

熱分解GC/MSを用いるマイクロプラスチック分析用 低濃度MP校正標準試料セット

熱分解 (Py-)GC/MSを用いて環境中のマイクロプラスチック (MPs) を分析するための検量線作成を目的としたMP校正標準試料です。ポリマーには、世界で生産量の多い12種類を選択し、数 μg 程度の微量ポリマーをセミマイクロ天秤でも容易に秤量できるように希釈剤で数千倍希釈して均一混合しました。

本製品は、MP校正標準試料セット（製品番号：PY1-4940）と比較して、ポリマー濃度を約1/10としました。微量MP試料の定量分析に適しています。

MP校正標準試料を構成する12種類のポリマー

希釈剤：炭酸カルシウム (CaCO_3) あるいは二酸化ケイ素 (SiO_2)

$\text{-(CH}_2\text{CH}_2\text{)}_n$ ポリエチレン (PE)	$\text{-(O-}\langle\text{C}_6\text{H}_4\text{C(CH}_3\text{)}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OC(=O)-)}_n$ ポリカーボネート (PC)	$\text{-(CH}_2\text{CH(CN)-CH}_2\text{CH=CHCH}_2\text{)-}_m\text{-(CH}_2\text{CH(C}_6\text{H}_5\text{)-)}_n$ アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン樹脂 (ABS)
$\text{-(CH}_2\text{CH(CH}_3\text{)-)}_n$ ポリプロピレン (PP)	$\text{-(CH}_2\text{C(CH}_3\text{)(COOCH}_3\text{)-)}_n$ ポリメタクリル酸メチル (PMMA)	$\text{-(CH}_2\text{CH=CHCH}_2\text{)-}_m\text{-(CH}_2\text{CH(C}_6\text{H}_5\text{)-)}_n$ スチレンブタジエンゴム (SBR)
$\text{-(CH}_2\text{CH(C}_6\text{H}_5\text{)-)}_n$ ポリスチレン (PS)	$\text{-(C(=O)-C}_6\text{H}_4\text{-C(=O)-O-(CH}_2\text{)}_2\text{-O)-}_n$ ポリエチレンテレフタレート (PET)*	$\text{-(O-C(=O)-NH-C}_6\text{H}_4\text{-CH}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-NH-C(=O)-O-R)-}_n$ ポリウレタン (PU)**
$\text{-(CH}_2\text{CH(Cl)-)}_n$ ポリ塩化ビニル (PVC)	$\text{-(C(=O)-(CH}_2\text{)}_5\text{-NH)-}_n$ ナイロン6 (N6)	$\text{-(C(=O)-(CH}_2\text{)}_4\text{-C(=O)-NH-(CH}_2\text{)}_6\text{-NH)-}_n$ ナイロン66 (N66)

* PETは SiO_2 希釈剤の使用を推奨

** PUは CaCO_3 希釈剤使用時のみ分析可

2種類のMP校正標準試料の選択法

MPsの環境分野における分析法としてPy-GC/MS法を用いたほとんどの報告において、採取試料を前処理した後、試料カップに入れてそのまま熱分解する方法が採用されています。弊社では、この方法に希釈剤として微粒子 (SiO_2) を加える方法Aを開発し、PU分析の問題点を明確にしました（参考文献1）。

さらに弊社では、方法Aの問題点の解決手法として熱分解温度600 $^{\circ}\text{C}$ において触媒作用が極めて弱い CaCO_3 を希釈剤として利用した方法Bを開発しました（参考文献2）。

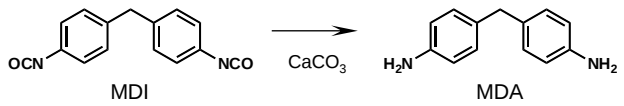
弊社のMP校正標準試料は、上記の方法Aと方法Bのどちらでも選択できるように2種類の製品（A: MPs- SiO_2 と B: MPs- CaCO_3 ）を用意しました。

- 参考文献
- 1) M. Matsueda et al., *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 154 (2021) 104993.
 - 2) T. Ishimura et al., *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 157 (2021) 105188.
 - 3) K. Matsui et al., *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 149 (2020) 104834.

ポリマーの 600 °C 熱分解時における希釈剤CaCO₃の触媒作用

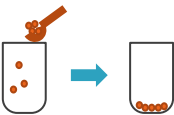
● PU

PUの熱分解では、ジイソシアネート (MDI) が生成しますが、反応性が非常に高いためにGC分析では定量性に問題があります。そこで弱い触媒活性のCaCO₃を用いて、より安定なジアミン (MDA) に変換して分析します。

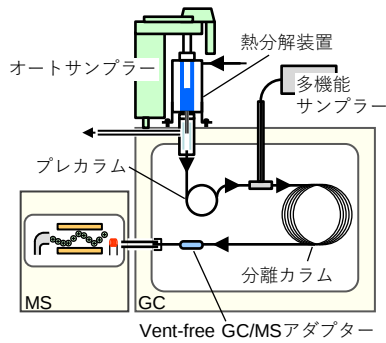


使用例

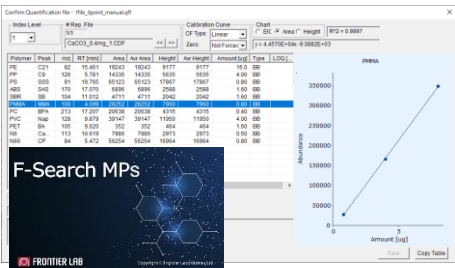
① MP校正標準試料を試料カップに4 mg秤量



② Py-GC/MS分析

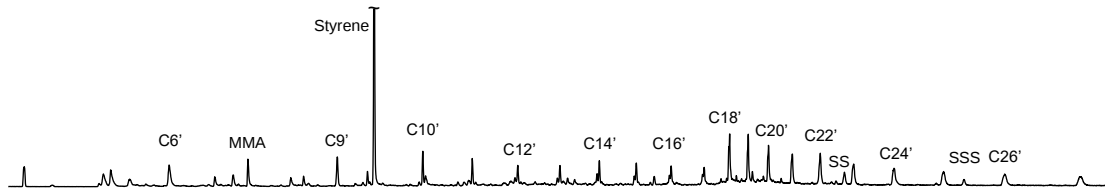


③ 専用のソフトウェア F-Search MPs (参考文献3) を用いて検量線作成、次に実試料分析

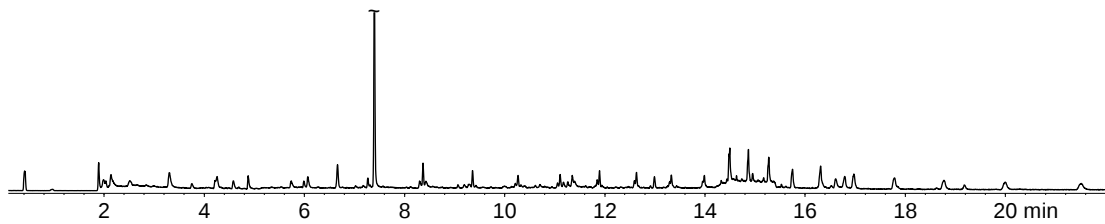


MP校正標準試料のパイログラム例
(EGA/PY-3030D、熱分解温度600 °C)

MPs-SiO₂-L



MPs-CaCO₃-L



内容品

低濃度MP校正標準試料セット（製品番号：PY1-4950）				
製品名称	重量 (g)	入数	詳細	
MPs-SiO ₂ -L	1	1	SiO ₂ 微粒子で希釈均一混合した低濃度MP校正標準試料、TMAH*を用いる反応熱分解法に適用可能	
MPs-CaCO ₃ -L	1	1	CaCO ₃ で希釈均一混合した低濃度MP校正標準試料	
希釈剤SiO ₂	3	1	SiO ₂	
希釈剤CaCO ₃	3	1	CaCO ₃	
MPs-石英ウール	0.2	1	試料カップ中の試料の上に軽く詰めて飛散を防止	
マイクロスパチュラ03	---	1	微量粉末試料のサンプリング用	

* Tetramethyammonium hydroxide



最新の情報は弊社ウェブサイトをご覧ください
www.frontier-lab.com/jp TEL: 024-935-5100

高性能の熱分解装置と金属キャピラリーカラムの開発・製品化に専念して、洗練された製品をお届けしています。