

# サンドイッチ法を用いた反応熱分解法における定量性の検討

**[背景]** 新たに開発した炭素塗布濾紙及びTMAH炭素混合溶液を用いたサンドイッチ法は、従来法と同様の結果がオートショット・サンプラーを用いても、その動作に支障なく得られることをPYA2-025で報告した。そこで本報では、3ブロックの異なる組成比のヒドロキシ安息香酸(PHB)・テレフタル酸(TA)・ジフェノール(BP)三元共重合型全芳香族液晶ポリエステル(LCP, 図1)を用いて、サンドイッチ法の定量性について検討した<sup>1)</sup>。

**[方法]** 検討には、表1に示す6種類の仕込みモル組成比(PHB/TA/BP)のLCP試料を使用した。エコカップ内で各LCP試料(～60 mesh)の約50 mgを、2枚の炭素塗布濾紙(直径4 mm、厚さ0.1 mm)を用いて、上下から挟み込み、試料と上側の濾紙それぞれにTMAH炭素混合溶液各4 μL(合計8 μL)を添加した。そのエコカップを、オートショット・サンプラーを用いて、400℃の反応熱分解GC測定に供した。

**[結果]** 各組成のLCP試料を測定し、PHBを基準として得られた検量線を図2に示した。表2より、測定により得られたモル組成比は仕込みモル組成比と同等の値を示し、相対標準偏差(RSD)は5%以下と良好な結果が得られた。このことより、サンドイッチ法はオートショット・サンプラーの使用を可能とし、LCPの組成解析や定量分析に有効であることがわかった。

1) 國井ら, 日本分析化学会第59年会(2010), J3003

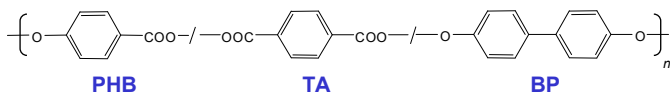


図1. LCP構造式

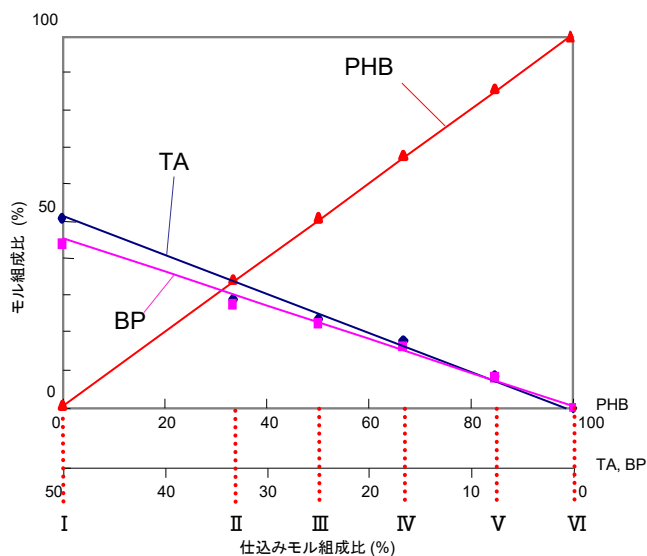


図2. LCP試料の各ブロックの異なる6種類の組成比を用いて作成した検量線

表1. 6種類のLCP仕込みモル組成比

試料No.	PHB	TA	BP
I	0	1	1
II	1	1	1
III	2	1	1
IV	4	1	1
V	11	1	1
VI	1	0	0

表2. 表1試料の得られたモル組成比

試料No.	PHB	TA	BP
I	0.0	1.0	0.89
II	1.0	0.86	0.82
III	2.0	0.94	0.89
IV	4.0	1.05	0.94
V	11.0	1.04	0.97
VI	1.0	0.0	0.0

RSD\*) (n=5) → PHB: 1.1%, TA: 4.7%, BP: 2.6%  
 (\*: 6種の試料の測定結果を平均した値)

**Keywords :** 石英製濾紙, 反応熱分解, TMAH, 試料調製法, LCP, 定量性, サンドイッチ法, オートショット・サンプラー

**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, UA-5, Auto-Rxディスク

**応用分野 :** 試料調製法, 高分子分析, 反応熱分解

**関連テクニカルノート :** PYA2-025

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/>