

コールタールの熱脱着GC/MSによる組成分析

Part 2: 熱脱着 (TD)-GC/MS分析

【背景】 前報(PYA-182)では製造元の異なる2種類のコールタール試料の発生ガス分析(EGA)-MSを行い、熱脱着(TD)-GC/MSにおける加熱炉温度を450 °Cと決定した。本報ではこれらの試料のTD-GC/MS分析を行い、各試料の組成に差異があるか確認した。

【操作】 測定には、前報と同様、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC/MS装置のGC注入口に直結して使用した。各コールタール試料20 mgをトルエン1 mLに溶解し、0.02 mg/μL の試料溶液を調製した。試料溶液10 μLをエコカップに採取し、内部標準(IS)としてトリアコンタン(C₃₀)のヘキサン溶液(0.1 μg/μL)を10 μL添加後、450 °Cの加熱炉に導入して熱脱着を行った。熱脱着した成分を分離カラム(UA1-30M-0.1F)により分離し、Vent-free GC/MSアダプターを介してMS検出器で検出した。

【結果と考察】 各コールタール試料のTDクロマトグラムをFig. 1に示す。ナフタレンやフェナントレンなどの各種芳香族炭化水素が検出された。また、試料Aと試料Bを比較すると、Table 1に示す5種の化合物のピーク面積のISに対する比(強度比)が大きく異なることが確認された。以上のことから、TD-GC/MS分析によりコールタールの組成の違いが明確となり、TD-GC/MS分析は組成分析に有用であることが示された。

Table 1 強度比*の比較

	Area / C ₃₀	構造式	試料A	試料B
1	キノリン		9 %	65 %
2	1-メチルナフタレン		70 %	212 %
3	ビフェニル		26 %	78 %
4	アセナフテン		34 %	113 %
5	ジベンゾフラン		117 %	201 %

* 化合物のピーク面積のISに対する比

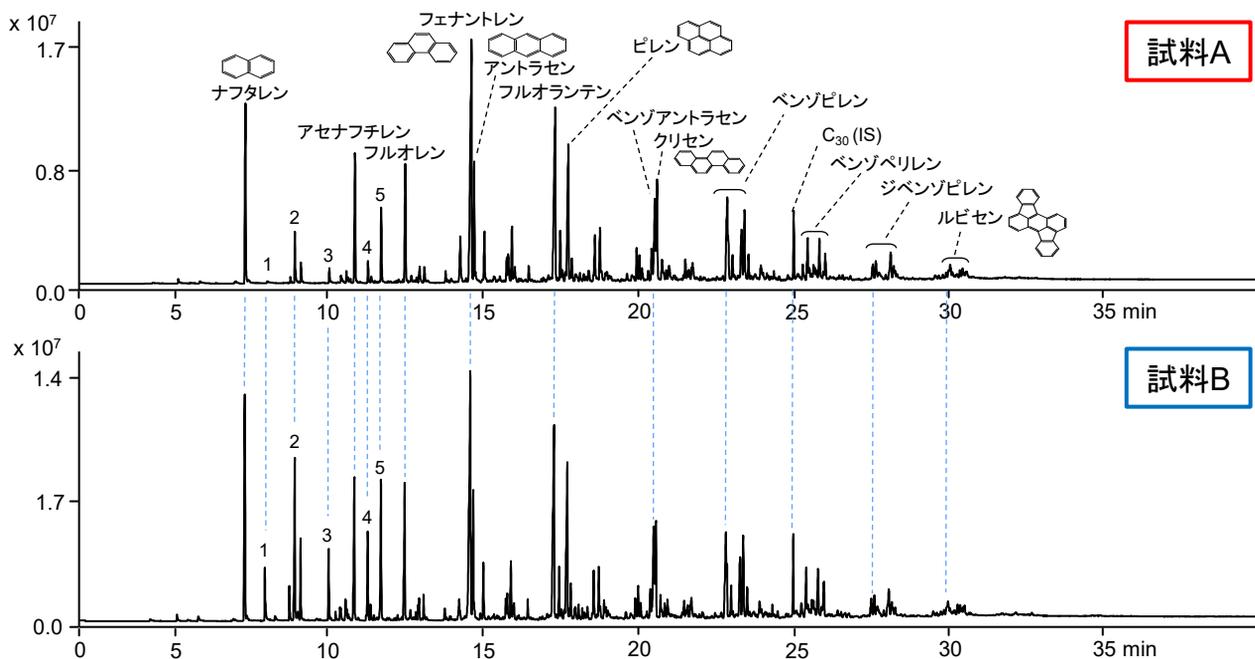


Fig. 1 製造元の異なる2種類のコールタール試料のTDクロマトグラム

加熱炉温度: 450 °C, GC 注入口温度: 300 °C, GC オープン温度: 40 °C (0 min) - 350 °C (10 °C/min, 9 min保持), 分離カラム: UA⁺-1 (ジメチルポリシロキサン, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.1 μm), カラム流量: 1.0 mL/min, スプリット比: 1/100, MSスキャン範囲: m/z 29 - 400, 試料量: 約0.2 mg.

Keywords : コールタール, 組成分析, TD-GC/MS, 熱脱着

使用製品 : マルチショット・パイロライザー, UA⁺-1, 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 : [PYA1-182 \(Part1\)](#)

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