

Application Data Sheet

No. 129

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

多機能注入口OPTIC-4の熱分解モードによる樹脂分析

Pyrolysis analysis of resin using multimode inlet OPTIC-4

OPTIC-4はポリマーの熱分解分析に用いることができます。熱分解は少量の樹脂(数十 μg 以下)をヘリウムガス雰囲気下で急速に加熱し、熱分解生成物をGC/MSで分析する方法です。熱分解生成物から樹脂の構造等を解析することができます。OPTIC-4は600 $^{\circ}\text{C}$ まで60 $^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ で急速加熱できるため専用の熱分解装置に相当したデータを得ることができます。本報では、OPTIC-4の熱分解モードを用いてポリカーボネート樹脂を測定しました。

実験

ポリカーボネート樹脂試料をカッタで切り取り、そのひとかけら約0.1mgをマイクロバイアルに入れました。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。

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]

Vent time:	1分
Method Type:	Split
Equilibration Time:	5秒
End Time:	60分
気化室温度:	40 $^{\circ}\text{C}$ (10秒) \rightarrow (60 $^{\circ}\text{C}/\text{秒}$) \rightarrow 600 $^{\circ}\text{C}$ (3分) \rightarrow 320 $^{\circ}\text{C}$ (hold)
キャリアガス:	ヘリウム
Carrier Control Mode:	Flow Control
Transfer Column Flow:	0.7 ml/min
Start Column Flow:	1.5 ml/min
End Column Flow:	1.5 ml/min
Split Flow:	150 ml/min
Septum Purge Flow:	10 ml/min

[MS]

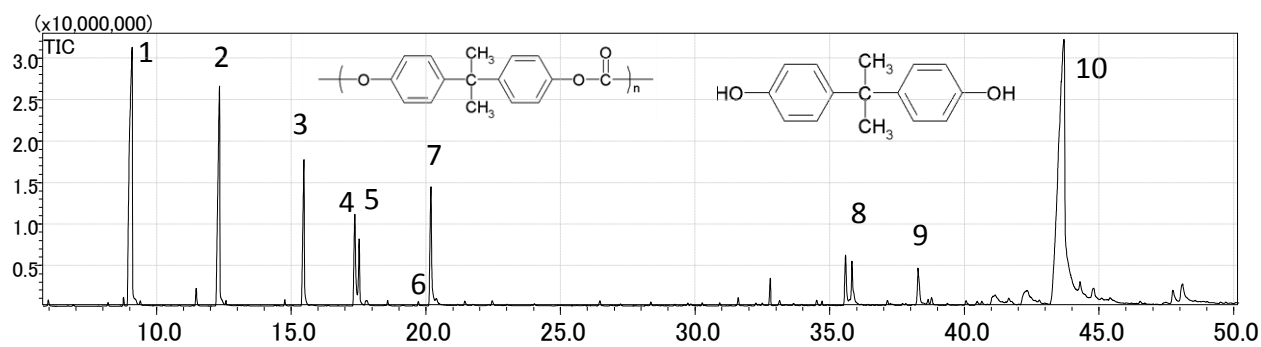
インターフェース温度:	250 $^{\circ}\text{C}$
イオン源温度:	200 $^{\circ}\text{C}$
データ採取時間:	5 – 50.0 分
測定モード:	Scan
イベント時間:	0.3秒
質量範囲:	m/z 29-600
検出器電圧:	Relative to the Tuning Result 0 kV

[GC]

カラムオープン温度:	40 $^{\circ}\text{C}$ (2分) \rightarrow (4 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$) \rightarrow 230 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow (10 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$) \rightarrow 320 $^{\circ}\text{C}$ (1 分)
------------	---

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)と主な熱分解生成物のマススペクトルをFig.1に示します。得られたTICCはピーク10にビスフェノールAが、またその他にも多数のフェノール系の化合物が検出され、既に報告されているポリカーボネート樹脂の典型的なパイログラム[1]が得られました。



1=phenol, 2=*p*-cresol, 3=*p*-ethylphenol, 4=*p*-vinylphenol, 5=*p*-isopropylphenol, 6=*p*-*tert*-butylphenol, 7=*p*-isopropenylphenol, 8=*p*-hydroxy-2,2-diphenylpropane, 9=*p*-hydroxy-3-methyl-2,2-diphenylpropane, 10=bisphenol A

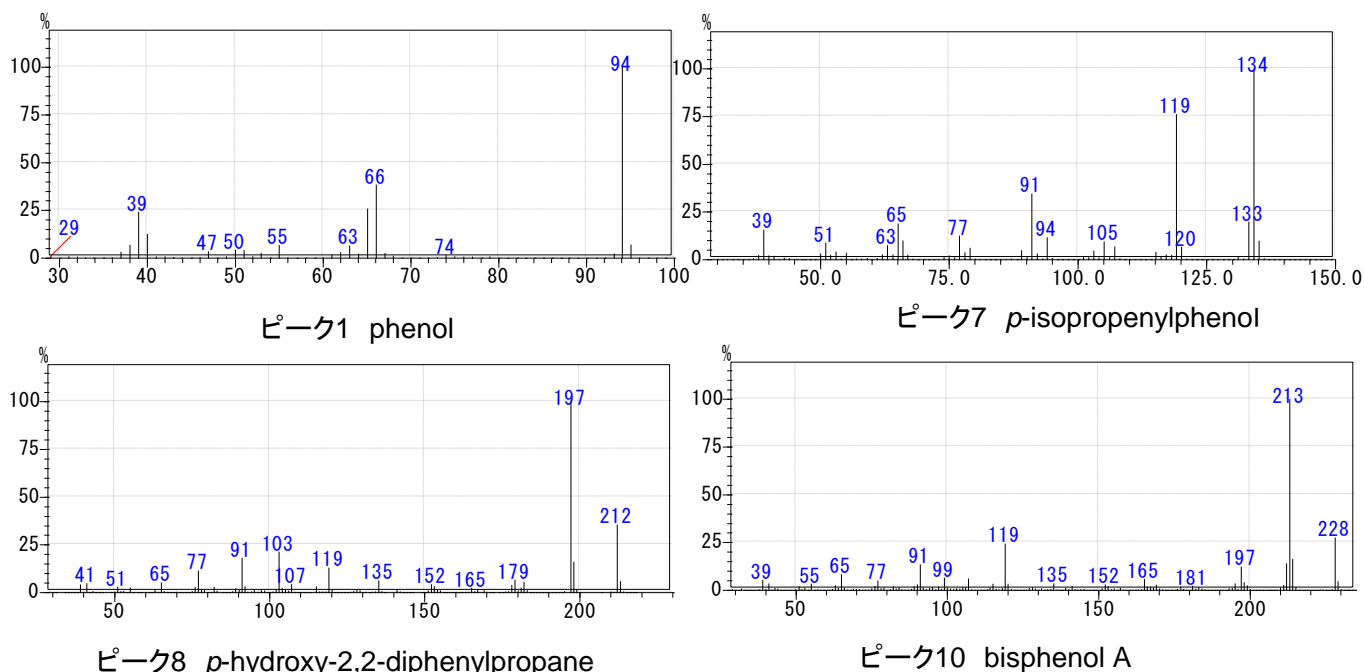


Fig. 1 Polycarbonate のトータルイオンカレントクロマトグラムと熱分解生成物のマススペクトル

まとめ

OPTIC-4は樹脂の熱分解以外にも、DMI(Difficult Matrix Introduction)や加熱脱離など、高分子材料などの評価に欠かせない試料導入モードを備えているため、材料を多面的に評価するうえで有効な装置です。また、AOC-6000と組み合わせることによって自動連続分析が可能です。

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

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。