

ポリマー試料のPy-GC/MS分析における水素キャリアーガスの影響

Part 2 HDPEのMSイオン源内での水素添加

[背景] 水素(H₂)キャリアーガス雰囲気下でのポリマー試料の熱分解(Py)-GC/MS分析について、高密度ポリエチレン(HDPE)を試料に用いた場合、パイログラムに現れるジオレフィン(C_n''), モノオレフィン(C_n'), 及びアルカン(C_n)の強度比がHeキャリアーガスの場合に比較して変化すること、またその変化が熱分解過程における水素添加(水添)に由来することが明らかとなった(PYA4-007)。本報(Part 2)では、前報と同様に HDPEを試料に用いて、H₂雰囲気下でのPy-GC/MSにおいて得られたパイログラムとマススペクトルについて、MSイオン源内での水添に注目して検討した。

[方法] HDPEの微粉末約200 µgをステンレス製試料カップ(i.d.=4 mm, H=8 mm)に採取した後、600 °Cで熱分解し、熱分解生成物をGC/MS分析した。Py-GC/MS測定には、四重極型MSを検出器としたGCの注入口に、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)を直結し、さらにオートサンプラー(AS-1020E)を備えた分析システムを用いた。分離カラムには金属キャピラリーカラム(UA+-5)を用いた。キャリアーガスにはHeとH₂を用い、カラム流量を1 mL/minとした。

[結果] HDPE試料のパイログラムで、C₁₄'(分子量, M=196)の分離成分のマススペクトルに注目すると、HeキャリアーガスではM+2ピークのMS強度が著しく弱いのにに対し、H₂キャリアーガスではそのピークが確認できる。これは、分離カラムから流入した熱分解生成物中の不飽和結合の一部がMSイオン源内で水添され、マススペクトル上の見かけの同位体比が大きく変化したものと考えられる(Fig. 1)。このように、水素キャリアー中では、MSのイオン源内においても僅かではあるが水添が生じることが分かった。^{1,2)}

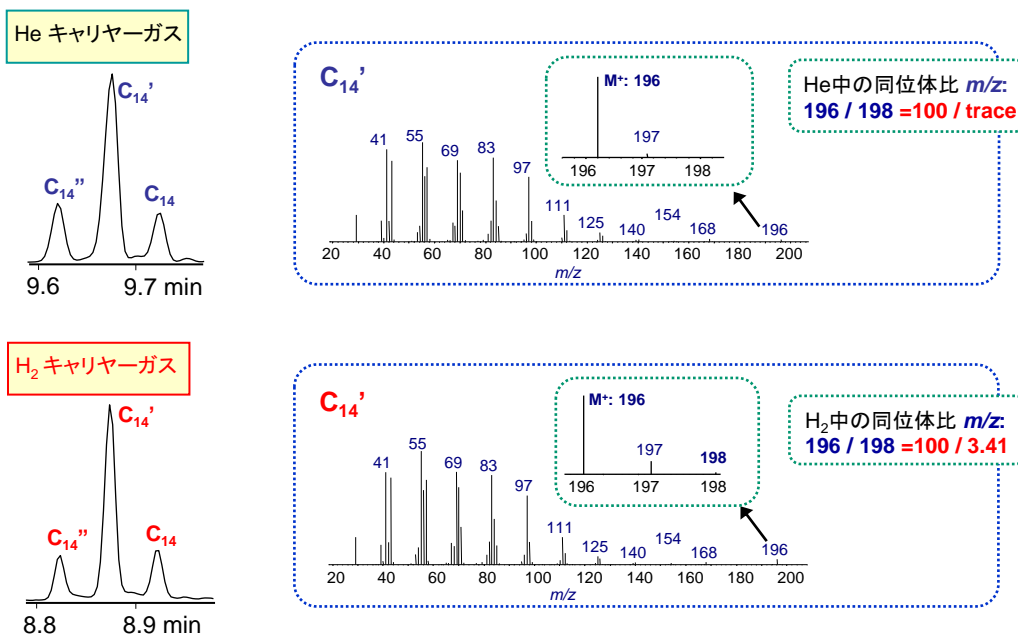


Fig. 1 HDPE 熱分解物のC₁₄領域のパイログラムとC₁₄'のMSスペクトル

熱分解温度: 600 °C, GCオープン温度: 40 (2 min) – 320 °C (20 °C/min, 3 min 保持)
 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
 カラム流量: 1 mL/min (He/H₂), スプリット比: 1/100, 試料量: 200 µg

1) 渡辺 堯ほか, 日本分析化学会第62年会(2013) [K3009](#).

2) A. Watanabe, et al., [Anal. Chem.](#), **88** (2016) 5462–5468.

Keywords : H₂キャリアーガス, 飽和, 不飽和炭化水素, 水素添加, 熱分解, Py-GC/MS, HDPE, MSイオン源, 同位体比

使用製品 : マルチショット・パイロライザー, オートショット・サンプラー, UA+-5

応用分野 : 一般高分子分析

関連テクニカルノート : [PYA4-007](#), [PYA4-009](#)

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/>