

多機能スプリットレス・サンプラーを用いた F-スプリットレスPy-GC/MSによるポリスチレンの高感度検出 Part 2: 各注入法におけるスチレン三量体-単量体ピーク面積比(SSS/S)と再現性

【背景】 前報(PYA1-154)では、従来法とF-スプリットレス法で得られたパイログラムの比較を示した。本報では、PSの熱分解における二次反応の程度を検討する指標として、注入法の違いによる、スチレン三量体(SSS)と単量体(S)のピーク面積比(SSS/S)の比較を示す。

【方法】 前報に示す各注入法でPSのPy-GC/MSを行い、パイログラム上の抽出イオンクロマトグラム(EIC SSS: m/z 91, S: m/z 104)からピーク面積を算出した。

【結果】 Fig. 1にF-スプリットレス法、従来スプリットレス法、およびスプリット法における各GC総流量に対するSSS/Sを示す。スプリット法では、総流量が8から29 mL/minに増加するにつれてSSS/Sが大幅に増加し、203 mL/minまでSSS/Sは緩やかに増加した。この結果は、スプリット法において総流量が多いほど、二次反応によるSSSからSへの変換が抑制されることを示唆している。従来スプリットレス法では、総流量が少ないためSSSの分解が促進されている。対照的に、F-スプリットレス法で得られるSSS/Sは、同一の総流量でスプリット法によって得られた値と同等であり、二次反応(分解促進)が抑制されていると考えられる。Fig. 2に各注入法におけるピーク面積値の再現性を示す。従来スプリットレス法で測定されたSSSの再現性に対し、13 mL/minを超える流速でのスプリット法(スプリット比 1/5)とF-スプリットレス法で得られたSおよびSSSのピーク面積は良好な再現性であった。以上より、F-スプリットレス法は、二次反応を抑えた条件下で再現性よくPSを定量することが可能な分析法である。

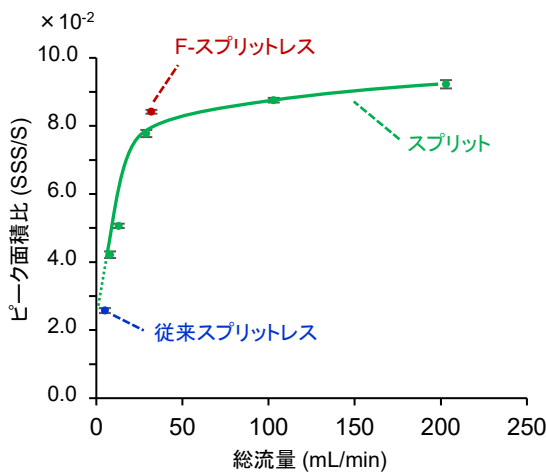


Fig. 1 スプリット法、従来スプリットレス法、F-スプリットレス法で得た総流量*に対するピーク面積比(SSS/S)
* : 総流量にはセプタムパージ3 mL/minを含む

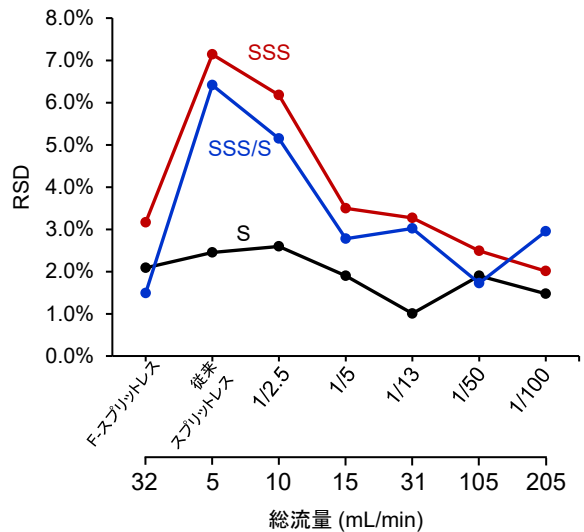


Fig. 2 スプリット法(スプリット比1/2.5 - 1/100)、従来スプリットレス法、F-スプリットレス法で測定した時の、総流量に対するSおよびSSSのピーク面積のRSD ($n=5$)

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

Keywords : F-スプリットレス, 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, MFS

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, ベントフリー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 : [PYA1-154 \(Part 1\)](#), [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