

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 2: F-Splitless注入法による高感度化

【背景】 前報 (PYA1-160) では、スプリット注入法 (以下、スプリット法)、スプリットレス注入法 (以下、スプリットレス法)、F-Splitless注入法それぞれのPy-GC/MSで得られたアクリル共重合体のパイログラムを比較した。本報では、スプリット法で得られたパイログラムにおけるEICピーク面積を基準として、スプリットレス、F-Splitless注入法で得られたEICピーク面積の倍率を算出し、高感度検出が可能か検討した。

【方法】 前報と同一のアクリル共重合体 (構成モノマーとEICピーク面積算出に使用した質量数は前報参照) をジクロロメタンに溶解させ、試料カップ内に採取後、溶媒を揮発させた。前報の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】 各注入法で得られた試料量1 µgのパイログラムをFig. 1、試料量0.1 µgのパイログラムをFig. 2に示す。それぞれのパイログラムで検出されたモノマーの種類やピーク強度が異なった。各モノマーのEICピーク面積を算出し、スプリット法で得られたパイログラムにおけるEICピーク面積を基準としたピーク面積の倍率を算出した。1 µgの場合、スプリットレス法では1 – 20倍にとどまったのに対して、F-Splitless注入法では25 – 45倍まで向上した。0.1 µgの場合、スプリットレス法では10倍前後にとどまったが、F-Splitless注入法では20 – 40倍まで向上した。なお、HEAはいずれの注入法でも不検出であった。以上より、試料量1 µgおよび0.1 µgのアクリル共重合体についてF-Splitless注入法により各モノマー成分を高感度に検出することが可能であった。次報 (PYA1-162) では、0.1 - 1 µgの範囲の検量線と再現性を報告する。

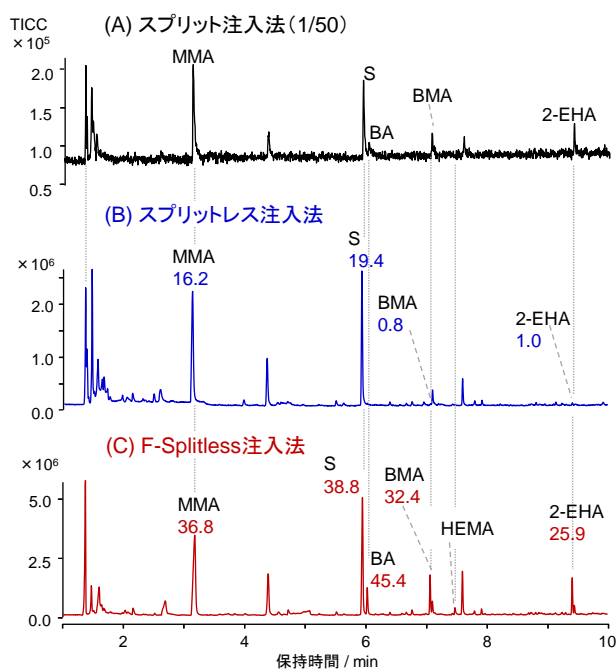


Fig. 1 各注入法ごとのアクリル共重合体 (1 µg) のパイログラムと各モノマーのEICピーク面積の倍率

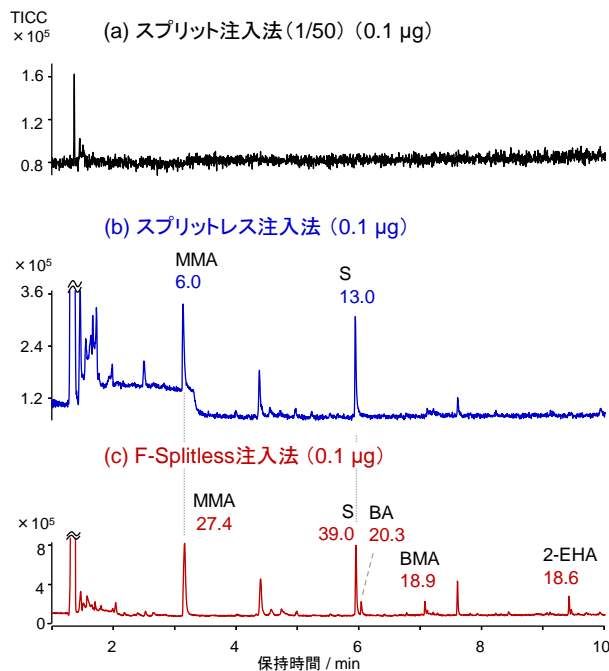


Fig. 2 各注入法ごとのアクリル共重合体 (0.1 µg) のパイログラムと各モノマーのEICピーク面積の倍率

* (a) のパイログラムからはピーク面積を求められなかったため、試料量50 µg、スプリット比1/50のパイログラム (前報Fig.2に掲載) を基準として算出した。

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スキャン速度: 約3 scan/s, 試料量: Fig中に記載。

参考: 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, ペントフリー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: PYA1-160 (Part 1), 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