

ダブルショット・パイロライザー(PY-2020D)による ポリマー(EVA)の分析

Analysis of Ethylene Vinylacetate (EVA) Copolymer
by Double-Shot Pyrolyzer (PY-2020D)

熱分解ガスクロマトグラフィー(Py-GC)は、高感度で迅速なポリマー分析法として使用されています。最近では、連続昇温加熱可能な加熱炉を用いることで、高分子化合物中の微量の残留モノマー・オリゴマー等を熱抽出分析することも可能となりました。

今回は昇温可能な熱分解装置としてダブルショットパイロライザー(PY-2020D, フロンティア・ラボ社製)とGCMS-QP5050Aを用いてのシステムをご紹介します。

ダブルショットパイロライザー; PY-2020Dは

シングルショット法(瞬間熱分解法)

ダブルショット法(多段階熱分解法)

発生ガス分析法

の3つの分析法が可能です。

(今回の資料作成にはフロンティア・ラボ株式会社の資料を一部引用しています。)



Fig.1 ダブルショットパイロライザー(PY-2020D)
Double-Shot Pyrolyzer (PY-2020D)

下記にシングルショット法とダブルショット法の違いを簡単に示しました。

要約しますと、ダブルショット法を用いると、まず初

めにポリマー中の揮発性成分を熱脱着法により分析し、残りの基質ポリマーを瞬時に熱分解することで、1つの試料から2つの異なった情報を得ることができます。

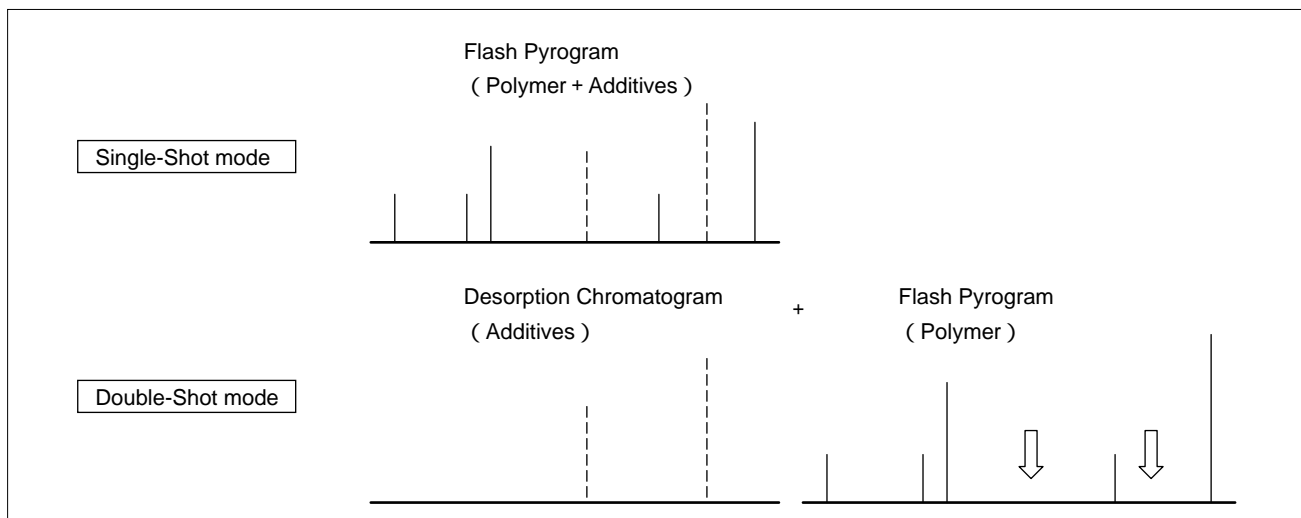


Fig.2 シングルショット法とダブルショット法の比較(フロンティア・ラボ資料より)
Comparison of Single-Shot and Double-Shot Methods (Provided by Frontier Lab Ltd.)

実サンプルでの分析例をご紹介します。

EVA (エチレン・酢酸ビニル共重合体) を50 から20 /minの昇温速度で650 まで加熱して発生ガス分析 (EGA-Direct MS) を行った結果を図 (Fig.3) に示します。

100 から260 にかけての微少なピークと、260 から550 にかけてのポリビニル骨格の分解に伴うピークが観測されます。100 から260 にかけてのピークは試料中に残留するモノマーや各種添加剤の揮発に伴うピークと考えられます。そこで酢酸 (CH_3COOH) の分子イオンである $m/z=60$ と炭化水素のフラグメントである $m/z=57$ のマスクロマトグラムを描いたところ、 $m/z=60$ は100 から240 にかけて、 $m/z=57$ は260 から出現することが判明しました。

次にダブルショット法を用いて400 までの発生ガス (Peak-1に相当) とその後の550 まで発生ガス (Peak-2に相当) をGC/MS分析した結果をMC (Fig.4,5) にまとめて示します。Peak-1からは酢酸 (CH_3COOH)、メチルヘプタデシルケトン (✓印) 等が検出されています。Peak-2から3本組の直鎖炭化水素のピークが得られています。

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Model	: GCMS-QP5050A PY-2020D (FRONTIER LAB)
-GC-	
Column	: Ultra ALLOY + 5 (30m × 0.25mm I.D. df=0.25μm)
Column Temp.	: 50 (5min)-10 /min-320 (30min)
Carrier Gas	: 100kPa
Injection Temp.	: 300
Injection Method	: Split 1:50
-MS-	
Interface Temp.	: 280
Ionization Method	: EI
Scan Range	: m/z 10-500
Scan Interval	: 0.5sec

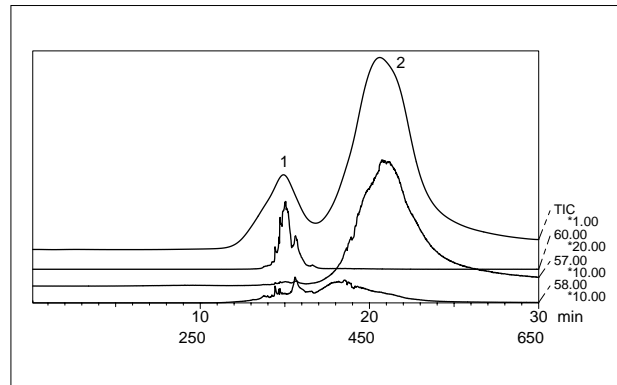


Fig.3 EVAのEGAカーブ
EGA Curve of EVA

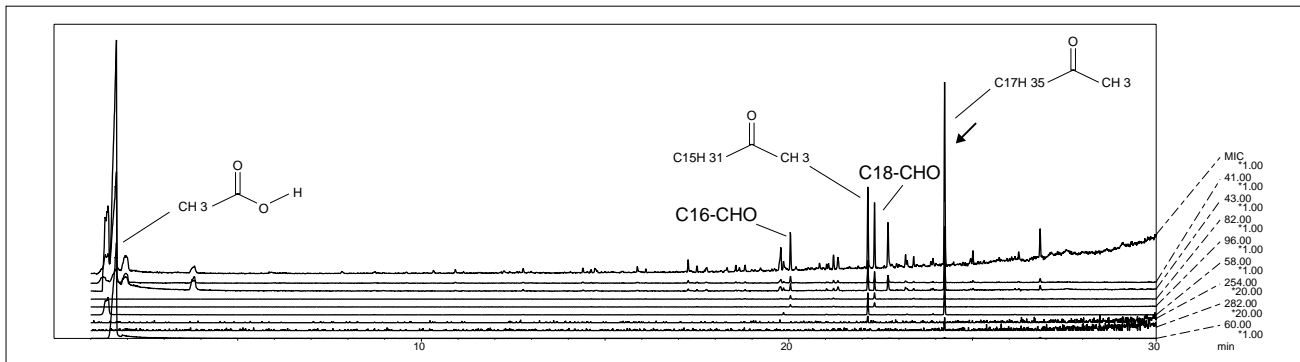


Fig.4 400 における発生ガス
Mass Chromatograms of EVA (Pyrolysis Temp. 400)

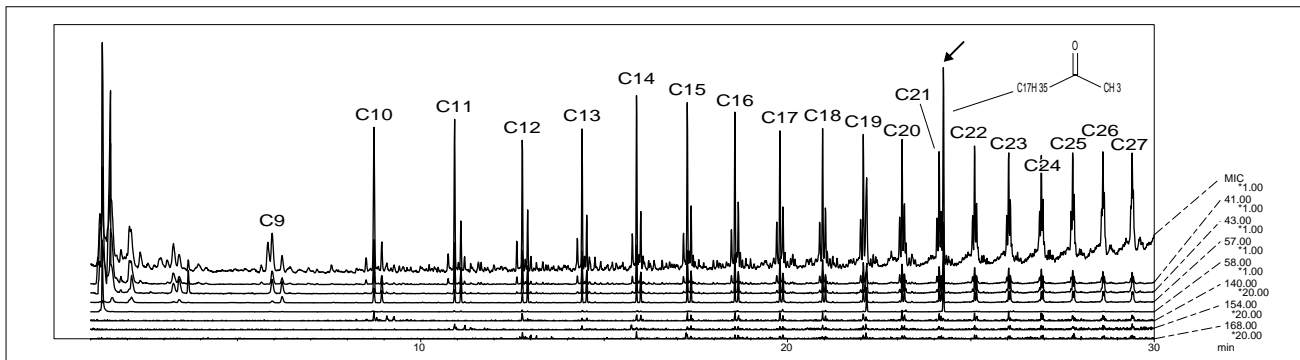


Fig.5 550 における発生ガス
Mass Chromatograms of EVA (Pyrolysis Temp. 550)

初版発行：2000年8月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691 (携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号 (075) 813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。