

## 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 4: ポリスチレンの熱分解生成物の検出限界・定量限界とS/N

**【背景】** 前報(PYA1-156)では、F-スプリットレス法で作成した検量線の直線性が良好であることを確認した。本報では、PSの熱分解生成物の中から、スチレン単量体 (S;  $m/z$  104) と三量体 (SSS;  $m/z$  91) のピーク面積の抽出イオンクロマトグラム (EIC) を用いて、検量線の直線の傾き(a)と最低濃度の標準偏差( $\sigma$ )から求めた検出限界 ( $LOD=3\sigma/a$ )、定量限界 ( $LOQ=10\sigma/a$ ) およびS/Nを検討した。

**【方法】** 前報(PYA1-154)に示す方法により、PSをスプリット法またはF-スプリット法で測定した。また、ブランクランでは空のエコカップを加熱炉に導入して測定した。

**【結果】** Fig. 1にスキャンモードで得られたS領域のパイログラムを示す。ブランクランからも微量のSが検出された。さらに、ヘキサメチルシクロトリシロキサン (D3) とオクタメチルシクロテトラシロキサン (D4) のピークも観測された。F-スプリットレス法では、熱分解生成物の冷却捕集中に熱分解生成物の流出を防止するためセプタムパージを閉じていることから、D3とD4はいずれもセプタム材料由来と考えられる。検量線の傾きと標準偏差から求めたLODとLOQをTable 1に示す。F-スプリットレス法(スキャンモード)では、スプリット法と比較してSSSで約32倍のLOQを達成した。F-スプリットレス法(SIMモード)の場合、Sのピーク面積から算出したPSのLODとLOQはそれぞれ17 pg と56 pgであり、スキャンモードで得られた値と同等であった。Fig. 2に、SピークとSSSピークのS/Nを示す。F-スプリットレス法ではSIMモード・試料量100 pgで、SとSSSのS/Nは570と22であり、スキャンモードでのS/Nより7倍大きい値であった。LOQの基準をS/N=10とすると、F-スプリットレス法(SIMモード)によって、Sピークを使用して1.8 pgのPSを定量可能であることが示唆された。一方、ABSやSBRなどのスチレン含有ポリマーの熱分解でもSが生成する。PSと他のスチレン含有ポリマーを区別するため、SSSが指標化合物となり得る。Fig. 2では、100 pgのPSの熱分解により生成するSSSピークのS/Nは22であり、PSのLOQは45 pgに相当する。以上、F-スプリットレス法を用いることにより熱分解生成物を高感度に検出できることが示された。

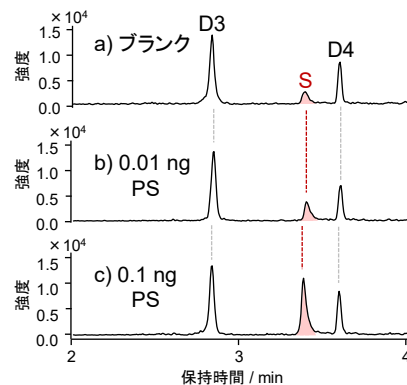


Fig. 1 F-スプリットレス法(スキャンモード)で得られたパイログラムのEIC ( $m/z$  104)

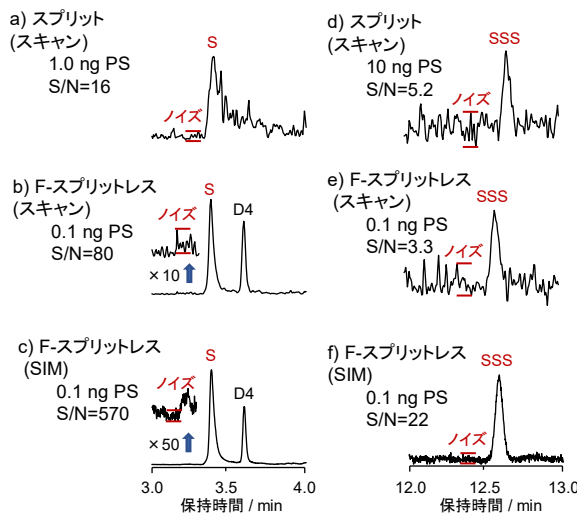


Fig. 2 スプリット、F-スプリットレスで得られたパイログラムのEIC (S;  $m/z$  104, SSS;  $m/z$  91)

Table 1 スプリット法とF-スプリットレス法から算出したPSのLOD ( $LOD=3\sigma/a$ )とLOQ ( $LOQ=10\sigma/a$ )

\* スキャンモードでの S と SSS のピーク面積は、それぞれ  $m/z$  104 と  $m/z$  91 の EIC から算出した。データは5回繰り返し測定した平均値である。

| 分析法                |            | LOD (ng)              |                       | LOQ (ng)              |                       |
|--------------------|------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
|                    |            | S                     | SSS                   | S                     | SSS                   |
| スプリット(スプリット比 1/50) | スキャン (EIC) | $1.75 \times 10^{-1}$ | 2.10                  | $5.82 \times 10^{-1}$ | 6.99                  |
| F-スプリットレス          | スキャン (EIC) | $1.76 \times 10^{-2}$ | $6.54 \times 10^{-2}$ | $5.88 \times 10^{-2}$ | $2.18 \times 10^{-1}$ |
|                    | SIM        | $1.67 \times 10^{-2}$ | $3.36 \times 10^{-2}$ | $5.55 \times 10^{-2}$ | $1.12 \times 10^{-1}$ |

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

**Keywords :** F-スプリットレス, スプリットレス分析, 高感度分析, マイクロプラスチック, 検出限界, 定量限界, 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), PYA1-155 (Part 2), PYA1-156 (Part 3), 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