

ハートカットEGA-GC/MS法による車用コーティング剤の比較分析

[背景] 高分子材料の比較分析には発生ガス分析(EGA)-MSおよび瞬間熱分解(Py)-GC/MSが広く用いられているが類似品を分析する場合、その差異を観測することが難しい場合がある。そこで本報では、EGA-MSで得られたEGAサーモグラム上の任意の温度領域を分画して分離分析するハートカット(HC)/EGA-GC/MS法による2種類のウレタン系車用コーティング剤の比較分析を行った。

[方法] 分析には、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC注入口に直結し、選択的試料導入装置およびマイクロジェット・クライオトラップを備えたシステムを用いた。ウレタン系車用コーティング剤である試料Aと試料Bについて、それぞれEGA-MS測定を行った。得られたEGAサーモグラムの温度領域を分画して、HC/EGA-GC/MS測定を行った。

[結果] それぞれの試料のEGAサーモグラムは類似した形状であった(Fig. 1)。そこで310 – 380 °Cの温度域(Zone 1およびZone 2)をハートカットして得られたクロマトグラムをFig. 2に示す。試料Aではイソブタノールが観測されたのに対して、試料Bでは1-ブタノールが観測された。また、両試料においてポリエチレングリコール(PEG)由来と推察される熱分解生成物が観測され、その強度が異なることが分かった。

MIBC : メチルイソブチルカルビノール
 HDI : ヘキサメチレンジイソシアネート
 BHT : ブチル化ヒドロキシトルエン
 ● : PEGの熱分解生成物

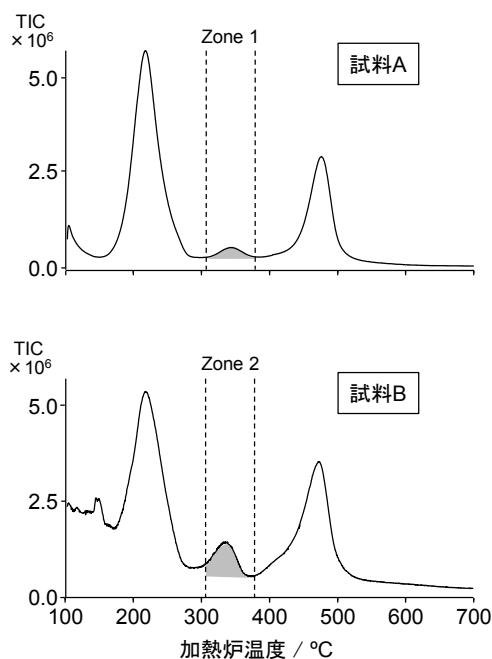


Fig. 1 EGAサーモグラム

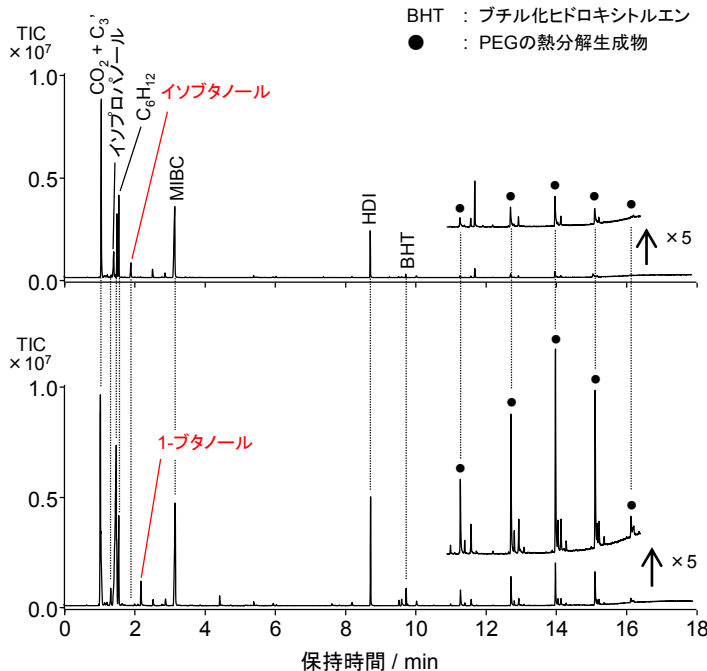


Fig. 2 Zone 1(上段), Zone 2(下段)のハートカットクロマトグラム

熱分解炉温度: 100 – 700 °C (20 °C/min),
 GCオープン: 300 °C, カラム流量: 1 mL/min (He), スプリット比: 1/50,
 EGA チューブ: UADTM-2.5N, L=2.5 m, i.d.=0.15 mm,
 試料量: 1 mg.

熱分解炉温度: 310 – 380 °C (20 °C/min),
 GCオープン: 40 (2 min保持) - 320 °C (20 °C/min, 10 min保持),
 カラム流量: 1 mL/min (He), スプリット比: 1/10,
 分離カラム: Ultra ALLOY+5 (5%ジフェニル95%ジメチルポリシロキサン),
 L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm, 試料量: 0.1 mg.

Keywords : 車用コーティング剤, ハートカット分析, GC/MS

使用製品 : 多機能パイロライザー, 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, UA+5, ベントフリーGC/MSアダプター

応用分野 : 高分子分析, 塗料

関連テクニカルノート : [PYA3-022](#), [PYA3-025](#)

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/>