

ポリビニルアルコール中に混入した微量ポリマーの ハートカット/EGA-GC/MS分析

【背景】 ポリビニルアルコール(PVA)中に微量混入した他ポリマーの分析に際し、パイロライザーを用いた瞬間熱分解-GC/MS分析を行ったところ、主成分PVAによる妨害が強く、微量ポリマーに由来するピークが検出できなかった。そこで、PVAの妨害を抑えるため、選択的試料導入装置を用いるハートカット(HC)/発生ガス分析(EGA)-GC/MS分析による微量ポリマーの検出を行った。

【方法】 マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC注入口に直結し、選択的試料導入装置を接続したシステムを用いた。PVA純品試料と他成分の混入が疑われる白濁PVA試料について、それぞれ0.2 mg用いてEGA-MS測定を行い、EGAサーモグラムを得たが両者とも類似した形状であった(Fig. 1)。得られたEGAサーモグラムから、PVAの主ピークを除いた460-540°Cの範囲を分画して、HC/EGA-GC/MS測定を行った。

【結果】 460-540°Cの範囲を分画し測定したクロマトグラムをFig. 2に示す。両試料ともTICからは差異を確認することはできなかったが、二次元マスクロマトグラムにおいて特徴的なピークが見られた m/z 57のEICにおいては、白濁PVA試料では炭素数16~33の飽和炭化水素のピーク群が確認された。一方、PVA純品については同ピーク群は確認できなかった。この結果より、白濁PVA試料では飽和炭化水素構造を含むポリマーのPVAへの混入が示唆された。

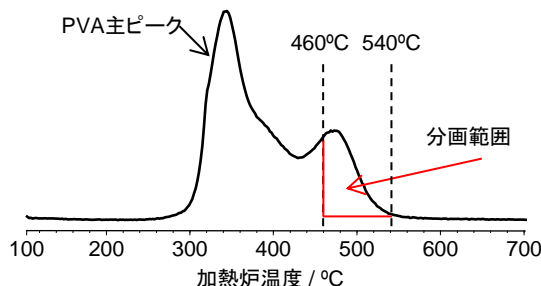


Fig. 1 白濁PVA試料のEGAサーモグラム
熱分解炉温度: 100 – 700°C (20 °C/min), スプリット比: 1/50,
GCオープン: 300°C, カラム流量: 1 mL/min, EGA チューブ:
UADTM-2.5N, L=2.5 m, i.d.=0.15 mm, 試料量: 0.2 mg

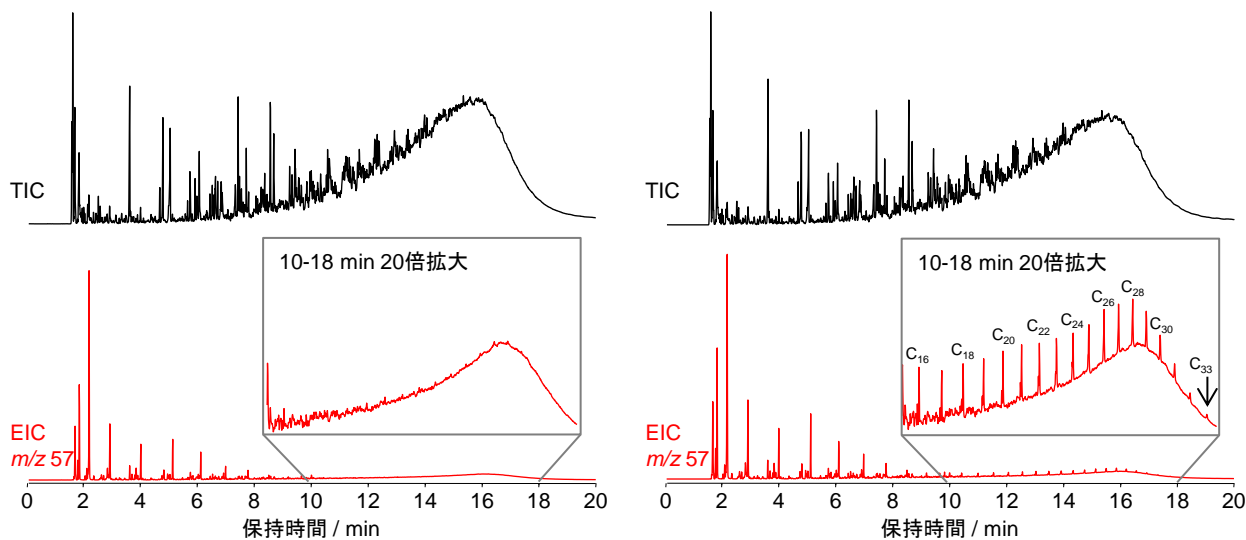


Fig. 2 PVA試料のクロマトグラム(分画範囲460-540°C, 左: PVA純品, 右: 白濁PVA)

熱分解炉温度: 460 – 540°C (20 °C/min), スプリット比: 1/20, GCオープン: 40(2 min保持) - 320°C (20 °C/min, 10 min保持)
分離カラム: Ultra ALLOY+5 (5%ジフェニル95%ジメチルポリシロキサン), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm, カラム流量: 1 mL/min (He),
試料量: 11.7 mg, 分画部分をマイクロジェット・クライオトラップにより冷却捕集

Keywords : 不純物, ハートカット分析, EGA-GC/MS, ポリビニルアルコール

使用製品 : 多機能パイロライザー, 選択的試料導入装置, マイクロジェット・クライオトラップ, UA+5, ペントフリーGC/MSアダプター

応用分野 : 高分子分析, 品質管理

関連テクニカルノート : [PYA1-070](#), [PYA3-022](#)

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
<http://www.frontier-lab.com/>