

## 各種ポリマーの熱分解生成物のMSライブラリーを用いた パイログラム上の主要ピークの同定による未知ポリマーの推定

**[背景]** 未知ポリマーの定性分析においては、瞬間熱分解(Py)-GC/MSにより得られたパイログラム上の各主要ピークをNISTなどの汎用MSライブラリーで定性した後、元のポリマーを推定することがよく行われている。しかし、元のポリマーの構造を反映する比較的分子量の大きな化合物の多くは、汎用MSライブラリーに登録されていない。そこで、ここでは従来のMSライブラリーを補完するために、代表的な165種類のポリマーの熱分解生成物MSライブラリーを新たに構築し、その有用性を検討した。

**[方法]** 各種ポリマーを、600°Cで瞬間熱分解して得た各々のパイログラム上の約4,000の主要ピークのマスペクトルと、その化合物名、および保持指標(RI)などの情報に、元のポリマー名とパイログラムを包括するMSライブラリーを構築した。次に、未知ポリマー試料を用い、そのパイログラムより主要ピークの同定を経て、ポリマーの推定を行うことを試みた。

**[結果]** 未知ポリマー試料から得られたパイログラム上の主要ピーク(A)~(G)は、構築したMSライブラリーの検索結果から得たマスペクトルの類似度とRIの情報により、図1に示す化合物として、それぞれを同定することができた。ピーク(C)~(G)は、比較的分子量が大きく、ポリマーの骨格構造をよく反映していると考えられるが、汎用MSライブラリーには登録されていない化合物である。今回構築したライブラリーは、パイログラム上で同定した化合物を含む元のポリマーの情報を保有しており、表1のような検索結果を得られることから、(A)~(G)の化合物の情報より、未知ポリマーを推定する手法を検討した。その結果、図2に示す4つのポリマーが候補となった。これらのパイログラム上のピーク、および12分付近の混成トライマーの強度比を比較することにより、この未知試料はAcrylonitrile-styrene系のポリマーと推定することができた。以上のことから、新たに構築したMSライブラリーは、パイログラム上の各主要ピークと元のポリマーを包括する情報を有し、ポリマーの推定に有用であることがわかった。

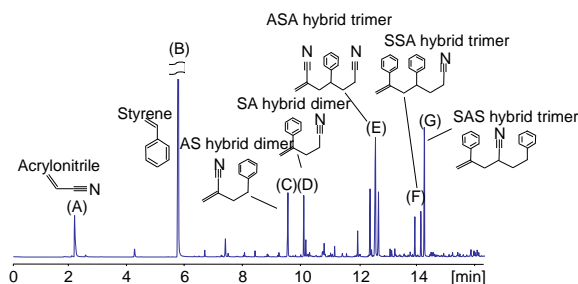


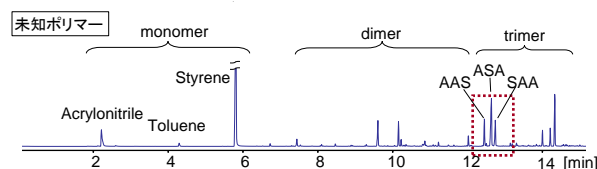
図1. 未知ポリマー試料のパイログラムと各ピークの同定

熱分解炉温度: 600°C, GCオープン温度: 40(2 min) → 320°C(20°C/min, 10 min)  
カラム: Ultra ALLOY-5(MS/HT) (30 m, 0.25 mm, 膜厚0.25 μm)

表1. ピーク(A)の化合物の検索と元のポリマー情報

順位	化合物名	ポリマー名	類似度[%]
1	Acrylonitrile	Acrylonitrile-EPDM-styrene copolymer	99
2	Acrylonitrile	Acrylonitrile-styrene copolymer	99
3	Acrylonitrile	Acrylonitrile-styrene alternating copolymer	99
4	Acrylonitrile	Acrylonitrile-acrylate-styrene copolymer	99
5	Acrylonitrile	Acrylonitrile-methyl acrylate copolymer	97
6	Acrylonitrile	Acrylonitrile-vinyl chloride copolymer	96

Ref: 松井ら, 第12回 高分子分析討論会(2007), II-15



4種類の候補ポリマー

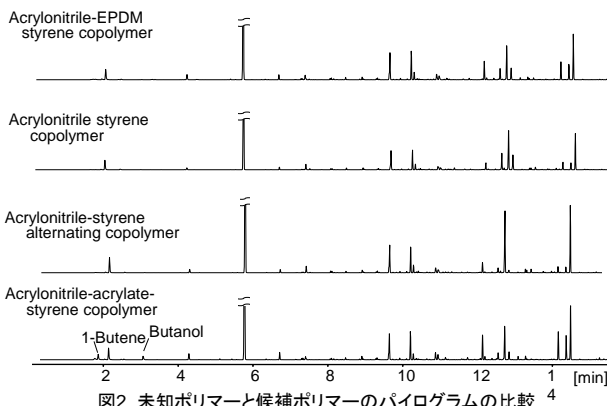


図2. 未知ポリマーと候補ポリマーのパイログラムの比較

**Keywords:** ポリマー、MSライブラリー

**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, F-Search, UA-5 (MS/HT)

**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/