

熱分解型ガスクロマトグラフ質量分析計 (Py-GC-MS)

キーワード：プラスチック、熱分解、GC-MS、イオントラップ

概要

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS) はガス化した試料を分離・分析し、化合物を同定する装置で、今や材料分析の分野では欠かせない装置となっています。しかし、容易にガス化しない物質の分析は困難なため、プラスチックなどの材料を直接分析することは困難でした。

今回導入した熱分解型ガスクロマトグラフ質量分析計 (Py-GC-MS) は、GC-MS に常温～1000°C までの温度範囲で加熱・熱分解が可能な熱分解炉を接続しています。熱分解炉で 0.1～1 mg という極微量の試料を高温加熱し、発生したガス成分を GC/MS 分析することにより、残留溶剤や添加剤、さらにはプラスチック組成を特定することができます。

装置構成

装置の外観写真および構成を図 1、2 に示します。装置は熱分解炉 (パイロライザー・Py)、ガスクロマトグラフ (GC)、質量分析計 (MS) で構成されています。試料カップに極微量の試料を入れて、あらかじめ所定の温度に加熱した熱分解炉に投入することにより瞬間加熱し、発生したガスをガスクロマトグラフで分離し、分離された個々の化合物を質量分析計で分析します。



図1 熱分解 GC-MS 外観写真

①熱分解炉 (パイロライザー・Py)

材料を加熱し、発生したガスを GC に導入する前処理装置で、常温から 1050°C まで加熱可能です。高分子が分解しない温度範囲で加熱し、添加剤などの低分子量成分を抽出する熱抽出、高分子材料を分解温度以上で瞬間加熱する熱分解、これらを組み合わせた多段階加熱、徐々に炉の温度を上げて発生する化合物の温度を調べる昇温分析、など様々なモードでの分析が可能です。さらに、試料カップに高温で反応する試薬を添加して、反応熱分解により生成した化合物を分析することも可能です。また、本装置ではパイロライザーからの発生ガスをキャピラリーカラムの入口で液体窒素によりトラップすることができます。カラム入口で一旦、冷却凝縮させた後、急速に加熱してカラムに導入することにより、シャープなピークが得られます。

②ガスクロマトグラフ (GC) ¹⁾

熱分解炉から導入されたガス成分を長さ 30～60 m のキャピラリーカラムに通すことにより、混合ガスを化合物ごとに分離する装置です。

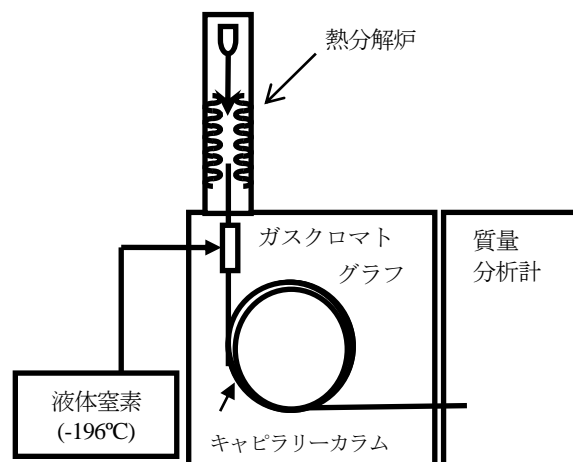


図2 熱分解 GC-MS 装置構成

③質量分析計 (MS) ^{2),3)}

GCにより分離された化合物をイオン化し、そのマススペクトルを測定する装置です。

本装置ではイオントラップ型の質量分析計を採用しました。この装置では、イオンチャンバー内にイオンを保持することができるため、マススペクトルを測定したイオンをさらにフラグメント化(断片化)して分析するMS/MS分析が可能です。

また、得られたマススペクトルをライブラリ検索することにより化合物の同定が迅速に行えます。本装置ではNISTのライブラリに加えて、F-Searchライブラリを備えているため、添加剤やポリマーの同定が簡便に行えます。装置の仕様を表1に示します。

表1 熱分解型GC-MSの仕様

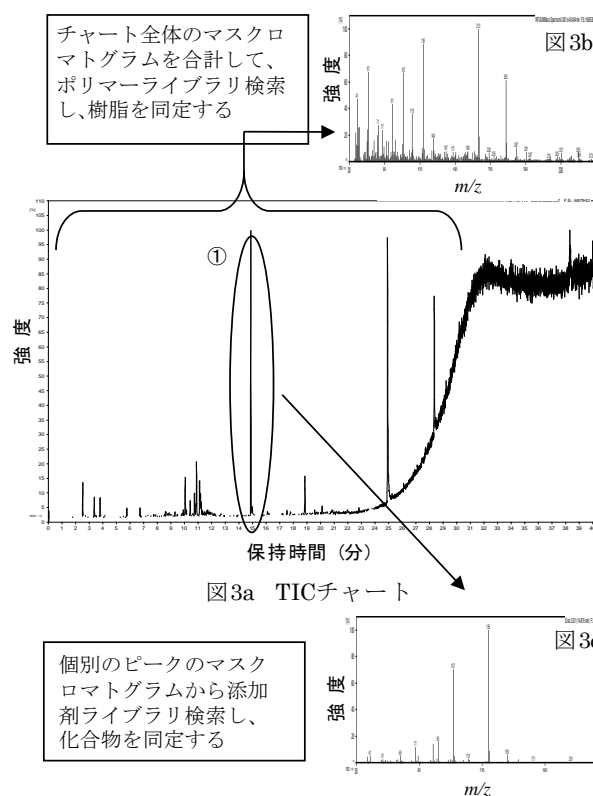
装置構成	<ul style="list-style-type: none"> ・パイロリザー: Py-3030d (フロンティア・ラボ株式会社) ・GC-MS: 240 ION TRAP GC/MS (アジレント株式会社)
主な対象物	・プラスチック、添加剤
仕様	<ul style="list-style-type: none"> ・熱分解炉 加熱温度: 常温~1050°C (瞬間加熱、多段階加熱、昇温加熱、反応熱分解など) ・GC-MS 温度範囲: 常温~450°C 質量分析計: イオントラップ型 質量範囲: 10~1000 u 測定モード: EI, PCI, NCI MS/MS分析が可能
ライブラリ	<ul style="list-style-type: none"> ・NIST (16万種の化学物質) ・F-search (ポリマー、添加剤)
備考	・化学イオン化の反応ガスに、ガスおよび揮発性液体が使用可

分析例

図3にプラスチックの分析例を紹介します。瞬間加熱されたプラスチックは熱分解し、GC-MSにより図3aのようなトータルイオンクロマトグラフ(TIC)チャートが得られます。なお、熱分解により得られたクロマトグラムをパイログラムと呼びます。パイログラムで得られたマススペクトル

を合計し(図3b)、ポリマーライブラリで検索することにより樹脂を特定します。また、ピークごとのマススペクトル(図3c)を添加剤ライブラリと比較することで、添加剤の特定も可能です。

この例では、図3bの結果からプラスチックはポリカーボネートと特定され、添加剤として、①のピークは図3cのマススペクトルから *p*-tert-ブチルフェノールであることが分かりました。



まとめ

今回導入した熱分解型ガスクロマトグラフ質量分析計は、極微量の材料を加熱し、発生したガス成分を分析することにより、化合物の特定を行うための装置で、種々の加熱法が可能な熱分解炉とMS/MS分析が可能なイオントラップ型GC-MSを接続した装置です。本装置を用いて材料を加熱・ガス化して分析することにより、低分子量化合物(残留溶剤や添加剤など)から高分子材料までの特定が可能となります。

関連テクニカルシート

- 1) No.10017 クロマトグラフ
- 2) No.10008 質量分析計
- 3) No.01025 ガスクロマトグラフィ/質量分析