

コールタールの熱脱着GC/MSによる組成分析

Part 1: 発生ガス分析 (EGA)-MS

【背景】 コールタールは石炭を高温乾留して得られる油状物質であり、様々な芳香族化合物を含む多数の化合物から成る。そのキャラクタリゼーションには各種の物性値測定法や機器分析法が用いられている。本報では熱脱着 (TD)-GC/MSによるコールタールの分析について検討するため、まず2種類のコールタールの発生ガス分析 (EGA)-MS測定を行い、TDに適切な加熱炉温度と、各温度画分の平均マススペクトルを確認した。

【操作】 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、GC注入口とMS検出器の接続には不活性化金属チューブ (UADTM-2.5N) とベントフリーGC/MSアダプターを用いた。試料には、製造元の異なる2種類のコールタールを用い、約0.5 mgの試料をエコカップに採取し、EGA測定を行った。

【結果と考察】 Fig. 1に2種類のコールタール試料のEGA曲線および二次元マスプロトグラムを示す。Zone Aにおける頂点温度が試料Aでは113 °C、試料Bでは126 °Cであった。また、Zone Bにおける頂点温度が試料Aでは204 °C、試料Bでは215 °Cであった。これらの結果に見られるように、2種類のコールタールのEGA曲線には違いが認められた。また、Fig. 2に試料Aの各温度領域での平均マススペクトルを示す。2種類の試料の平均マススペクトルはほぼ同一であったため、Fig. 2には試料Aの結果のみを記載した。Zone A、Zone B、Zone C、およびZone Dの平均マススペクトルからそれぞれナフタレン (分子イオン m/z 128)、フェナントレン (分子イオン m/z 178) とピレン (分子イオン m/z 202)、ベンゾピレン (分子イオン m/z 252)、ベンゾペリレン (分子イオン m/z 276) が検出され各Zoneに多環芳香族が含まれることが示唆された。いずれの試料においても450 °Cまでに発生ガスの大部分が得られていることから、次報では加熱炉温度450 °CでのTD-GC/MS測定によるコールタール試料の定性分析について報告する。

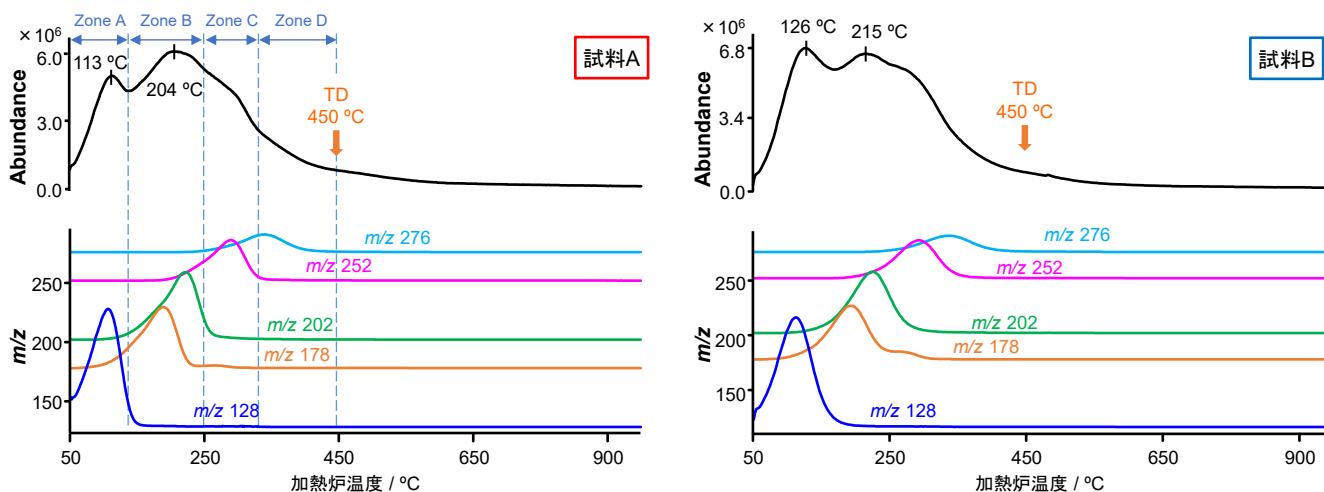


Fig. 1 製造元の異なる2種類のコールタール試料のEGA曲線および二次元マスプロトグラム

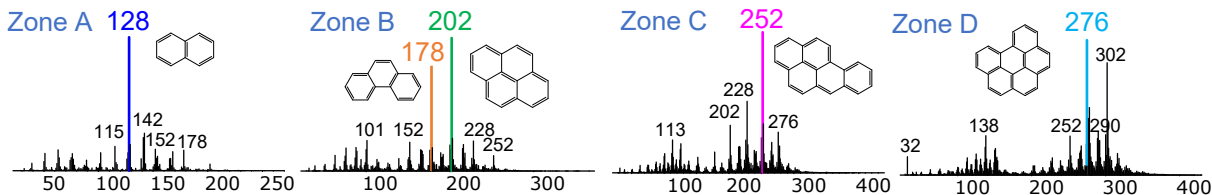


Fig. 2 試料Aの各温度領域の平均マススペクトル

加熱炉温度: 50 - 900 °C (20 °C/min), EGA チューブ: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm), チューブ流量: 1 mL/min (He), スプリット比: 1/50, GCオープン温度: 300 °C, MSスキャン範囲: m/z 29 - 600, MSスキャン速度: 約0.2 scan/s, 試料量: 約0.5 mg.

Keywords : コールタール, 組成分析, EGA-MS, 発生ガス分析

使用製品 : マルチショット・パイロライザー, UADTM-2.5N, エコカップLF, F-Search, Vent-free GC/MSアダプター

応用分野 : 高分子分析全般

関連テクニカルノート : PYA1-183 (Part2)

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