

プロパイロライザー PY-7070Sの開発(2)

— 大容量試料サンプラー —

【背景】 高分子材料の分析に有用な熱分解ガスクロマトグラフィー(Py-GC)分析において、より簡便で使いやすい熱分解装置、プロパイロライザーPY-7070Sを先に報告した(テクニカルノート: PYT-033)。本報では、PY-7070Sの3つの新機能のうち、大容量試料サンプラーを紹介する。大容量試料カップと大容量試料サンプラーをFig. 1に、大容量試料カップの保持方法をFig. 2に示した。また、その応用例として、ポリイミド(PI)フィルム中の残留溶媒*N*-メチル-2-ピロリドン(NMP: REACH規制対象物質)の熱脱着(TD)-GC/MS法による定量分析を紹介する。

【方法】 TD-GC/MS分析はPY-7070SをGC注入口に直結したPy-GC/MSシステムにより行った。ヘキサンで4時間ソックスレー抽出を行ったPIフィルムを大容量試料カップ(容量400 μ L)に約30 mg、エコカップLF(容量80 μ L)に約6 mg採取した。熱脱着温度については発生ガス分析のサーモグラムの結果より300°C(10分保持)とした。熱脱着成分をクライオトラップ後GC/MS分析し、抽出イオンクロマトグラム(m/z 99)のピーク面積を用い、絶対検量線法により残留NMPを定量した。

【結果】 大容量試料カップとエコカップLFを用いて得られたPIフィルムのクロマトグラムをFig. 3に示す。PIフィルム中のNMPについて、標準試料から作成した検量線により定量値を算出したところ5.3 ppmであり、相対標準偏差は1.5%($n=3$)と良好であった。これらは大容量試料カップの使用により微量NMPの検出が容易となることを示している。以上の結果より、大容量試料カップは、試料量を約5倍増加させることができ、より微量な成分のTD-GC/MS分析に有用であることが分かった。

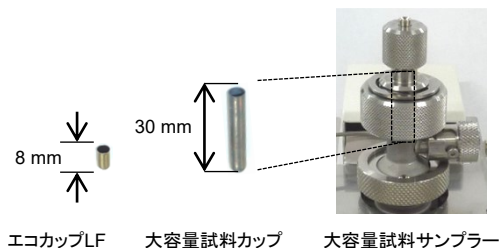


Fig. 1 大容量試料カップとサンプラー

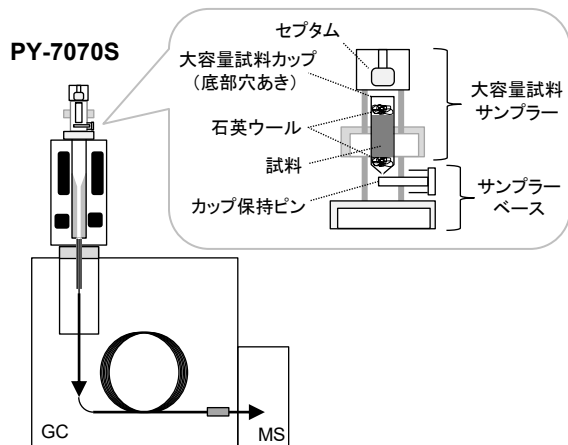


Fig. 2 大容量試料カップの保持方法

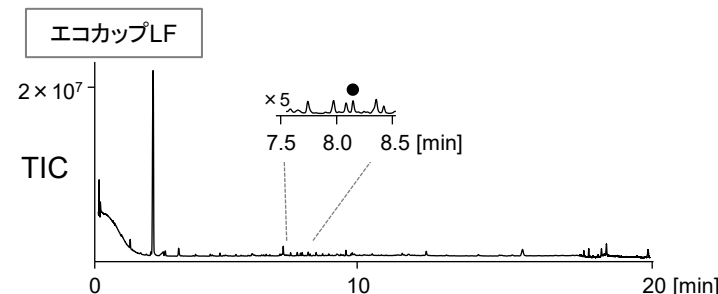
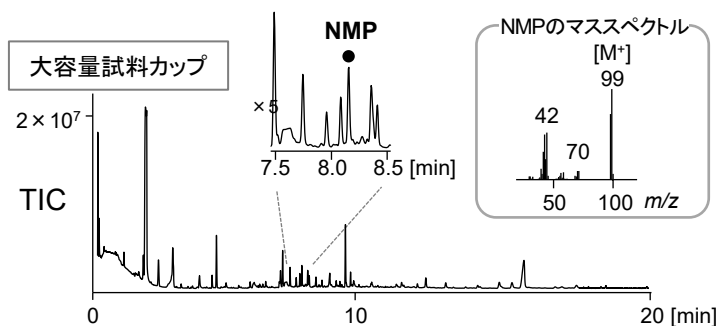


Fig. 3 2種類の試料カップを用いたPIフィルムの熱脱着クロマトグラム

試料量: 大容量試料カップ 32.1 mg, エコカップLF 5.8 mg
 熱脱着温度: 300°C(10 min 保持), スプリット比: 1/10, GC注入口温度: 200°C,
 GCオープン: 40°C(2 min 保持) - 200°C(20 °C/min, 10 min 保持),
 分離カラム: 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=1.0 μ m, カラム流量: 1.5 mL/min, MSスキャン範囲: m/z 29 - 200

Keywords : 品質管理, 熱脱着-GC/MS, 残留溶媒, *N*-メチル-2-ピロリドン, NMP

使用製品 : PY-7070S, UA+5, ベントフリーGC/MSアダプター, 大容量試料サンプラー, エコカップLF

応用分野 : 品質管理, 基礎研究

関連テクニカルノート : PYT-033

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/>