

# Application Data Sheet

## No. 128

### GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

## 多機能注入口OPTIC-4の反応熱分解モードによる樹脂分析

Thermal assisted hydrolysis and methylation-GC/MS of resin using multimode inlet OPTIC-4

多機能注入口OPTIC-4は反応熱分解GC-MS法(thermal assisted hydrolysis and methylation-GC/MS; THM-GC/MS)に用いることができます。THM-GC/MSは試料を加熱しながらアルカリ加水分解、生成物をメチル化誘導体化し、誘導体化された化合物をGC/MSで測定する方法です。THM-GC/MS法は熱分解により極性化合物を生じる樹脂試料の測定などに有効です。OPTIC-4は不活性なガラス製マイクロバイアル中で、誘導体化反応をすることができます。

### 実験

ポリカーボネート樹脂試料をカッターナイフで切り取り、約0.1mgをマイクロバイアルに入れました。4 µlの水酸化テトラメチルアンモニウム (25%メタノール溶液) (Tetramethylammonium Hydroxide(25% in methanol))をマイクロバイアルの試料に添加しました。マイクロバイアルをライナーに入れ、マイクロバイアルをセットしたライナーに注入口シール用Oリングを通し、両端にキャップをし、AOC-6000のラックにセットしました。

Table 1. に示す条件で分析しました。反応熱分解の温度は、反応試薬を用いない通常のPy-GC測定の場合(500~600°C)よりも低い、300~400°C程度の温度に設定して、測定を行うのが一般的です[1・2]。そのため注入口温度は420°Cまで昇温し分析しました。

Table 1 分析条件

#### 装置

|           |   |
|-----------|---|
| 注入口:      | OPTIC-4                                     |
| ライナー:     | L100011, DMI liner with taper               |
| GC-MS:    | GCMS-QP2020                                 |
| オートサンプラー: | AOC-6000 (LINEX-2 およびCDC Station付き)         |
| カラム:      | SH-Rxi-5SilMS (0.25 mm x 30 m, df=0.25 µm ) |

#### [Injector]

#### [Injector]

|                     |  |
|---------------------|--|
| Vent time:          | 1分   |
| Method Type:        | Split  |
| Equilibration Time: | 5秒   |
| End Time:           | 60分  |
| 気化室温度:              | 40°C(10秒) → (60°C/ 秒) → 420°C(3分)<br>→ 320°C(hold) |
| キャリアガス:             | ヘリウム   |

Carrier Control Mode: Flow Control

|                     |            |
|---------------------|------------|
| Start Column Flow : | 1.5 ml/min |
| End Column Flow:    | 1.5 ml/min |
| Initial Split Flow: | 150 ml/min |
| Split Flow:         | 450 ml/min |
| Septum Purge Flow:  | 10 ml/min  |

#### [GC]

カラムオープン温度:  
40°C(2分) → (4°C/ 分) → 230°C → (10°C/ 分) → 320°C (1分)

#### [MS]

|             |                                    |
|-------------|------------------------------------|
| インターフェース温度: | 250°C                              |
| イオン源温度:     | 200°C                              |
| データ採取時間:    | 5 – 50.0分                          |
| 測定モード:      | Scan                               |
| イベント時間:     | 0.3秒                               |
| 質量範囲:       | m/z 29-600                         |
| 検出器電圧:      | Relative to the Tuning Result 0 kV |

## 分析結果

得られたトータルイオンカレントクロマトグラム(TICC)と検出された成分のマススペクトルを図に示します。Fig.1に示すようにエステル結合が加水分解されて生成したビスフェノールAの水酸基が一つメチル化された化合物と、二つの水酸基がともにメチル化された化合物がそれぞれ検出されました。

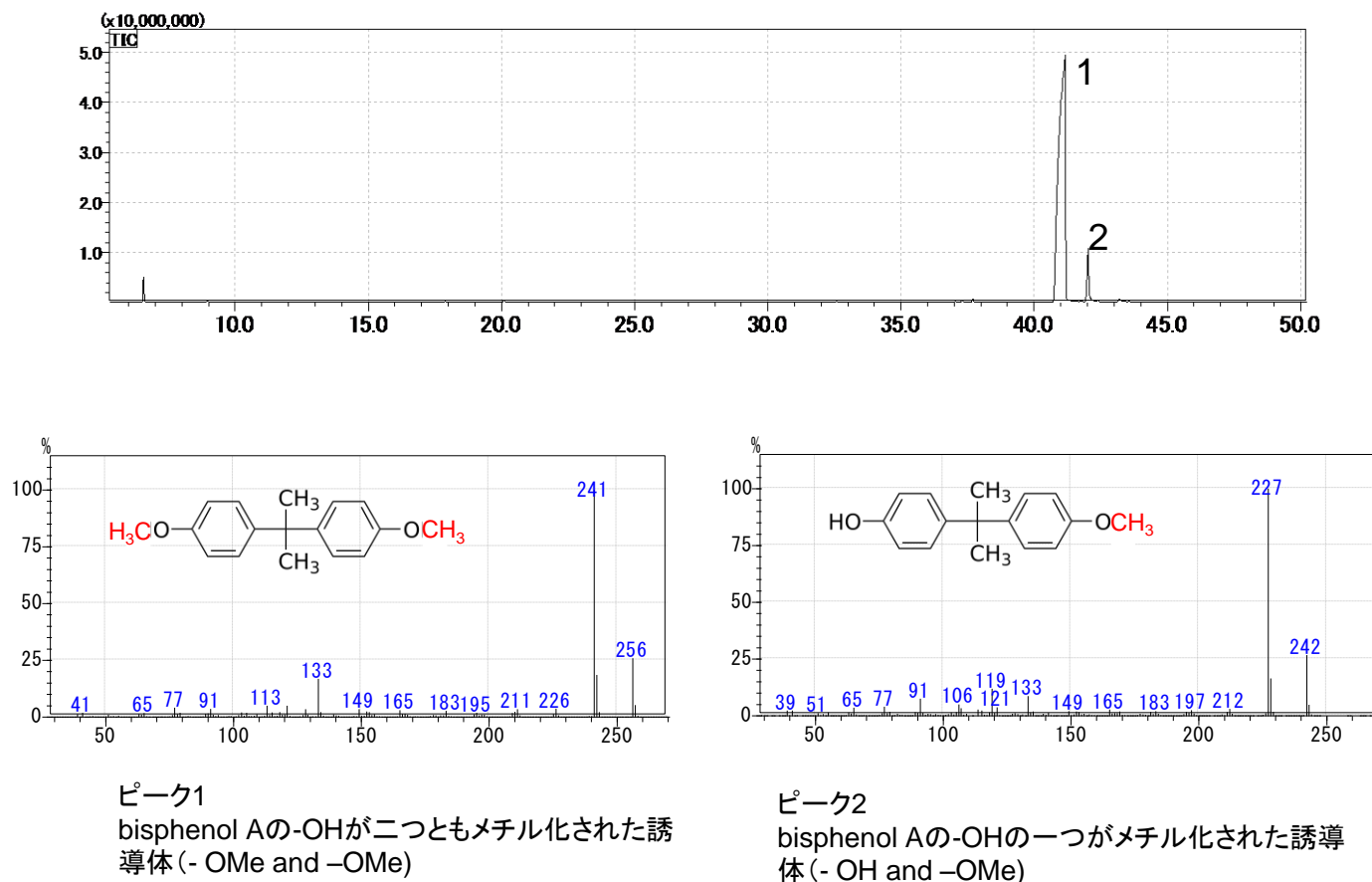
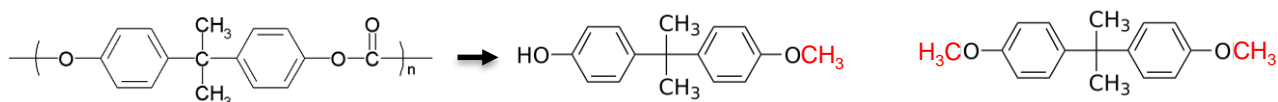


Fig. 1 Polycarbonate のトータルイオンカレントクロマトグラムと検出されたピークのマススペクトル

## まとめ

OPTIC-4はTHM-GC/MSの他にも熱分解、DMI(Difficult Matrix inlet)や加熱脱離など、高分子材料の評価などに欠かせない試料導入モードを備えています。そのため材料を多面的に評価するうえで有効です。また、AOC-6000を用いると連続自動分析が可能です。

[1] S. Tsuge, H. Ohtani, C. Watanabe: Pyrolysis-GC/MS Data Book of Synthetic Polymers –Pyrograms, Thermograms and MS of Pyrolyzers-, 1<sup>st</sup> Edition, Elsevier, 420 (2011)

[2] 大谷肇・寶崎達也共編: 合成高分子クロマトグラフィー, オーム社, 401, 平成25年

# 株式会社 島津製作所

分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原著者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。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。