

## ダブルショット・パイロライザーとその周辺装置を用いたセラミック複合材料の分析 その③: ハートカットEGA-GC/MS分析

発生ガス(EGA)曲線中に複数のピークが観測された場合に、各ピークがどのような成分に由来するかを調べるためには、選択的試料導入装置とマイクロジェット・クライオトラップ(MJT-1030E)を用いて、各温度画分で発生する成分を分離カラムに導入・トラップし、GC/MSで分離分析するEGA-GC/MS法が有効です。PYA1-010( *Double-Shot Pyrolyzer® Technical Note* )に紹介したセラミック複合材料のEGA曲線では、A~Dの4つのピークを検出したので、各温度画分での発生ガス成分を各々分離カラムに導入後昇温分析したクロマトグラムを図2に示します。ピークAではジブチルフタレート(DBP)が、ピークBではポリメタクリル酸ブチルの熱分解生成物である、メタクリル酸ブチル(iso-BMA, n-BMA)およびC<sub>25</sub>~C<sub>40</sub>の飽和炭化水素が、ピークCではピークBと同じiso-BMAおよびn-BMAが、ピークDではポリスチレンの熱分解生成物であるスチレンのモノマー(S)とダイマー(SS)およびトリマー(SSS)が検出されました。このように、EGA曲線中の各温度画分ごとに分析することにより、さらに詳細な分析が可能となります。

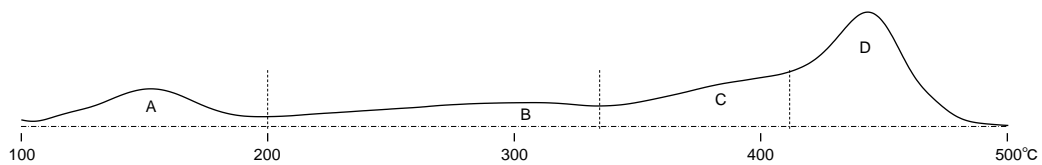


図1 射出成形用材料のEGA曲線

分析条件はPYA1-010( *Double-Shot Pyrolyzer® Technical Note* )を参照

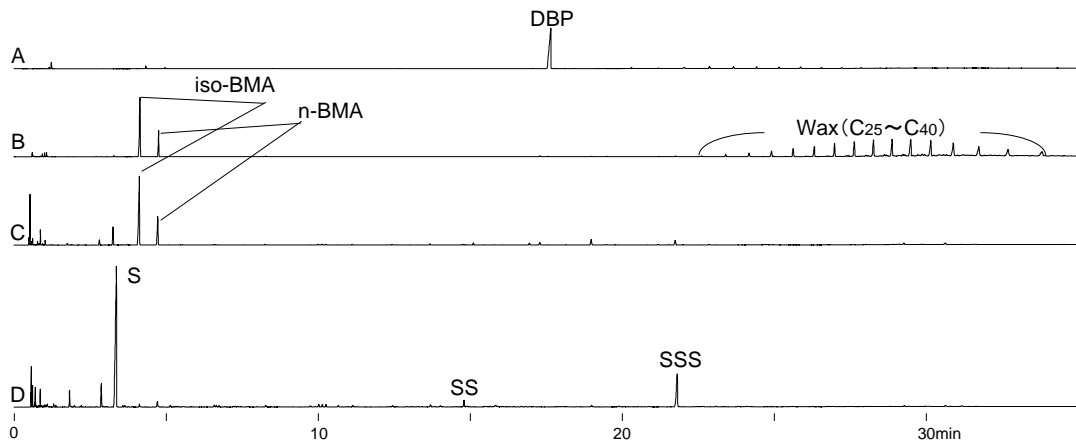


図2 各温度画分での発生ガス成分のクロマトグラム

熱分解炉温度: 100°C→500°C(20°C/min), カラム入口圧: 140kPa, スプリット比: 1/50  
分離カラム: Ultra ALLOY+5(5%ジフェニルポリシリキサン) 長さ30m 内径0.25mm 膜厚0.25µm  
GCオープン温度: 40°C→320°C(7min, 10°C/min), 試料量: 300µg, 検出器: MS(m/z=29-400, 2scans/sec)

A.Hosaka, K.Sato, C.Watanabe, H.Ohtani, S.Tsuge: *J.Mass Spectrom.Soc.Jpn.*,46,332(1998)より抜粋

**Keywords:** 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, セラミック複合材料, EGA, EGA-GC/MS

**使用製品:** 多機能パイロライザー, マイクロジェット・クライオトラップ, 選択的試料導入装置, UA-5

**応用分野:** 高分子分析全般

**関連テクニカルノート:**

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/>