

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 4 既存データベースを用いたポリマー20種のライブラリー検索

【背景】 前報(PYA4-009)で報告したように、既存データベースを用いたライブラリー検索の結果では、検証した4種のポリマーについては水素キャリアーガス下での熱分解生成物への水素添加反応の影響は無視できる程度であることが分かった。ほかの多くのポリマーに対しても、水素キャリアーガス下で得られたパイログラムとそのマススペクトルを用いて、既存のマススペクトルライブラリーによる検索への影響がどの程度あるかの検討も必要となる。本報では、さらにポリマー20種を用いて、ライブラリー検索結果に対する水素添加の影響を合致率から検討した。

【方法】 20種類のポリマー試料について、それぞれ100 µgを試料カップに採取して分析した。Py-GC/MS測定には、GC/MSシステムのスプリット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、オートショット・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(Ultra ALLOY+-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)を使用した。キャリアーガスにはヘリウム(He)と水素(H₂)を使用し、カラム流速は1 mL/min固定とした。試料は600 °Cで熱分解し、熱分解生成物をGC/MSで分離分析した。ポリマーの熱分解生成物はF-Searchで、He雰囲気中で生成されたデータをもとに構築されたライブラリーを用いて検索し、その合致率からポリマーを同定した。

【結果】 H₂雰囲気下で得られたポリマーのパイログラムをF-Searchでライブラリー検索した結果をTable 1にまとめた。ほとんどのポリマーで82 %以上と高い合致率が得られた。ライブラリー検索の結果、フッ素系ポリマー2種を除く全てのポリマーで、熱分解生成物の水素添加の影響は無視できる程度であることが分かった。フッ素系ポリマー2種については、フッ素原子の強い電子求引性のためにヘリウム雰囲気中とは異なる熱分解後の水素添加反応が生じたと考えられる。

Table 1 既存ポリマーライブラリーを用いたF-Searchによるパイログラムのライブラリー検索結果

ポリマー候補	合致率(%)	
	He キャリヤーガス	H ₂ キャリヤーガス
1. Low density polyethylene (LDPE)	99	97
2. Polypropylene (isotactic) (iso-PP)	99	97
3. Ethylene-propylene-diene rubber (EPDM)	97	94
4. Ethylene-vinyl acetate copolymer (EVA)	99	95
5. Styrene-methyl acrylate copolymer (P(S-MA))	99	96
6. Acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer (ABS)	99	98
7. Polydivinylbenzene (PDVB)	99	99
8. Poly(methyl methacrylate) (PMMA)	99	99
9. Polyacrylonitrile (PAN)	99	97
10. Poly(vinyl alcohol) (PVA)	98	96
11. Acrylonitrile-butadiene rubber (NBR)	99	90
12. Poly(hexamethylene adipamide) (nylon-6,6)	94	90
13. Poly(phenylene sulfide) (PPS)	99	85
14. Polydimethylsiloxane (PDMS)	99	98
15. Methylcellulose (MC)	97	87
16. Poly(vinyl chloride) (PVC)	98	90
17. Epoxy resin	98	82
18. Polychlorotrifluoroethylene (PCTFE)	97	94
19. Polytetrafluoro-hexafluoroethylene (PTFE)	98	27
20. Tetrafluoroethylene-hexafluoropropylene copolymer (FPE)	95	22

1) 渡辺 吉ほか, 日本分析化学会第62年会(2013) [K3009](#). 2) A. Watanabe, et al., *Anal. Chem.*, **88** (2016) 5462–5468. 3) [F-Search システムカタログ](#)

Keywords : H₂ キャリヤーガス, 熱分解, Py-GC/MS, F-Search, ライブラリー検索, 合致率

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, F-Search

応用分野 : 一般高分子分析

関連テクニカルノート : [PYA4-007](#), [PYA4-008](#), [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
www.frontier-lab.com/jp