

熱分解GC/MSを用いた発生ガス分析(EGA)-MS法による ポリスチレン系樹脂の異同識別

【背景】 様々な未知ポリマー試料の異同識別を、迅速に行うことが求められる鑑識の分野においては、パイロライザーを用いた瞬間熱分解GC/MS法に加えて、発生ガス分析(EGA)-MS法も有用であると考えられる。本報ではポリスチレン(PS)系樹脂について、マススペクトルの比較と主成分分析を用いて、異同識別を試みた。

【方法】 測定試料には、PSやPSを含む共重合体およびスチレン誘導体の重合体など15種類のPS系樹脂を用いた。EGA-MS測定システムは、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC/MSの注入口に直結して用いた。注入口とMSは不活性化金属キャピラリー管(長さ 2.5 m, 内径 0.15 mm)で直結した。また、異同識別のため、得られたサーモグラムから平均化マススペクトルを作成し、PS系樹脂試料のマススペクトルライブラリー(MS-Lib)を構築した。また、平均化したマススペクトルによる識別が困難な場合には、サーモグラムの加熱昇温温度と溶出プロファイルにも注目し、ピーク頂点温度、ピーク半値幅、低温側および高温側温度を説明変数とした主成分分析を行い、異同識別を試みた。

【結果】 15種類のPS系樹脂試料を用いて構築したMS-Libと検索ソフトウェア(F-Search)を用いて、各試料のサーモグラムの検索を行った。第一位の一致率が際立って高い場合には、この検索結果のみで一義的な識別が可能だが、いくつかの試料については、主たる熱分解生成物がスチレンであることに起因して、平均化により得られたマススペクトルは相互に酷似しており、Fig.1に例を示す様に一義的な異同識別をすることは困難な場合もあった。そこで、溶出プロファイルのパラメーターを考慮した主成分分析を適用したところ、識別困難であった上位複数の候補の中から、殆どの場合について一つの候補に絞り込むことが可能となった。例えば、Fig 1では一義的な識別が困難であった未知試料は、Fig.2ではNo.5に十分近く、No.6およびNo.8とは識別が可能であることが分かる。以上の結果から、EGA-MS法により得られる平均化マススペクトルとサーモグラムの溶出プロファイルの比較を併用すれば、比較的構造が類似したPS系のポリマー同士の迅速なスクリーニングや、鑑識の分野でも活用できる手法である。

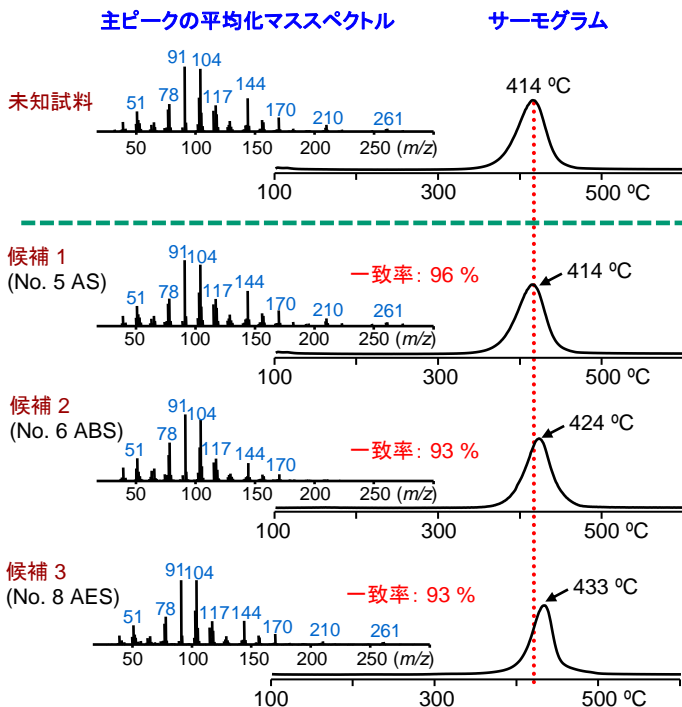


Fig. 1 PS系樹脂用のMS-Libを用いた使用未知試料の検索

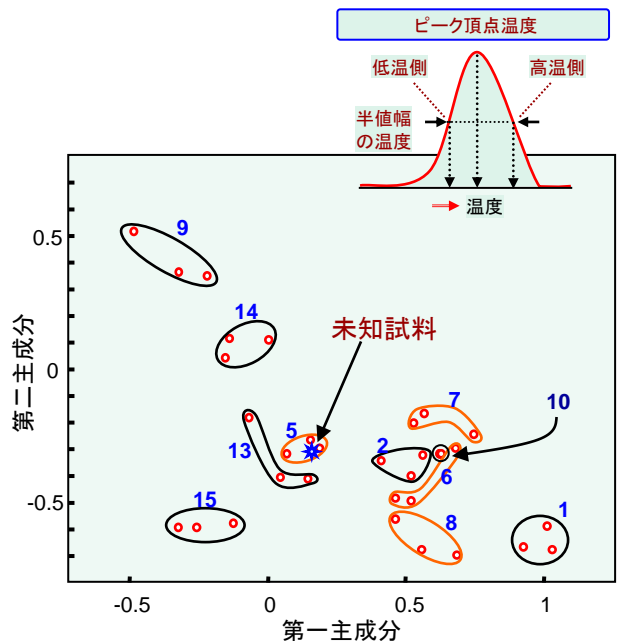


Fig. 2 サーモグラムの形状に基づいた主成分分析

Ref: 穂坂ほか、2009年 日本法科学技術学会 第15回学術集会

Keywords : 異同識別, 発生ガス分析 (EGA), PS, 平均化スペクトル, F-Search, 主成分分析

使用製品 : 多機能パイロライザー, Vent-free GC/MS アダプター, F-Search, 不活性化金属キャピラリーチューブ

応用分野 : 一般高分子分析, 鑑識

関連テクニカルノート : [PYA1-067](#), [PYA3-012](#), [PYA3-013](#), [PYA3-017](#)

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/>