

GC/MS-ダブルショット・パイロライザー (PY-2020D) によるポリマー中の残留溶媒の分析

Analysis of Residual Solvent in Polymers by GC/MS-Double-Shot Pyrolyzer (PY-2020D)

熱分解ガスクロマトグラフ質量分析計 (Py-GC/MS) はポリマーの分析方法として広く使用されています。昇温可能な熱分解装置：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) とガスクロマトグラフ質量分析計 (GCMS-QP5050A) を用いることにより、発生ガス分析法 (Evolved Gas Analysis：EGA) やダブルショット分析法 (多段階熱分解法) といった多様な分析

方法で、ポリマーだけでなくポリマー中の残留溶媒や添加剤等の分析を容易に行うことが出来るようになりました。

今回は、ポリマー中の残留溶媒の分析として、液体試料注入用サンプラー (本体付属品) を用いて、ポリマー中の残留溶媒の定量を行った例をその 1 に、EGA法を用いてポリマーの熱処理による残留溶媒の変化についての分析を行った例をその 2 に示します。

S. Fukumoto

その 1 ポリマー中の残留溶媒の定量

エポキシ系ポリマーのフィルムについて、熱分解 GC/MSを用いての残留溶媒 (ベンジルアルコール) の定量を行いました。PY2020Dは本体付属品の液体試料注入用サンプラーを使用することにより、溶液の注入を行うことが出来ます。この際に使用するシリジンは一般に市販されている針長50mmのものを使用します。

分析条件をTable 1に示します。ベンジルアルコールをアセトンで希釈し (1, 2, 10mg/mL), 各濃度の標準試料溶液1 μ LをPY-2020Dの液体試料注入用サンプラーに注入しました。(注入にはソルベントフラッシュ法を用いています) 測定した各濃度のマスクロマトグラム (MC) をFig.1に、またこの結果より作成した検量線をFig.2に示します。

Table 1 分析条件

Analytical conditions of Double-shot method

Model	: GCMS-QP5050A : PY-2020D (FRONTIER LAB)
-GC-	
Column	: Ultra ALLOY + 5 (30m \times 0.25mm I.D. df=0.25 μ m)
Column Temp.	: 40 (1min)-15 /min-120 -25 /min-300 (7min)
Carrier Gas	: 100kPa (1min)-9kPa/min-150kPa -13kPa/min-240kPa (7min)
Injection Temp.	: 280
Injection Method	: Split 1 : 100
-MS-	
Interface Temp.	: 300
Ionization Method	: EI
Scan Range	: m/z 35-300
Scan Interval	: 0.3sec

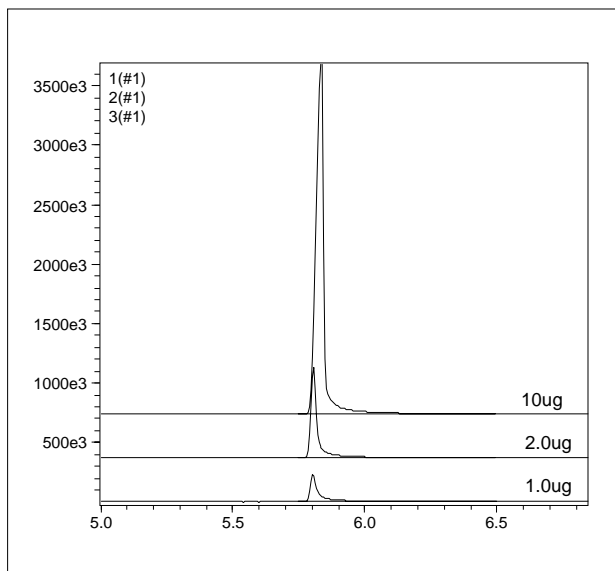


Fig.1 ベンジルアルコールのMC (m/z : 108)
Mass Chromatograms of Benzyl Alcohol (m/z : 108)

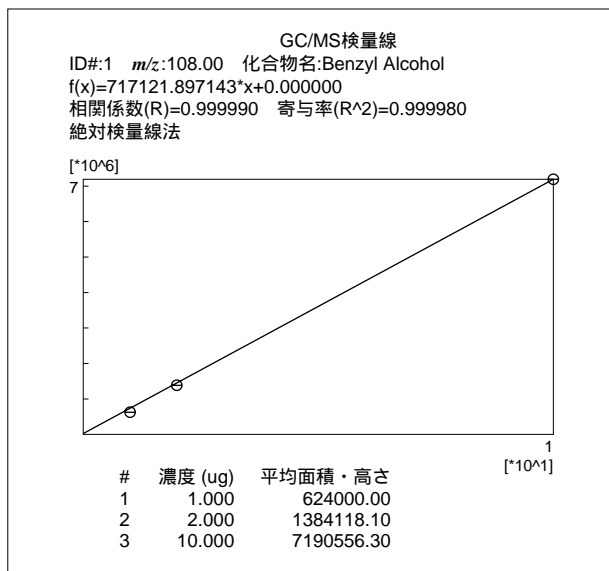


Fig.2 ベンジルアルコールの検量線
Calibration Curve of Benzyl Alcohol

次に、ポリマーを230 で加熱して得られたマスクロマトグラムをFig.3に示します。ベンジルアルコールのピーク形状が標準試料よりもテーリングが多少大きくなっています。これはポリマー中の残留溶媒を測定した場合、ポリマーからの析出に時間がかかるためと思われます。

次に、同じポリマーの繰り返し分析の再現性をTable 2に示します。熱分解による測定にもかかわらず安定した再現性が得られています。

Table 2 繰り返し再現性
Repeatability

	1	2	3	4	5	CV値(%)
測定値(μg)	8.3	7.8	8.3	8.1	8.8	
サンプル量(mg)	2.1	2.2	2.1	2.0	2.1	
濃度(μg/mg)	4.0	3.5	4.0	4.1	4.2	6.10

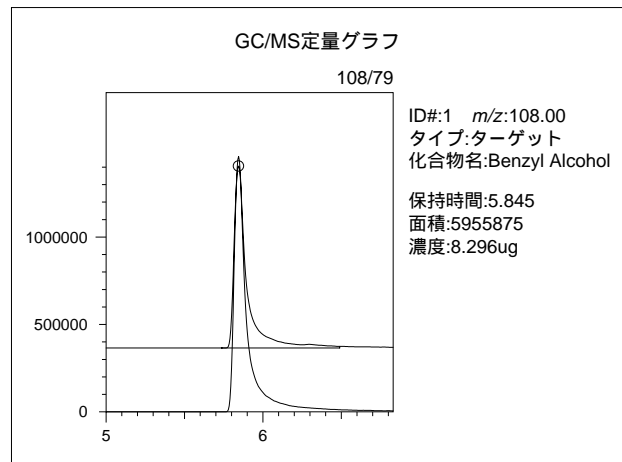


Fig.3 ベンジルアルコールの定量結果
Quantification Result of Benzyl Alcohol

その2 EGA法による熱処理時の残留溶媒変化の分析

EGA法は昇温分析可能な熱分解装置を用い、高分子試料の昇温加熱過程で発生する揮発成分および高分子分解生成成分を分離しないで直接MSに導入して測定する分析法です。

今回はイミド系のポリマーの分析を行いました。低温で加熱処理したものと、高温で加熱処理したものをそれぞれEGA法で測定しました。その結果のトータルイオンクロマトグラム(TIC)をFig.4に示します。

低温熱処理を行ったポリマーは200 から400 にかけてピークが見られ、残留溶媒が主な成分となっています。600 から700 にかけて見られるピークはポリマーが分解したものです。次に、高温熱処理を行ったポリマーは200 から300 にかけてのピークが見られません。このことから、高温熱処理によって、残留溶媒が除去されたことがわかります。

Table 3 分析条件

Analytical conditions of EGA method

Model	: GCMS-QP5050A : PY-2020D (FRONTIER LAB)
-Pyrolyzer-	
Pyrolysis Temp.	: 40 (2min)-20 /min-700
-GC-	
Column	: Ultra ALLOY-DTM-2.5N (2.5m x 0.15mm I.D.)
Column Temp.	: 300
Carrier Gas	: 20kPa
Injection Temp.	: 300
Injection Method	: Split 1 : 50
-MS-	
Interface Temp.	: 300
Ionization Method	: EI
Scan Range	: m/z 35-500
Scan Interval	: 3sec

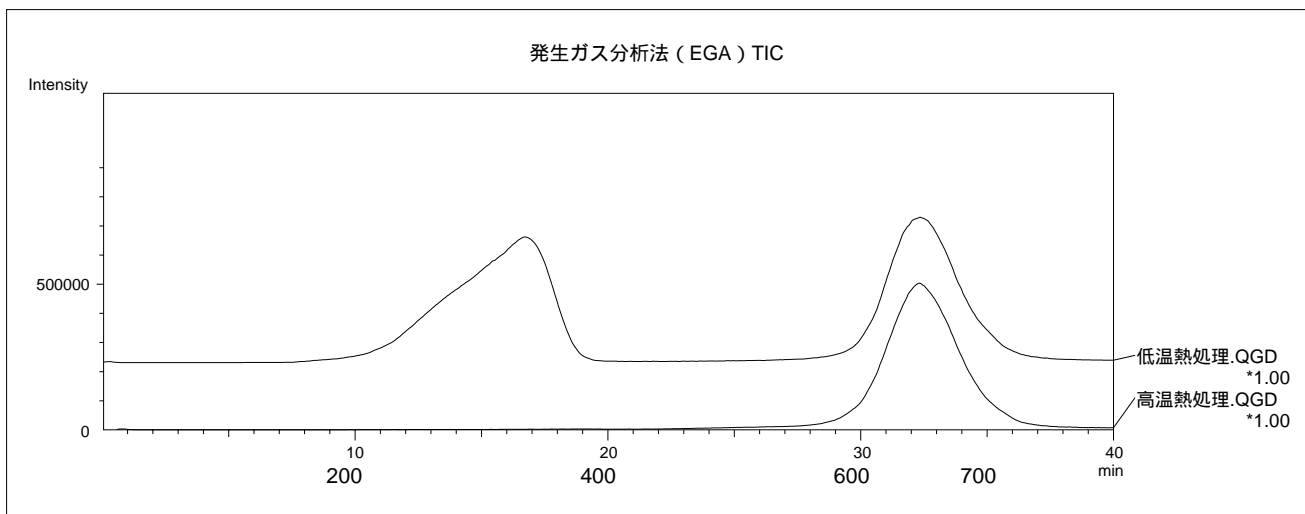


Fig.4 イミド系ポリマーのEGA曲線
EGA Curves of Polyimide

初版発行：2001年10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。