

# Py-GC/MSによるポリシロキサン分析

**[背景]** ポリシロキサンは工業的に広く利用されているが、その物理的・科学的性質は側鎖や末端基の構造や構成成分に大きく影響される。従って、ポリシロキサンの構造と性質の関係を明確にすることは重要である。本研究では、熱分解の研究ではもっとも有用な技術とされるPy-GC/MSを使用して得たその分子構造の結果を報告する。

**[方法]** 実験に使用したポリシロキサンを表1に示す。縦型小型熱分解炉を有する熱分解装置はGC(FID検出器)に直結して使用した。それぞれ0.2mgのサンプルを窒素気流中で600°Cで熱分解を行った。分離カラムは溶融シリカキャピラリーカラムで固定相はポリ(5%フェニル)-メチルポリシロキサンを使用した。GCオープン温度は昇温プログラム(0~320°C、5°C/min)を使用して制御した。それぞれのピークはGC/MS(EIおよびCI)を使用して分析した。

**[結果]** 今回使用したポリシロキサンのサンプルのパイログラムを図1に示す。表1にリファレンスと共にパイログラムから得られた種々のシロキサンコポリマーの成分をまとめてある。予想した成分は公称値とかなり良い一致が得られた。この結果から、シロキサンコポリマーはPy-GC/MSによって高い精度で成分分析が可能であることが示された。

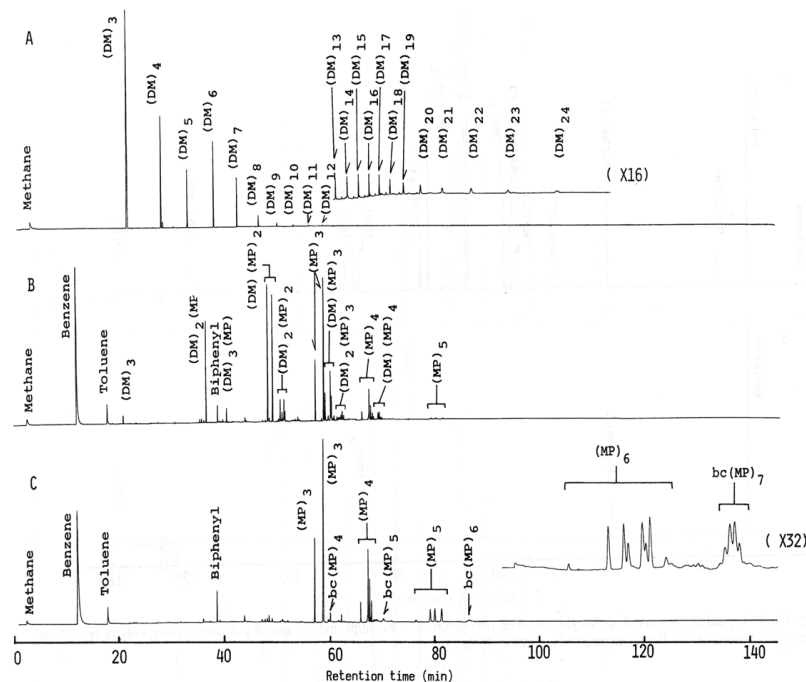


表 1 シロキサンコポリマーの公称成分と予想成分

サンプル名	公称成分 mol%	予想成分 mol%
OV-3	DM:MP = 80:20	DM:MP = 82.5:17.5
OV-7	DM:MP = 60:40	DM:MP = 61.8:38.2
OV-11	DM:MP = 30:70	DM:MP = 31.1:68.9
OV-25	MP:DP = 50:50	MP:DP = 46.5:52.5
SE-52	DM:DP = 95: 5	DM:DP = 94.9: 5.1
XE-60	DM:MC = 50:50	DM:MC = 45.3:54.7

\* DM ジメチルシロキサン, MP メチルフェニルシロキサン, DP ジフェニルシロキサン, MC 2-シアノエチルメチルシロキサン

図 1. ジメチル/メチルフェニル置換ポリシロキサンの代表的なパイログラム

A ポリジメチルシロキサン; B ポリ(ジメチルメチルフェニルシロキサン);  
C ポリ(メチルフェニルシロキサン)

\*S. Fujimoto, H. Ohtani, S. Tsuge, *Fresenius Z. Anal. Chem.* 1988, 331, 342-350より抜粋

**Keywords :** ポリシロキサン, Py-GC/MS, 分析

**使用製品 :** 多機能パイロライザー, 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/>