

# Py-GC/MSによるポリマーシート上の四級アンモニウム基を有するカチオン性ポリマーの定量分析

**【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。そこでダブルショット・パイロライザー®を用いた熱脱着-GC/MS法による簡便な分析法を開発した(PYA1-049)。本報では、この分析法を実試料に適用することを試みた。

**【方法】** 実試料の一例として、ポリエチレンテレフタレート(PET)のシートに、約100~600 ppmの各濃度で四級アンモニウム塩のひとつであるポリコータニウム-4(PQ-4)を塗布した標準試料A~Cを用いた。Py-GC/MSはダブルショット・パイロライザー®(フロンティア・ラボ社製)をGCのスプリット/スプリットレス注入口に直結し、分離カラムを介してMSへと接続するとともに、分離カラムの入り口付近で、マイクロジェット・クライオトラップにより揮発性成分の冷却捕集が可能である測定システムを用いた。

**【結果】** 345 ppmの濃度のPQ-4を塗布したPETシート約10 mgの340 °Cまでの熱脱着成分を、冷却捕集後にGC/MS分析を行なって得たクロマトグラムを図1に示す。約1minの保持時間にクロロメタンのピークが観測される。このクロロメタンのマススペクトルの特徴的なイオンである $m/z$ : 50のピーク面積の再現性は、RSDで3.46 %と良好な結果を得た。さらに、塗布濃度の異なる試料の測定結果から作成した検量線は図2に示すように、相関係数が0.994の良好な直線性を示した。これらの結果は、本法によりPQ-4の定量分析が可能であることを示している。

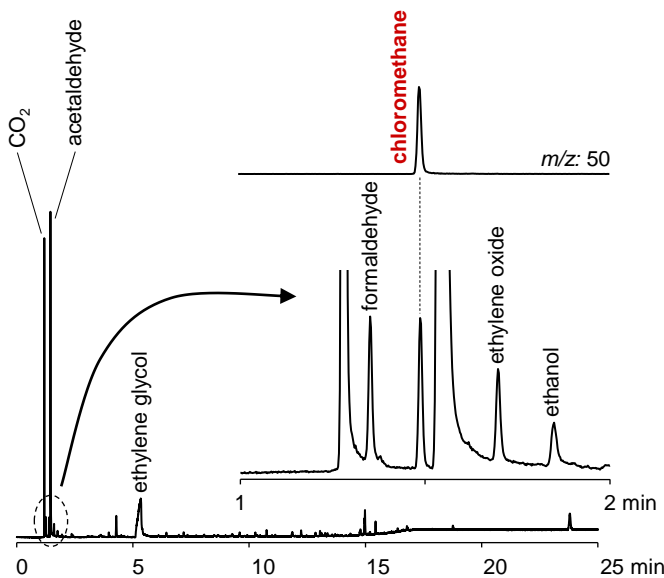


図2 PQ-4を塗布したPETシートの熱脱着-GC/MS法によるクロマトグラム

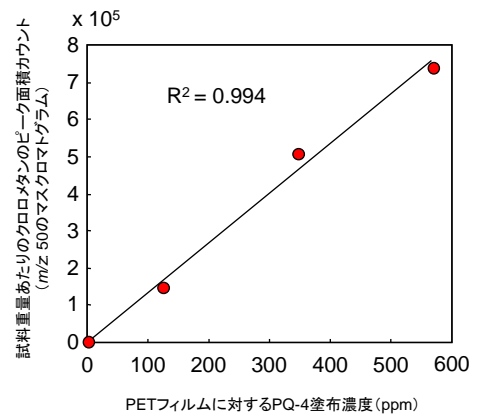


図2 PETフィルム上のPQ-4の検量線

熱分解炉温度: 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: 29-600 ( $m/z$ ), スキャン速度: 2 scan/s

**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, 熱脱着

**使用製品:** 多機能パイロライザー, 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

**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:** PYA1-049, 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/>