

反応熱分解 GC/MSによるアクリル系粘着剤中の アクリル酸の二段階加熱前処理法を用いた定量分析 Part 2: 市販の粘着剤試料中のアクリル酸の定量分析

[背景] 前報(PYA2-035)ではアクリル系粘着剤中のアクリル酸(AA)を対象として、粘着剤をトリメチルシリル(TMS) 化試薬と混合して二段階で加熱する前処理法を紹介した。本報ではその前処理法を用いて組成既知の粘着剤試料を用いて検量線を作成し、この検量線を使って市販の粘着剤試料中のAAを定量分析した結果を報告する。

[方法] Table 1に示す組成でアクリル酸ブチル(BA)、アクリル酸2-エチルヘキシル(2-EHA)、AAを用いたモデルアクリル系粘着剤試料を溶液重合で合成した。前報と同様に試料溶液を調製後、二段階加熱前処理を行い、内部標準物質としてアントラセン-d₁₀(Anth-d₁₀)のジクロロメタン(DCM)溶液(1.0 mg/mL)を2 μL添加した後、加熱炉温度600 °Cで瞬間熱分解測定した。測定にはマルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC注入口に直結した熱分解(Py-)GC/MSシステムを用いた。

[結果] 4種の粘着剤試料のパイログラムをFig. 1 (a)に示す。これらの各試料において、パイログラム上にはそれぞれの試料を構成する各アクリルモノマー由来の熱分解生成物のピークと内部標準物質のピークが観測された。Fig. 1 (b)に示したAA-TMSの抽出イオンクロマトグラム(EIC, *m/z* 129)では、AAを原料に含まない試料1と試料2ではアクリル酸のTMS誘導体(AA-TMS)がほぼ検出されていないことから、極性官能基含有モノマーとして配合されているAAのみをAA-TMSとして検出できていることが確認できた。また、AA-TMS、Anth-d₁₀のピーク面積をそれぞれの化合物に特徴的なイオンのEICから求めた。これらのピーク面積比は $n=5$ でRSD 5%以下と、優れた再現性が確認された。また、これらの結果から作成したAA-TMSの検量線をFig. 2に示す。検量線の決定係数(R^2)は0.9999と良好な直線性を得た。本手法を市販の粘着剤試料にも応用してAAを定量分析したところ、50 μgの粘着剤中のAAは2.71 μgとなった。同試料をフェノールフタレインを指示薬としたKOHによる酸塩基滴定で測定した酸価から定量した結果、50 μg中2.53 μgとなり本手法によって定量した結果とほぼ一致した。以上より、前処理として二段階加熱のTMS化を適用した反応熱分解GC/MSでアクリル系粘着剤中のAAを精確に定量することができた。

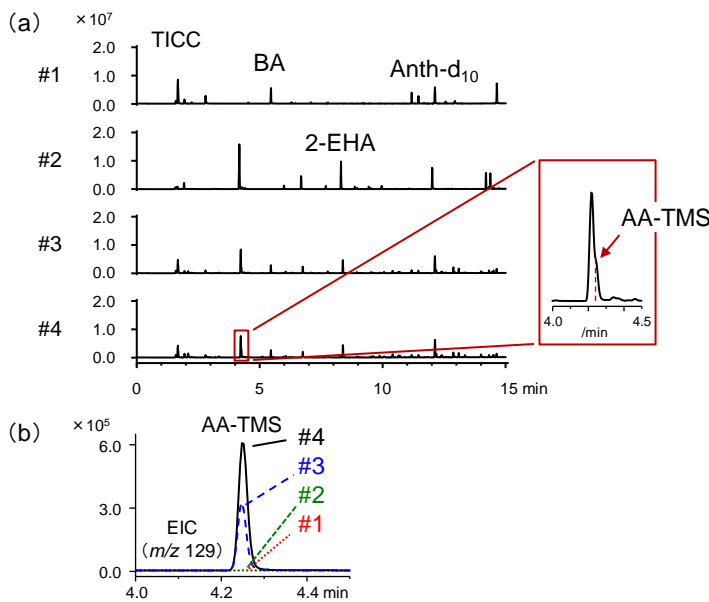


Fig. 1 各粘着剤試料の (a) パイログラム(TICC)、
(b) 各試料のAA-TMSのEIC (*m/z* 129)

Table 1 モデルアクリル系粘着剤の組成

試料	組成比 (wt %)		
	BA	2-EHA	AA
#1	100.0	0.0	0.0
#2	0.0	100.0	0.0
#3	47.5	47.5	5.0
#4	45.0	45.0	10.0

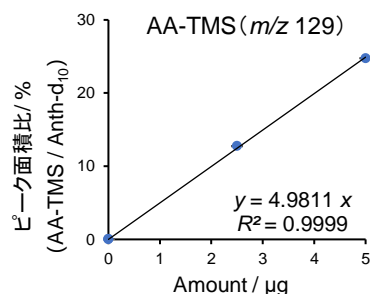


Fig. 2 Anth-d₁₀ (*m/z* 188) に対するピーク面積比を用いて作成したAA-TMSの検量線

熱分解炉温度: 600 °C, GC注入口温度: 300 °C, カラム流量: 1.0 mL/min, スプリット比: 1/100,
分離カラム: UA+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=0.25 μm),
GCオープン温度: 40 °C (2 min保持) - 320 °C (20 °C/min, 6 min保持), 検出器: 四重極MS, 試料量: 50 μg

参考文献: M. Matsueda et al., *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 175 (2023) 106170.

Keywords: 反応熱分解, 粘着剤, 前処理法

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, UA+5, Vent-free GC/MS アダプター, F-Search

応用分野: 材料分析, 品質管理

関連テクニカルノート: PYA2-035

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