

発生ガス分析 - 質量分析法による ポリアミド系樹脂の異同識別

【背景】 様々な未知ポリマーの異同識別を、迅速に行うことが求められる鑑識の分野においては、瞬間熱分解GC/MS法に加えて、発生ガス分析-質量分析法(EGA-MS)も有用であると考えられる。本報では代表的な汎用ポリマーの一つであるアミド系樹脂(ナイロン)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、一般的な9種類のナイロンの標準試料を用いた。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は不活性化した金属キャピラリー管で直結する流路とした。また、異同識別のためのデータの比較を簡便に行うために、得られたサーモグラムから、基質ポリマーの熱分解に由来する諸成分ピークの平均化した質量スペクトルを作成し、そのポリマーを代表するスペクトルとして、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】 9種類のナイロン試料を用いて構築したMS-Libと検索ソフトウェアを用いて、各試料のサーモグラムの検索を行ったところ、一致率の高い順番に、類似した質量スペクトルを示すポリマーを検索することができた。しかし、Fig. 1 に示す様に一致率が80%以上と高い候補が複数存在する場合には、この検索のみで一義的な識別は困難である。この理由として、多くの試料は、主たる熱分解生成物が脂肪族アミン類と脂肪族ニトリルであるため、平均化により得られたマススペクトルが相互に酷似しているためである。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、識別困難であった候補の中から、多く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の未知試料は、Fig.2ではNo.1に十分近く、No.6やNo.8とは識別が可能であることが分かった。9種類の試料から任意の2種類の試料を選択する36通りの組み合わせ全てについて、異同識別の可否を検討した結果、8割以上の組み合わせにおいて異同識別が可能であった。以上の結果から、EGA-MS法により得られる平均化質量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る本手法は、比較的構造が類似したナイロンの迅速なスクリーニングに有効であり、鑑識の分野でも活用できる手法であると考えられる。

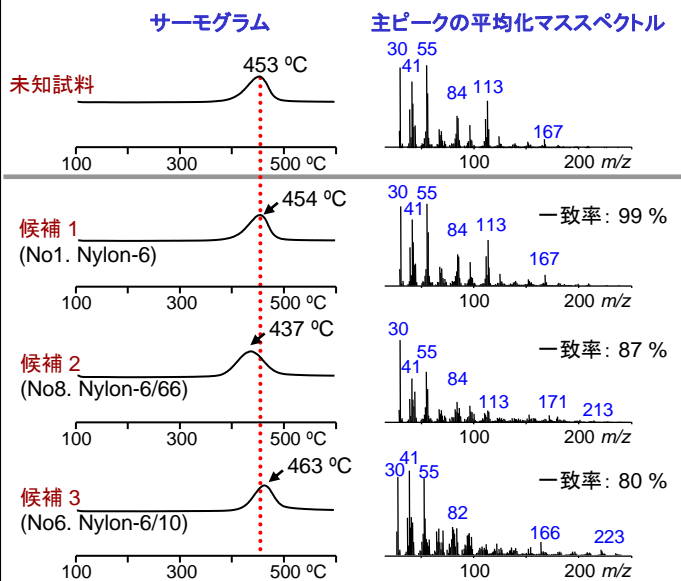


Fig. 1 未知試料の検索

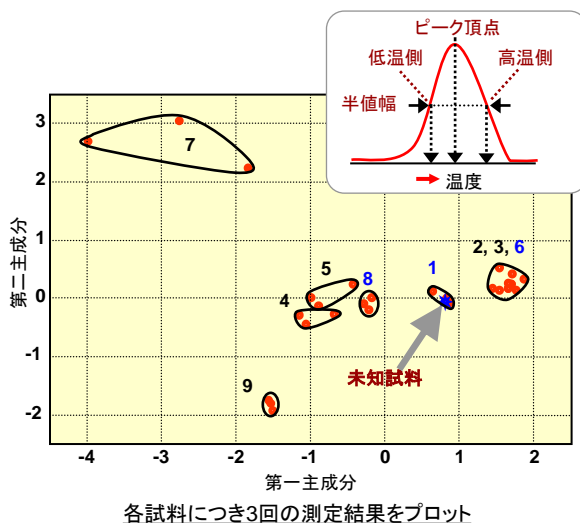


Fig. 2 サーモグラムの溶出プロファイルによる主成分分析

熱分解炉温度: 100 - 600 °C (20 °C/min, 5 min hold), EGA チューブ: 不活性化金属キャピラリー管, (L=2.5 m, id.= 0.15 mm)
GCオープン温度: 300 °C, GC注入口温度: 300 °C, カラム流量: 1.0 mL/min, He, スプリット比: 1/20, 検出器: 四重極MS, 試料量: 50 µg

Keywords : 法科学, 異同識別, 鑑識, F-Search, ナイロン, ポリアミド, EGA-MS, サーモグラム, 平均化マススペクトル, 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 : PYA3-013, PYA3-015

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/