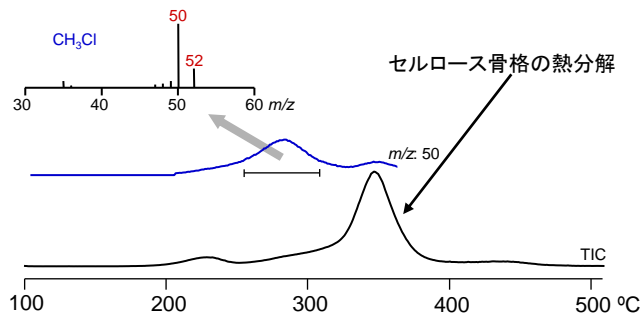
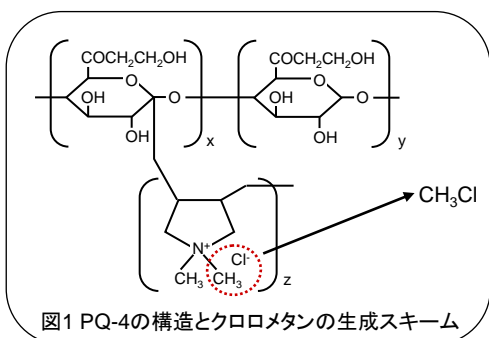


Py-GC/MSを用いた四級アンモニウム基を有するカチオン性ポリマーの簡易定量分析法の検討

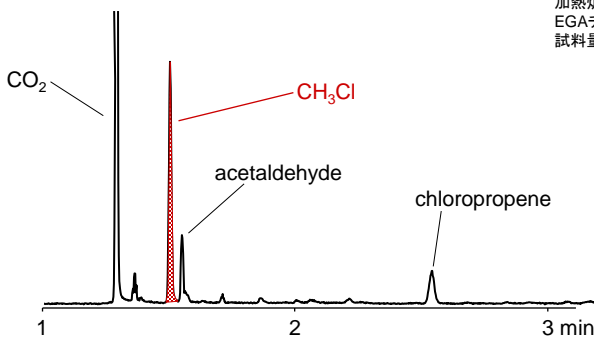
【背景】 各種の四級アンモニウム塩カチオン性ポリマーが、繊維製品や紙およびフィルムなどに染料固定剤や抗菌剤として添加されている。これらの製品に添加されるアンモニウム塩の量は、製品の性能に大きく影響するため、その定量分析を行うことは重要である。しかし、分析に際し共存する他の有機化合物が妨害となる場合には、溶媒抽出などの煩雑な試料の前処理法を用いて四級アンモニウム塩を妨害成分から分離する必要が生じるため、より簡便な分析手法の開発が望まれている。本法では、前処理を必要としないPy-GC/MSを用いた、四級アンモニウム塩の簡易定量分析法を検討した。

【方法】 測定試料は、四級アンモニウム塩の一例として図1に化学構造を示したポリコータニウム-4(PQ-4)を用いた。EGA-MSシステムは、GCの注入口に接続したパイロライザー(フロンティア・ラボ製)を、不活性化処理したステンレス製のトランスファーキャピラリー(同社製)を介し、四重極MSに直接接続して使用した。また、熱脱着-GC/MS分析では、分離カラムを用い、その入り口付近にマイクロジェット・クライオトラップ(同社製)により、試料より生成する揮発性成分を冷却捕集した後にGC/MS分析を行なった。

【結果】 PQ-4のEGA曲線を図2に示す。250~300 °C付近の平均マスペクトルを観測すると、図2の上部に示したようなマスペクトルが観測され、クロロメタンの生成が示唆された。そこで、このクロロメタンの生成量から、PQ-4の定量分析を行なうことを検討した。PQ-4の100~340 °Cまでの熱脱着成分をGC/MS分析したクロマトグラムを図3に示す。保持時間1.5 minにクロロメタンのピークが顕著に観測される。この測定を8回繰返した際のクロロメタンのピーク面積の再現性を表1に示したように、相対標準偏差で3.44 %と良好であり、本法によりPQ-4の定量分析が可能である。



加熱炉温度:100→500 °C(20 °C/min), キャリアーガス:He 50 kPa, スプリット比:約1/50
EGAチューブ: 内径 0.15 mm, 長さ 2.5 m(UADTM-2.5N), GCオープン温度:300 °C
試料量:約 0.2 mg, MS スキャン範囲(m/z): 29-600, スキャン速度: 0.2 scan/s



加熱炉温度: 100→340 °C(20 °C/min, 2 min hold), カラム流量: 1 mL/min, スプリット比: 約1/50
分離カラム: Ultra ALLOY5+(5 %ジフェニル 95 %ジメチルポリシロキサン, 長さ30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚: 1.0 μm)
GCオープン温度: 40(2 min hold)→ 300 °C(20 °C/min)
試料量: 5.64 μg, MS スキャン範囲(m/z): 29-600, スキャン速度: 2 scan/s

表1 クロロメタンのピーク面積の再現性

n	ピーク面積 (x10 ⁵)
1	5.89
2	5.57
3	6.23
4	6.01
5	6.12
6	5.82
7	5.85
8	5.83
平均	5.92
RSD(%)	3.44

Keywords : カチオン性ポリマー, 四級アンモニウム, ポリコータニウム, EGA, 熱脱着

使用製品 : 多機能パイロライザー, オートショット・サンプラー, Vent-free GC/MS アダプター, マイクロジェット・クライオトラップ, UA-5, UADTM-2.5N

応用分野 : 製紙業, フィルム製造業, 高分子分析全般

関連テクニカルノート : PYA-050, PYT-004, PYT-007, PYT-014

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/