

On-lineマイクロ反応サンプラーの開発と応用例

【背景】 反応熱分解GC/MS法はポリエステルを代表とする縮合型高分子材料の構造解析に有効な手段として用いられており、一般的に反応試薬との反応は開放系で常圧に近い環境で行われている。ところが、ポリアミド等の高分子の場合には分解・誘導体化反応が十分進行しない場合が多い。代替方法として密閉容器を用いた加熱・加圧下における反応分解法があるが、安全に配慮した反応装置が必要であり、オフライン分析が中心である。そこで、微量試料と反応試薬をガラスカプセル中に封管し、密閉系高温高圧下で反応させ、生成物をオンラインでGC/MS分析するマルチショット・パイロライザー用のサンプラーを開発したので報告する。また、応用例としてナイロン6,6の開放系と密閉系高温高圧下での反応熱分解法による結果を比較して紹介する。

【方法】 マイクロ反応サンプラー(PY1-1050)の構造図をFig.1に示す。試料としてナイロン6,6 (40 μg)と反応試薬として用いた水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH 25 wt%メタノール溶液 10 μL)をガラスカプセル(外径 2.5 mm, 長さ 30-35 mm, 容量76 μL)に封管しサンプラーの先端にセット後、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)に装着した。サンプラーを押し下げることで、カプセルを300°Cに加熱したパイロライザーの加熱炉に挿入し1時間反応させた。反応終了後、上部のノブを回転させて破碎スティックを下げ、カプセルを破碎すると同時に生成物をGCの分離カラムへと導入して分析した。開放系での反応熱分解分析はパイロライザーを使用した一般的な手法で行った。

【結果】 代表的なポリアミドのナイロン6,6を開放系での熱分解法により測定したクロマトグラムをFig.2a)に示す。反応が十分進行しないため反応生成物のピークは殆ど観測されない。一方、マイクロ反応サンプラーを使用した密閉系における反応熱分解法によるクロマトグラムをFig.2b)に示すが、ナイロン6,6のそれぞれのモノマーが誘導体化され明瞭なピークになって観測された。

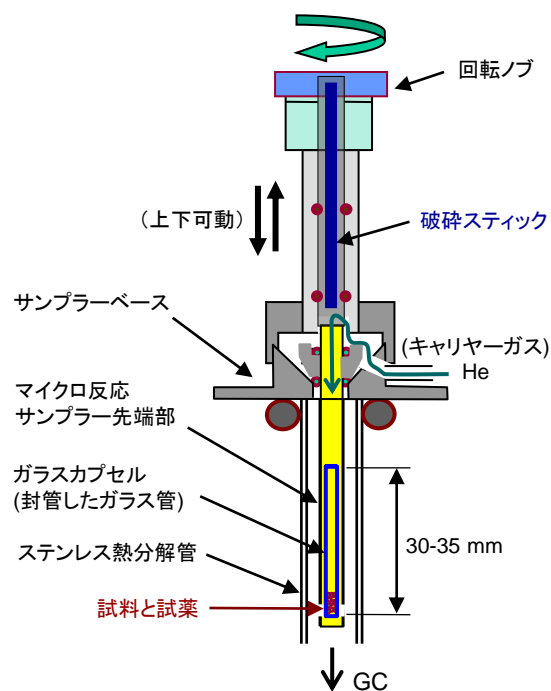


Fig.1 On-lineマイクロ反応サンプラーの構造図。

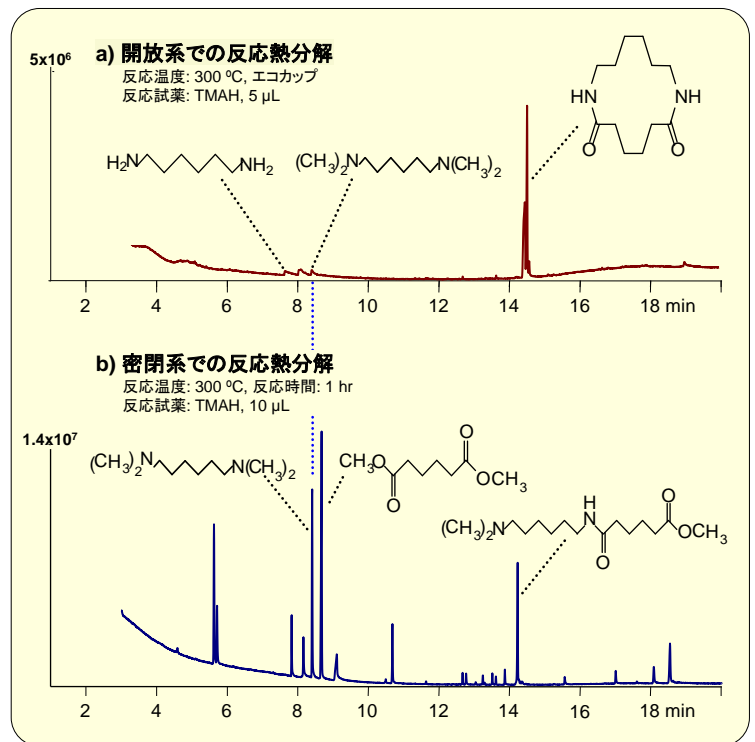


Fig.2 ナイロン6,6の反応熱分解における開放系と密閉系の比較。

Keywords : On-line マイクロ反応サンプラー, 反応熱分解, TMAH, 縮合型高分子, ナイロン6,6

使用製品 : 多機能パイロライザー, On-lineマイクロ反応サンプラー, Vent-free GC/MS アダプター

応用分野 : 高分子材料一般, 組成分析, バイオマス

関連テクニカルノート : PYA2-030

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/