

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接着剤の組成分析

その②: EGA-GC/MS法を用いた分析

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(SS-1010E)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。PYA1-013(*Double-Shot Pyrolyzer® Technical Note*)に紹介した接着剤のEGA曲線では、A~Cの3つのピークを検出しました(図1参照)。ここでは、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ではフタル酸エステルが、ピークBでは酢酸の他、酢酸ブチルやアクリル酸ブチルが検出されました。酢酸は、ポリビニルアセテート(PVAc)に由来し、アクリル酸ブチルは、ポリブチルアクリレートの熱分解に由来するものと考えられます。ピークCでは主鎖のポリエン構造の熱分解に由来する各種の芳香族化合物が検出されました。このように、EGA曲線中の各温度画分ごとにキャピラリーカラム(GC/MS)を用いて分離分析することにより、さらに詳細な解析が可能となります。

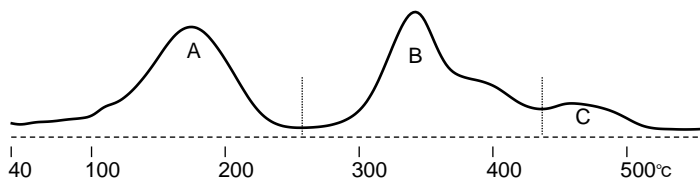


図1 接着剤のEGA曲線

分析条件はPYA1-013 (*Double-Shot Pyrolyzer® Technical Note*)を参照

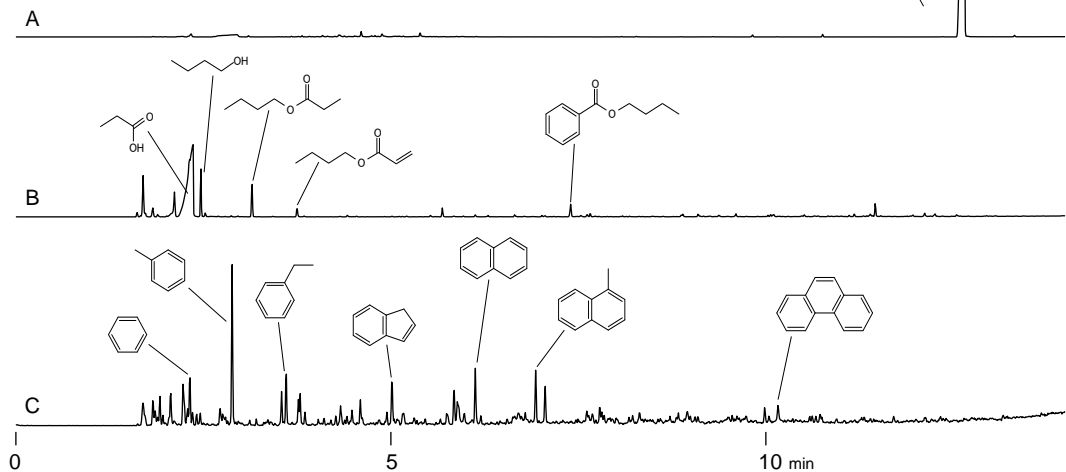
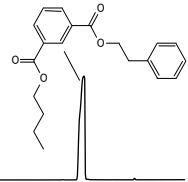


図2 各温度画分での発生ガス成分のクロマトグラム

熱分解炉温度: 40°C→600°C (20°C/min), カラム流量: 1ml/min (定流量モード), スプリット比: 1/50
 分離カラム: Ultra ALLOY*-5 (5%ジフェニルポリシロキサン) 長さ 30m 内径 0.25mm 膜厚 0.25µm
 GCオープン温度: 40°C→320°C (20°C/min), 試料量: 0.8mg, 検出器: MS (m/z=29-400, 2scans/sec)

Keywords: 接着剤, 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, 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, 接着

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/>