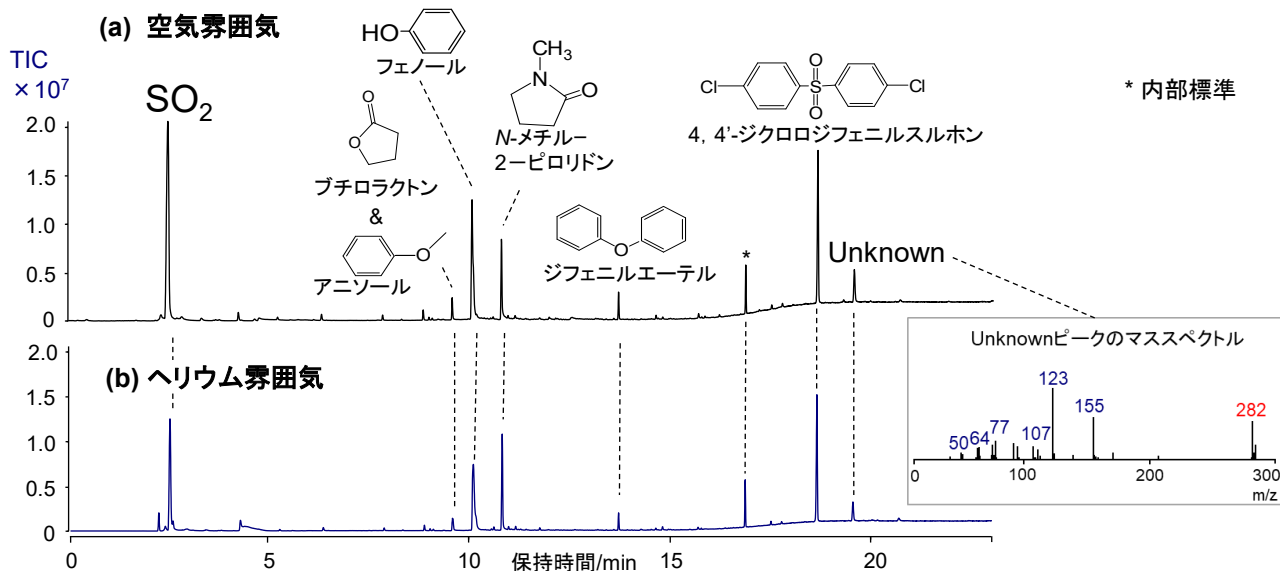
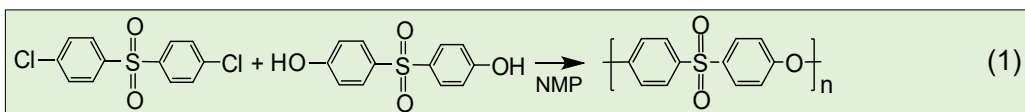


ポリエーテルスルホン(PES) の成形加工中に発生するガスの分析と 飛行時間型質量分析計を用いたUnknownピークの定性 Part 2: 熱脱着(TD)-GC/QMS分析

【背景】 前報(PYA3-049)では、PES試料について空気雰囲気中における発生ガス分析-MS測定を行った。本報では、ポリマー成形過程で用いられる温度において発生するガス成分を分析するために、前報と同一のPES試料を成形時最大温度の400 °Cで加熱し、四重極型質量分析計(QMS)を検出器として用いて、熱脱着(TD)-GC/QMSを行い、揮発性生成物を定性分析した¹⁾。

【方法】 測定には、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、マイクロジェット・クライオトラップ、キャリアーガス切換え装置、選択的試料導入装置を備えたGC/MSシステムを用いた。また、分離カラムとしてUA⁺-5を使用した。PES試料を、エコカップLFに約20 mg採取した。空気雰囲気またはヘリウム雰囲気中で熱脱着を行い、揮発性成分をマイクロジェット・クライオトラップにて冷却捕集した後、捕集した成分を分離分析してTDクロマトグラムを得た。

【結果】 空気またはヘリウム雰囲気中でPES試料を400 °Cで熱脱着して得られたクロマトグラムをFig. 1 (a)とFig. 1 (b) に示す。両者で検出された化合物は共通であり、いずれもSO₂が主ピークとして検出された。PES試料の合成過程を反応式(1)に示した。溶媒として使用したN-メチル-2-ピロリドン(NMP)と原料として使用した4, 4'-ジクロロジフェニルスルホンがTDクロマトグラム上で検出された。ブチロラクトンとアニソールのピークは重なった状態で検出された。アニソール、フェノール、ジフェニルエーテルは残留した原料の分解によって生成したと考えられる。また、保持時間20分付近にUnknownピークが検出された。そのマスペクトルからm/z 282が分子イオンと推測されるが、QMSのマスペクトルからは化合物を定性できなかった。次報では本報で定性できなかったUnknownピークについてTOFMSを用いて測定し、詳細に解析した結果を報告する。



熱脱着温度: 400 °C (10 min 保持), GC注入口温度: 300 °C, GCオープン温度: 40 (2 min 保持) - 320 °C (20 °C/min, 6 min 保持), 分離カラム: UA⁺-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=1.0 μm, スプリット比: 1/10, カラム流量: 1.0 mL/min, MSスキャン範囲: (a) m/z 29 - 600, (b) m/z 29 - 600, 試料量: ca. 20 mg

Fig. 1 PES試料の(a)空気雰囲気と(b)ヘリウム雰囲気中におけるTDクロマトグラム

1) ショケイティラ、第28回高分子分析討論会(2023)、II-12

Keywords : ポリエーテルスルホン, 空気雰囲気, 熱脱着分析

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, キャリヤーガス切換え装置, 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, F-Search

応用分野 : 高分子分析全般, 電気・電子工業

関連テクニカルノート : PYA3-033, PYA3-042, PYA1-149, PYA3-049 (Part-1), PYA1-177 (Part-3)

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
www.frontier-lab.com/jp