

HS/GC/MSを用いた硬化シリコン系接着剤中の揮発成分分析

関連製品: 質量分析計(MS)

お問い合わせ先: 日本電子株式会社 グローバル営業本部 TEL: 03-6262-3568

【はじめに】

電子イオン化 (EI) 法は、ガスクロマトグラフィー/質量分析法 (GC/MS) において最も使用頻度の高いイオン化法である。EI法は、高感度、高再現性、およびライブラリー検索による化合物推定が行えるなどの特長を持つ。しかし、EI法では通常70eVのエネルギーを持つ電子を用いて測定するため、有機分子のイオン化エネルギーに対して過剰なエネルギーを与える。このため、生成したイオンが壊れやすく、熱分解などを伴うことから分子イオンが観測されない場合が多い。分子イオンの観測は化合物の確認を行う上で重要なため、ソフトイオン化法の併用が必須となる。

日本電子(株)では、ソフトイオン化法の1つである光イオン化 (PI: Photoionization) 法を可能とするイオン源を実用化している。PI法は一般的な有機分子のイオン化エネルギー付近のエネルギーをもった光子をサンプルへ照射しイオン化するため、イオン化過程における分子の開裂が起こり難く、分子イオンが生じやすいイオン化法である。

本報告では、硬化したシリコン系接着剤から発生する揮発性化合物をヘッドスペース/GC/MS (HS/GC/MS) 法で測定したので、その結果を報告する。

Table1 Measurement conditions

【測定条件】

シリコン系接着剤を室温、1時間で硬化し、これを測定に供した。測定条件はTable1に示す。

<HS conditions>	
Sampling mode	Trap mode (Trap tube: GL-Trap1)
Times of extraction	3
Sampling temp. (°C)	50
Sampling time (min)	15
Transfer line temp. (°C)	240
Injection mode	Direct connection
<GC/MS conditions>	
Column	ZB-5MSi (30m x 0.25mm, 0.25μm)
Oven ramping program	40°C(3min) – 10°C/min – 300°C(5min)
Carrier gas	He (1mL/min, constant flow mode)
Ionization mode	EI(+): 70eV, 50μA / PI(+): D ₂ lamp
GC/MS interface temp. (°C)	240
Chamber temp. (°C)	200
m/z range	10 – 600
Sample amount	2.16mg (EI), 2.66mg (PI)

【測定結果と考察】

測定で得られたTICクロマトグラムをFig.1に示した。ここで、各ピークのEIマスペクトルをライブラリー検索し、検索結果の類似度が最大で、かつ妥当と考えられる化合物の構造式を図中に示した。

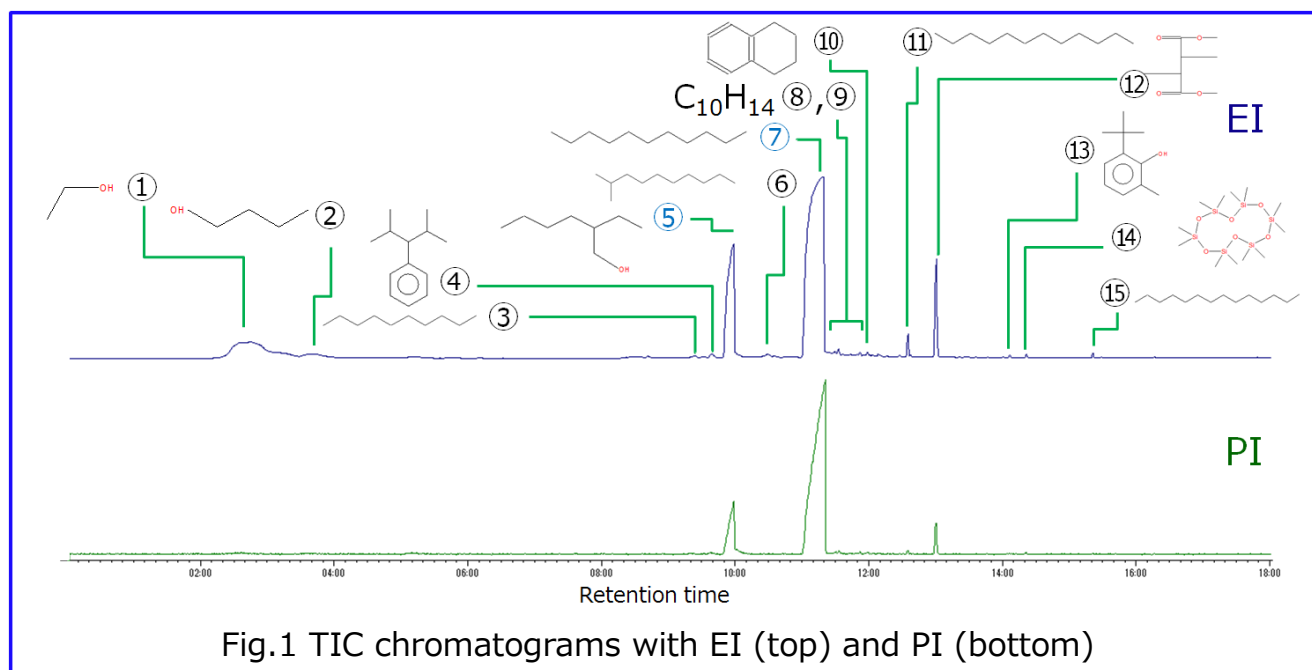
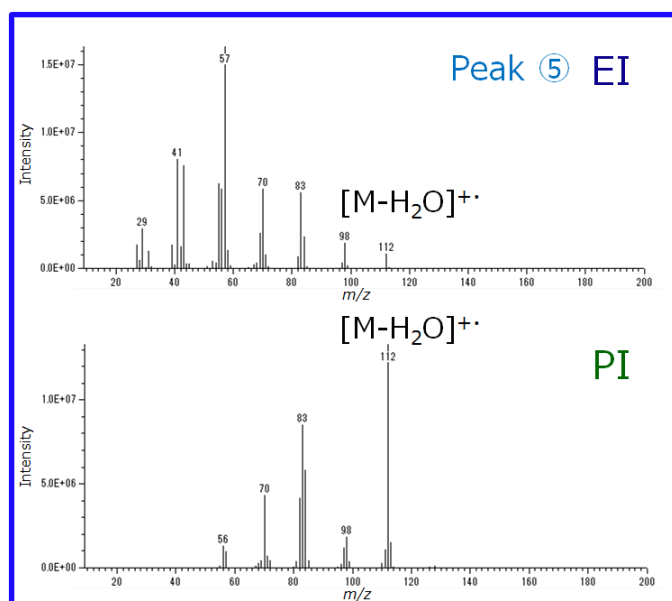
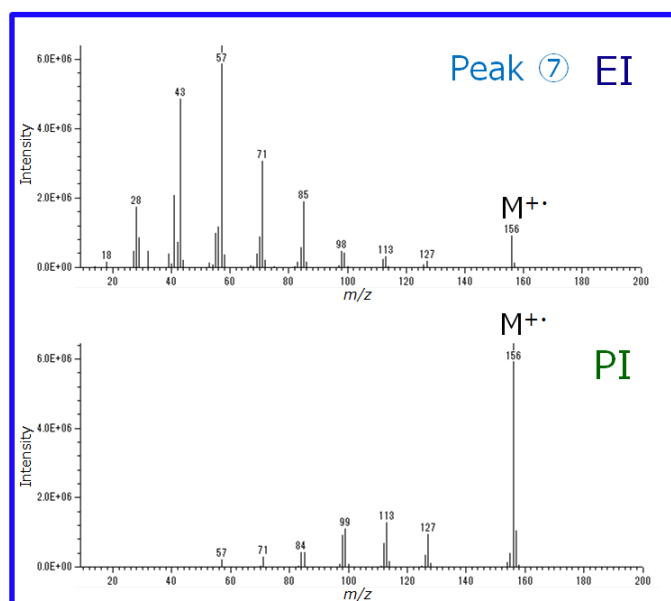


Table2 Analytical results of epoxy adhesive

Fig.1で示した、EI法でのTICクロマトグラム上に検出された各ピークに対するEI法およびPI法での質量情報をTable2にまとめた。ピーク番号、保持時間 (R.T.) と、ライブラリ検索結果から類似度が最も高い化合物名とその化合物情報、およびPI法で検出されたイオンの m/z 値とその帰属を示している。なお、類似度の最も高い化合物のノミナル質量とPI法で検出されたイオンの m/z 値が一致した化合物は、表中に太字で示した。

Peak number	R.T.	EI results				PI result	
		NIST library search results (1 st hit)	Formula	Molecular mass	Base peak	Detected ion	
1	2:32	Ethanol	C₂H₆O	46	31	46	M⁺
2	3:44	1-Butanol	C ₄ H ₁₀ O	74	56	56	[M-H ₂ O] ⁺
3	9:23	Decane	C₁₀H₂₂	142	57	142	M⁺
4	9:40	[2-Methyl-1-(1-methylethyl)propyl]-benzene	C₁₃H₂₀	176	133	176	M⁺
5	9:59	2-Ethyl-1-hexanol	C ₈ H ₁₈ O	130	57	112	[M-H ₂ O] ⁺
6	10:29	2-Methyl-decane	C₁₁H₂₄	156	57	156	M⁺
7	11:04	Undecane	C₁₁H₂₄	156	57	156	M⁺
8	11:33	<i>p</i>-Cymene	C₁₀H₁₄	134	119	134	M⁺
9	11:59	1,2,4,5-Tetramethyl benzene	C₁₀H₁₄	134	119	134	M⁺
10	12:09	1,2,3,4-Tetrahydronaphthalene	C₁₀H₁₂	132	104	132	M⁺
11	12:35	Dodecane	C₁₂H₂₆	170	57	170	M⁺
12	13:00	Dimethyl tetramethylsuccinate	C ₁₀ H ₁₈ O ₄	202	102	170	-
13	14:07	2-(1,1-Dimethylethyl)-6-methylphenol	C₁₁H₁₆O	164	149	164	M⁺
14	14:22	Dodecamethyl cyclohexasiloxane	C ₁₂ H ₃₆ O ₆ Si	444	341	429	[M-CH ₃] ⁺
15	15:21	Tetradecane	C₁₄H₃₀	198	57	198	M⁺

Fig.2 Mass spectra of 2-ethyl-1-hexanol (C₈H₁₈O)Fig.3 Mass spectra of undecane (C₁₁H₂₄)

シリコン系接着剤の発生ガスには鎖状炭化水素、芳香族化合物やアルコール(ピーク番号①～⑪, ⑬, ⑮)が含まれることが分かった。鎖状炭化水素、芳香族化合物は、EI法でのライブラリ検索結果得られた最大類似化合物のノミナル質量とPI法で検出されたイオンが一致した(例: ピーク番号⑦, Fig.3)。しかしながら、アルコール類、および環状シロキサンに対するPI法の結果、分子イオンは検出されず、それぞれ脱水イオン[M-H₂O]⁺(例: ピーク番号⑤, Fig.2)、脱メチルイオン[M-CH₃]⁺(ピーク番号⑭)と帰属できるピークが検出された。

【まとめ】

今回測定した接着剤硬化物について、PI法により検出されたイオンはEI法によるライブラリ検索から推定された化合物のノミナル質量とよく一致しており、PI法は分子イオンの確認に有用なイオン化法であることが分かった。

分子イオンが不検出な化合物、脱水イオンや脱メチルイオンが検出される化合物もあったが、PI法の測定結果はライブラリの照合結果を精査する上で有用な情報を与えた。PI法により検出される分子イオンがEI法でのライブラリ結果を補完できるため、EI法とPI法の両方を用いた定性分析を行うことで、より確度の高い化合物の推定が行えることがわかった。

< R2611HD-K >

本誌の記載内容は予告なしに変更することがあります。

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。

JEOL 日本電子株式会社

本社・昭島製作所

〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL: (042) 543-1111 (大代表) FAX: (042) 546-3353
www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

東京事務所 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル13階

営業企画室 TEL: 03-6262-3560 FAX: 03-6262-3577

電子光学機器営業推進室 TEL: 03-6262-3567 分析機器営業推進室 TEL: 03-6262-3568

産業機器営業部 TEL: 03-6262-3570 医用機器ソリューション販売部 TEL: 03-6262-3571

東京支店 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル18階 TEL: 03-6262-3580 FAX: 03-6262-3588

電子光学機器営業グループ TEL: 03-6262-3581 分析機器営業グループ TEL: 03-6262-3582

医用機器営業グループ TEL: 03-6262-3583

東京第二事務所 〒190-0012 東京都立川市曙町2丁目8番3号 新鈴ビル9階

半導体機器営業室 TEL: 042-528-3491 ソリューションビジネス部 TEL: 042-526-5098

横浜事務所 〒222-0033 神奈川県横浜市港北区新横浜3丁目6番4号 新横浜千歳ビル6階 TEL: 045-474-2181 FAX: 045-474-2180

海外事業所・営業所 Boston, Paris, London, Amsterdam, Stockholm, Sydney, Milan, Singapore, Munich, Beijing, Moscow, Sao Paulo ほか

札幌支店 〒060-0809 北海道札幌市北区北9条西3丁目19番地 ノルテプラザ5階

仙台支店 〒980-0021 宮城県仙台市青葉区中央2丁目2番1号 仙台三菱ビル6階

筑波支店 〒305-0033 茨城県つくば市東新井1番1号

名古屋支店 〒450-0001 愛知県名古屋市中村区那古野1丁目47番1号 名古屋国際センタービル14階

大阪支店 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル11階

西日本ソリューションセンター

〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル11階

広島支店 〒730-0015 広島県広島市中区橋本町10番6号 広島NSビル5階

高松支店 〒760-0023 香川県高松市寿町1-1-12 パシフィックシティ高松5階

福岡支店 〒812-0011 福岡県博多区博多駅前2丁目1番1号 福岡朝日ビル5階

TEL: 011-726-9680 FAX: 011-717-7305

TEL: 022-222-3324 FAX: 022-265-0202

TEL: 029-856-3220 FAX: 029-856-1639

TEL: 052-581-1406 FAX: 052-581-2887

TEL: 06-6304-3941 FAX: 06-6304-7377

TEL: 06-6305-0121 FAX: 06-6305-0105

TEL: 082-221-2500 FAX: 082-221-3611

TEL: 087-821-0053 FAX: 087-822-0709

TEL: 092-411-2381 FAX: 092-473-1649