

## 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 3: TD-GC/TOFMSを用いたUnknownピークの解析

**【背景】** 前報(PYA1-176)では、四重極型質量分析計(QMS)を検出器として用い、PES試料について空気とヘリウム雰囲気中における熱脱着(TD)-GC/QMS測定を行った。本報では、2種類のイオン化法を用いた飛行時間型質量分析計(TOFMS)により、QMSで定性できなかったUnknownピークの定性分析を行った<sup>1)</sup>。

**【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注入口に直結したGC/TOFMSシステムを用いた。また、分離カラムとしてUA<sup>+</sup>-5を使用した。PES試料をエコカップLF1に約20 mg採取した。前報(PYA1-176)で空気中とヘリウム中で得られたクロマトグラムが同一であったため、本報ではヘリウム雰囲気中で測定を行った。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、捕集した成分をハードイオン化法であるEI(Electron Ionization)と、ソフトイオン化法であるFI(Field Ionization)でイオン化してTOFMS(日本電子社製)によりそれぞれ検出した。構造解析には未知物質構造解析ソフトウェア msFineAnalysis AI(日本電子社製)を用いた。

**【結果】** 2種類のイオン化法を用いたTOFMSにより得られたPES試料のTDクロマトグラムをFig.1に、UnknownピークのマススペクトルをFig.2に示した。EI法で得たマススペクトルはQMSとTOFMSの双方で同一であることを確認した。FI法で得られた分子イオンの精密質量から組成式を推定し、EI法で得られたフラグメントイオンが生じる構造を未知物質構造解析ソフトウェアにて予想した。その構造式をFig.3に示す。Fig.1におけるUnknownピークはその前後のピーク(Fig.1の・印)の構造を半々ずつ有するCPMPSと推定した。

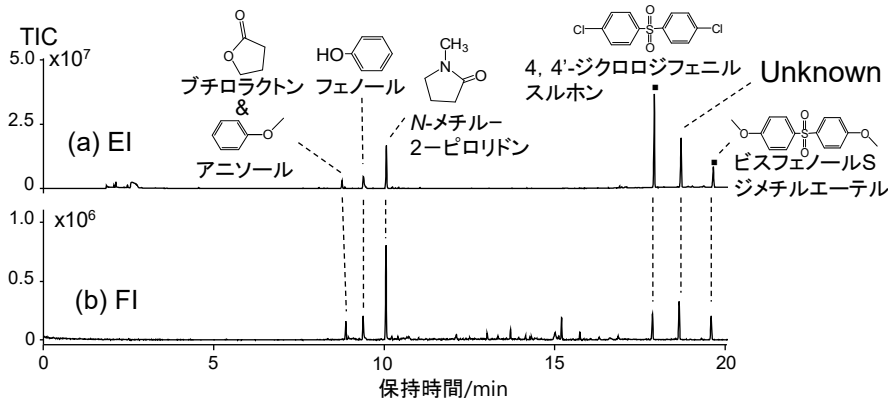


Fig. 1 PES試料のTOFMSで得られたTDクロマトグラム(a)EI法、(b)FI法

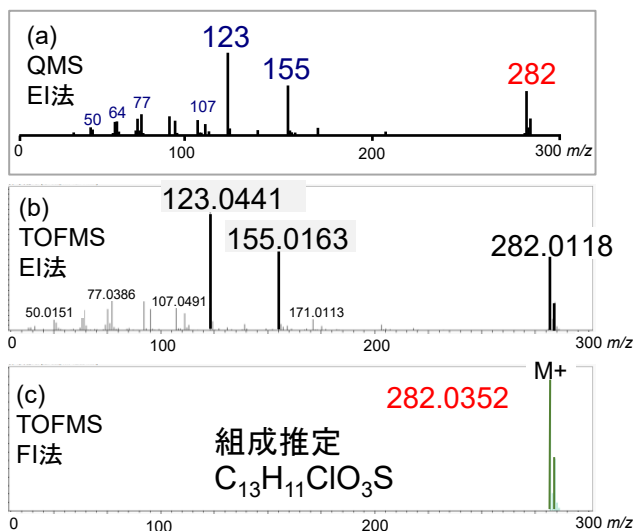
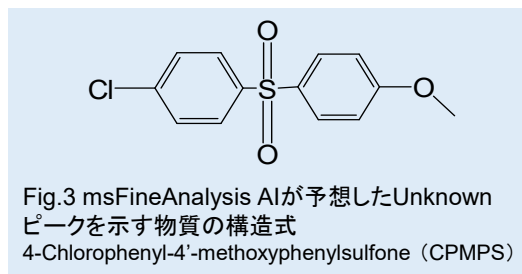


Fig. 2 Unknownピークの(a)QMS・EI法、(b)TOFMS・EI法、(c)TOFMS・FI法を用いて得られたマススペクトル



熱脱着温度: 400 °C (10 min 保持), GC注入口: 300 °C、  
GCオープン: 40 (2 min 保持) - 320 °C (20 °C/min, 6 min 保持)、  
分離カラム: UA<sup>+</sup>-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: m/z 29 - 600, 試料量: ca. 20 mg  
MSイオン化: QMS・EI : 70 eV  
TOFMS・EI : 70 eV, 300 μA  
TOFMS・FI : -10 kV, 40 mA/30 msec

1) 肖開提ら、第29回高分子分析討論会(2024)、I-07

**Keywords:** ポリエーテルスルホン, 空気雰囲気, 熱脱着分析, 飛行時間型質量分析計

**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), PYA1-176 (Part-2)

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