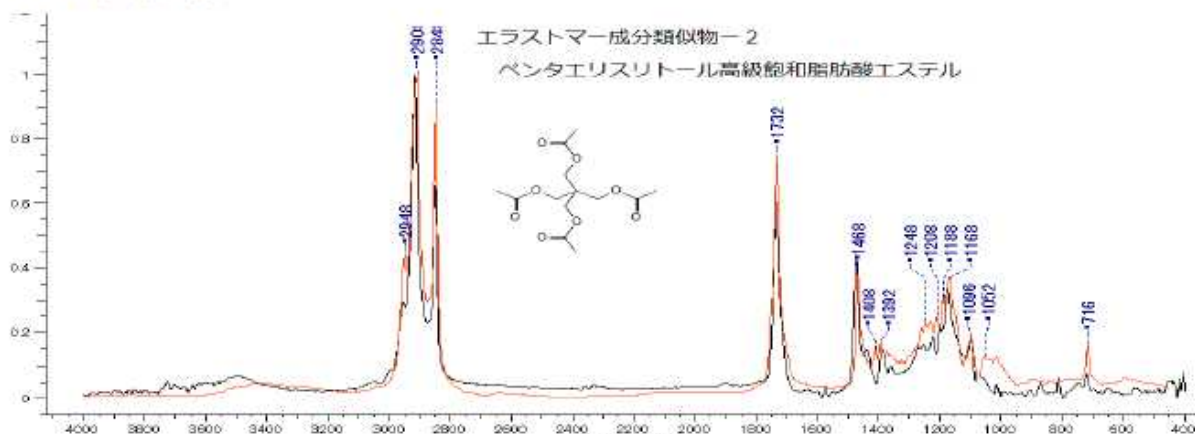


(解釈) トルエン可溶分の比較から両者とも同一である。

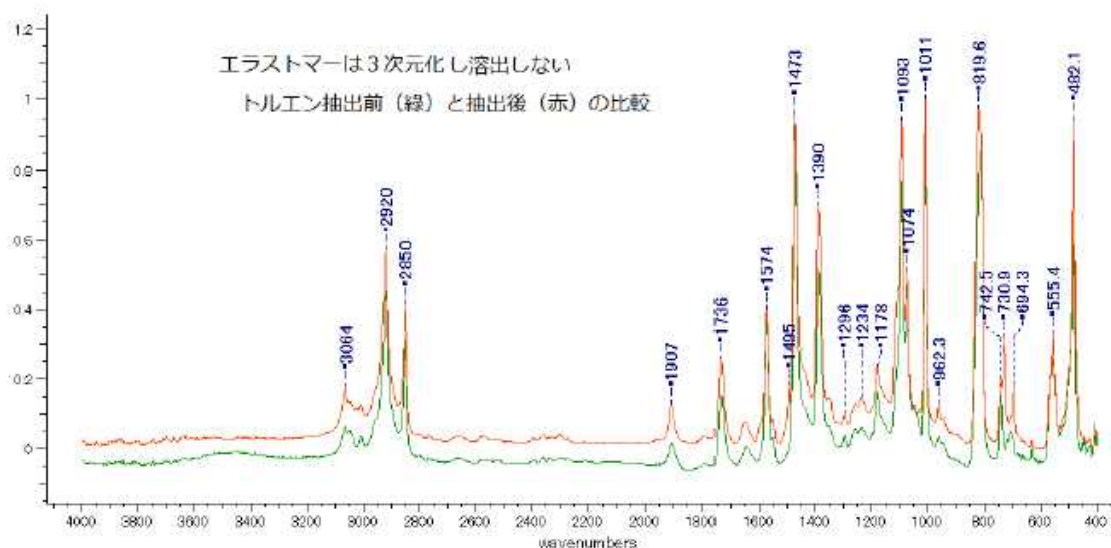
IR-8 エラストマー成分の同定 候補物質-1



IR-9 候補物質-2

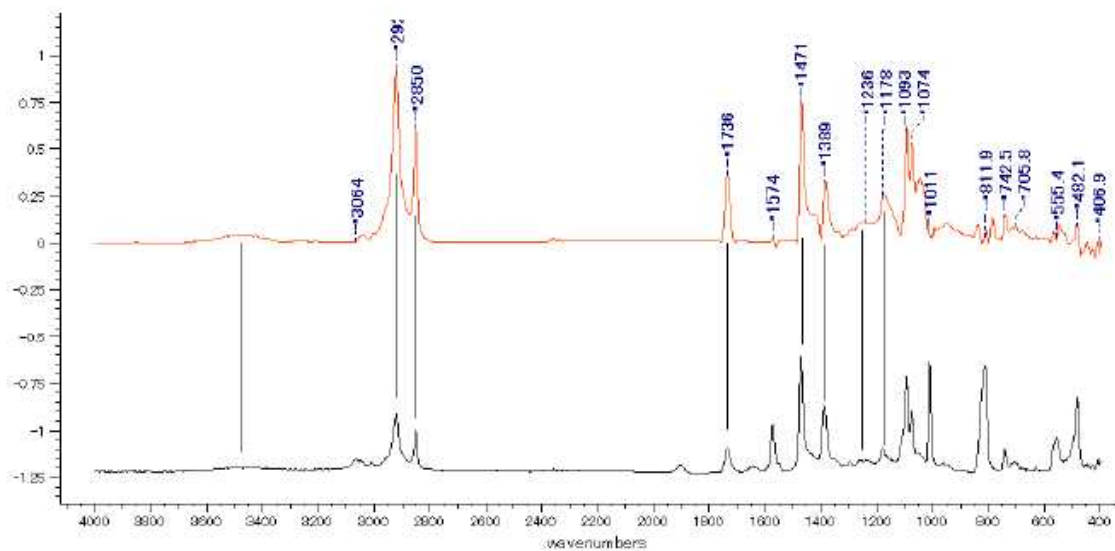


IR-10 トルエン抽出前後での PPS 樹脂スペクトルの変化



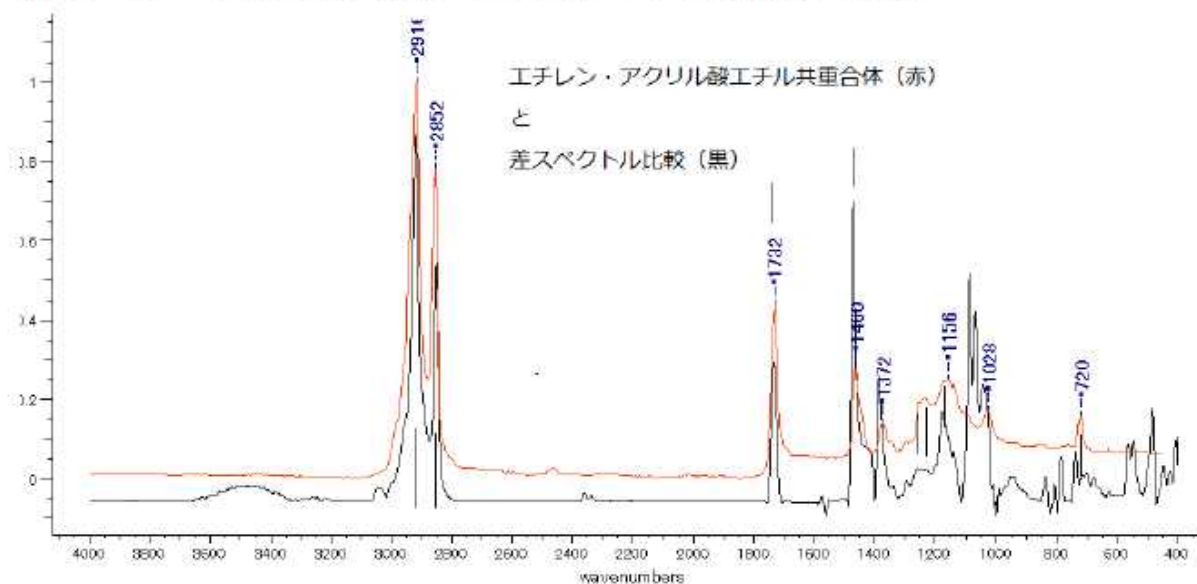
(解釈) エラストマーは PPS 中に数%程度存在し、ゴム化 (3次元化) し溶出しないことを確認。

IR-11 成形体樹脂 (黒) と標準 PPS 樹脂の差スペクトル (赤) からエラストマーの推定。



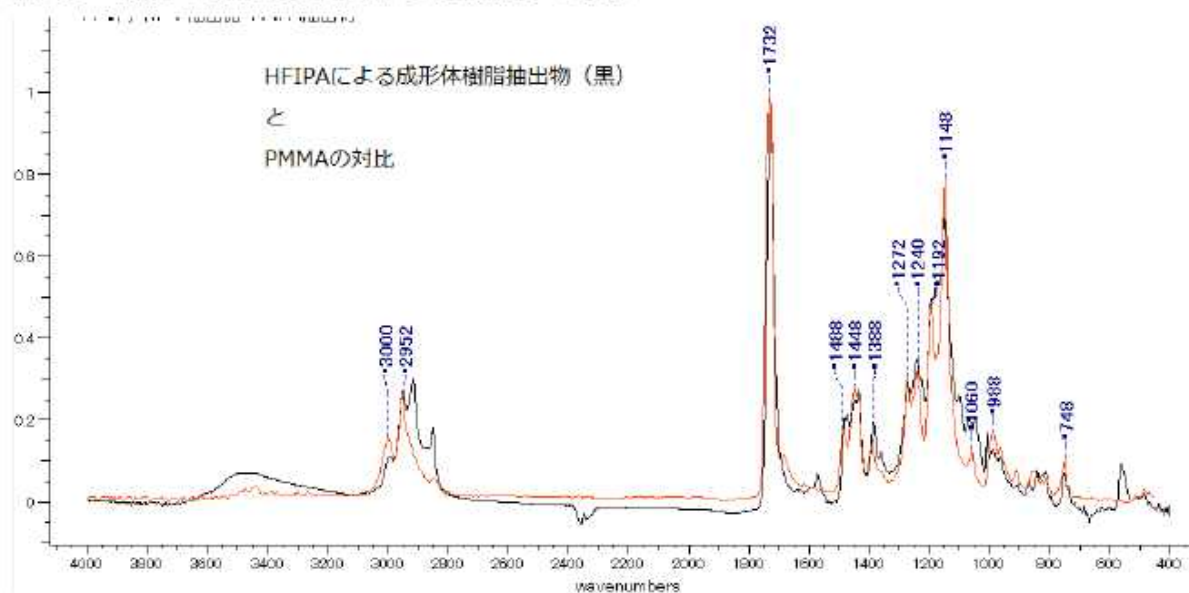
(解釈) 極めて長鎖が置換したアルリルエステル樹脂に近い。

IR-12 差スペクトルと長鎖含有アルリル酸エステル樹脂類との対比



(解釈) ethylene/ethylacrylate = 8/2 の共重合体と類似する。ただ差スペクトルの 1200cm⁻¹ 付近パターンはエチルアクリレート的でない。

IR-13 樹脂の HFIPA 抽出物と PMMA の対比



(解釈) IR-12 のエチレン・アクリル酸エステル共重合体のアクリルがエチルアクリレートモノマーでなくメチルメタクリレートであることが判明。

[結論]

依頼された PPS 樹脂とエラストマー成分は、

1. PPS 樹脂は 2,6 ジメチル形フェニレンサルファイド主体で、少量の無置換フェニレンサルファイド (PPS) が含まれる。成形体使用樹脂とペレットは同一である。
2. エラストマー成分 PPS 樹脂中に数%レベルで含まれる。エラストマー成分に関して、成形体使用樹脂とペレットとは同一である。
3. エラストマー成分はエチレン・メチルメタクリレート共重合体で3次元化ゲルと成っている。エチレン/MMA 比は 80/20 程度と推定される。
4. 解析を依頼された IR スペクトルは成形体、ペレットと同一の PPS 樹脂を測定したものである。
5. 分析過程で溶媒抽出物が高級脂肪酸エステル類と酷似するため、これをエラストマー候補に挙げた。その後このものが結論3.のエチレン・MMA 共重合体の低分子物でも同様なパターンとなることが判明し、脂肪酸類は IR パターン類似物に留まると判断した。

以上