

F-Splitless注入法を用いた熱分解(Py)-GC/MSによるアクリル共重合体の微量分析 Part 1: 各注入法で得られた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法が用いられ、最小試料量は1 µg程度である。近年、微量分析への需要から、より少ない試料量への対応が求められている。これに対して我々は、多機能スプリットレス・サンプラー(MFS)を用いたスプリットレス注入による熱分解分析の高感度化を可能とした、F-Splitless注入法を開発した¹⁾。本報では、アクリル共重合体を対象としたF-Splitless注入法を用いたPy-GC/MSによる微量分析の基礎検討として、各注入法で得られるパイログラムを比較した²⁾。

【方法】 7種のモノマー (Table 1) から構成されるアクリル共重合体をジクロロメタンに溶解させ、所定量を試料カップ内に採取後、溶媒を揮発させた。Fig. 1に示す装置を用いて、熱分解温度600 °CでPy-GC/MS測定を行った。

【結果】 各注入法ごとに得られたパイログラムをFig. 2に示す。スプリット注入法では、7種全てのモノマーのピークを検出した。スプリットレス注入法では低キャリアーガス流量による二次反応の影響からスプリット注入法とは異なる形状のパイログラムが得られ、F-Splitless注入法ではスプリット注入法と形状の近いパイログラムが得られた。これは、F-Splitless注入法では熱分解時にMFSを作動させることで総流量を約30 mL/minまで増加させ、二次反応が抑制されているためと考えられる。次報 (PYA1-161) では、F-Splitless注入法による高感度化について報告する。

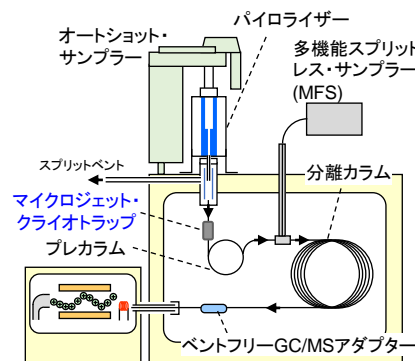


Fig. 1 本検討における装置構成

Table 1 アクリル共重合体を構成するモノマーとEICピーク面積算出に使用した質量数

名称	略称	m/z
メタクリル酸メチル	MMA	100
スチレン	S	104
アクリル酸ブチル	BA	85
アクリル酸2-ヒドロキシエチル	HEA	86
メタクリル酸ブチル	BMA	87
メタクリル酸2-ヒドロキシエチル	HEMA	87
アクリル酸2-エチルヘキシル	2-EHA	70

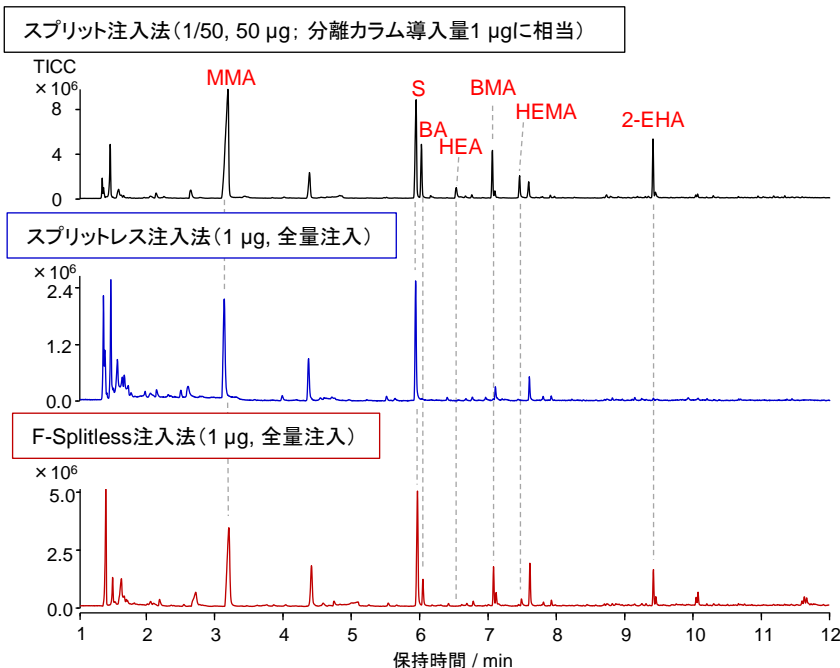


Fig. 2 各注入法ごとのアクリル共重合体のパイログラム

加熱炉温度: 600 °C, 注入口圧力: 150 kPa, プレカラム: UA+5 (5%ジフェニル95%ジメチルポリシロキサン, L=2 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm), 分離カラム: 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=0.25 µm), GCオープン: 40 °C (3 min保持) - 320 °C (20 °C/min, 3 min 保持), MSスキャン範囲: m/z 29 - 550, MSスキャン速度: 約3 scan/s, 試料量・注入法: Fig. 2中に記載

1) K. Tei et al., *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, 2022, 168, 105707. 2) 塩野ら, 第28回 高分子分析討論会(2023), III-07

Keywords: アクリル樹脂, 微量分析, F-Splitless注入法, F-スプリットレス, 高感度分析, 瞬間熱分解(Py)-GC/MS

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, マイクロジェット・クライオトラップ, オートショット・サンプラー, UA+5, エコカップLF, F-Search, ベントフリーGC/MSアダプター

応用分野: 高分子分析全般, 品質管理, 材料分析, 異物分析

関連テクニカルノート: PYA1-161 (Part 2), PYA1-162 (Part 3), PYT-037, PYA1-154

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