

F-Splitless注入法を用いた熱分解-GC/MSによるポリスチレンの高感度検出

Part 1: 注入法が異なるポリスチレンのパイログラムの比較

【背景】 熱分解(Py-)GC/MSでは通常スプリット注入が用いられる。微量の分析対象化合物に対してはスプリットレス注入の適用が考えられるが、加熱炉内に熱分解生成物が長時間滞留することで分解促進などの二次反応が発生する可能性がある。そこで、キャリアガスの強制排気および熱分解生成物の冷却捕集による新しいスプリットレス注入法(F-Splitless注入法)を用いたPy-GC/MS法を開発した。本法によりポリスチレン(PS)を測定したパイログラムを示す。

【方法】 PS 1 mgをジクロロメタン10 mLに溶解し、分離カラムに導入されるPS量が10 ngになるようにスプリット比に応じて希釈溶液を使用した。溶媒キャスト法によりサンプリングを行った。Fig. 1に示す装置を用いて、Fig. 2の注釈に示す総流量にて、加熱炉温度550 °CでPy-GC/MS測定した。

【結果】 Fig. 2にPSを各注入法で測定して得られたパイログラムを示す。スチレン単量体(S)、二量体(SS)、三量体(SSS)のピークが確認されたが、ピーク面積比SSS/Sはそれぞれ異なっていた。スプリットレス注入法では、少ないGC総流量によりSSSの分解が促進されてピーク面積が小さくなり、スプリット注入法とは異なる熱分解挙動であった。また、F-Splitless注入法ではSSSの分解が抑制され、スプリット注入法と類似の熱分解挙動を示した。次報(PYA1-155)では、PSの熱分解における指標として、SSS/Sの比較について述べる。

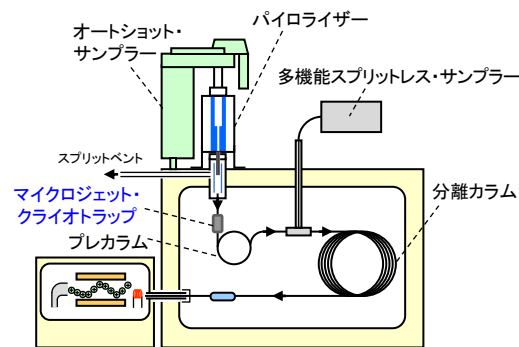
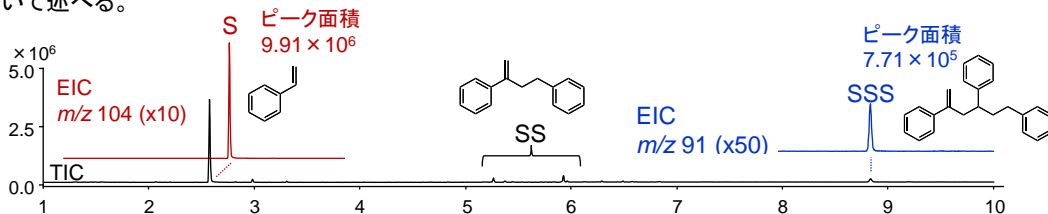
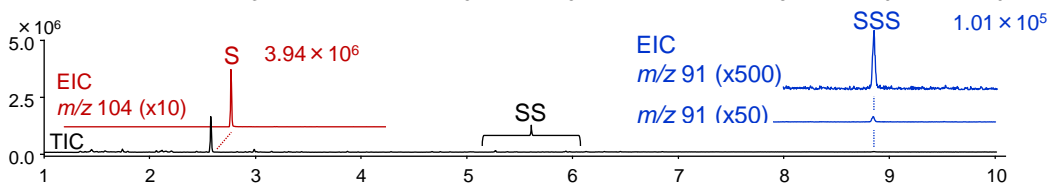


Fig. 1 F-Splitless注入法によるPy-GC/MSの装置構成。

(a) スプリット注入法
総流量: 29 mL/min, スプリット比: 1/13



(b) スプリットレス注入法
総流量: 5 mL/min



(c) F-Splitless注入法
総流量: 32 mL/min

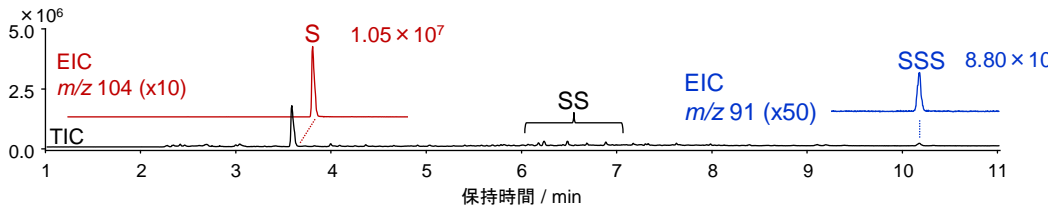


Fig. 2 各注入法で得られたPSのパイログラム。

加熱炉温度: 550 °C, 加熱炉-インターフェース温度: 300 °C, GC注入口温度: 300 °C, 注入口圧力: 150 kPa(定圧), 初期カラム流量: 2 mL/min, プレカラム: UA*50 (50 %ジフェニル 50 %ジメチルポリシロキサン; L=2 m, i.d.=0.25 mm, df=1 μm), メインカラム: UA*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=0.5 μm), GCオープン: 40 (5 min 保持) - 20 °C/min - 280 °C (13 min 保持), GC/MSインターフェース温度: 300 °C, MSスキャン範囲: m/z 29 - 350, MSスキャン速度: 4.4 scan/s, キャリヤーガス流量と試料量: (a) 総流量: 29 mL/min, スプリット比: 1/13, PS 130 ng, (b) 総流量: 5 mL/min, PS 10 ng, (c) 総流量: 32 mL/min, PS 10 ng.

参考文献: K. Tei et al., J. Anal. Appl. Pyrolysis 168 (2022) 105707.

Keywords : F-Splitless注入法, 二次反応, スプリットレス分析, 高感度分析, マイクロプラスチック

使用製品 : マルチショット・パイロライザー, 多機能スプリットレス・サンプラー, オートショット・サンプラー, エコカップLF, 充てん剤入りGCガラスインサート, UAMPカラムキット, ペントフリーGC/MSアダプター, F-Search MPs 2.1

応用分野 : 環境分析, 微量分析, 高分子分析全般

関連テクニカルノート : PYA1-155 (Part 2), PYA1-156 (Part 3), PYA1-157 (Part 4), PYT-037, PYT-038

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