

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 3: 各注入法で得られたモノマーの検量線と再現性

【背景】 前報 (PYA1-161) では、アクリル共重合体の試料量を0.1および1 μg として各注入法を用いたPy-GC/MS測定を行い、F-Splitless注入法は高感度検出が可能な注入法であることを確認した。本報では試料量0.1, 0.5, 1 μg の3点で各注入法による測定を行って作成したモノマーの検量線と、3回繰り返し測定を行った時の再現性を検討した。

【方法】 前報 (PYA1-160) と同一のアクリル共重合体をジクロロメタンに溶解させ、試料カップ内に採取して溶媒を揮発させた。前報のFig. 1に示す装置とFig. 2下部に記載した分析条件により、熱分解温度600 $^{\circ}\text{C}$ で測定した。

【結果】 モノマーごとに、横軸を試料量、縦軸をEICピーク面積としてプロットした検量線をFig. 1に示す (HEA, HEMAは除く)。いずれの注入法でも良好な直線性を確認した。さらに、F-スプリットレスで得られた検量線の傾きが他の注入法での傾きよりも大きくなっていった。また、試料量0.5 μg の場合におけるRSD値の範囲をTable 1に示す。F-Splitless 注入法でのRSD値が最も小さく再現性の良い注入法であった。なお、HEAは試料量1 μg 以下では検出されず、HEMAは0.1 μg で検出されなかったため、これらの検出方法は今後の課題である。以上より、0.1 – 1.0 μg の範囲でF-スプリットレスによるアクリルモノマーの検出感度の向上と定量性を確認し、1 μg 以下の微量分析が可能であることが示唆された。

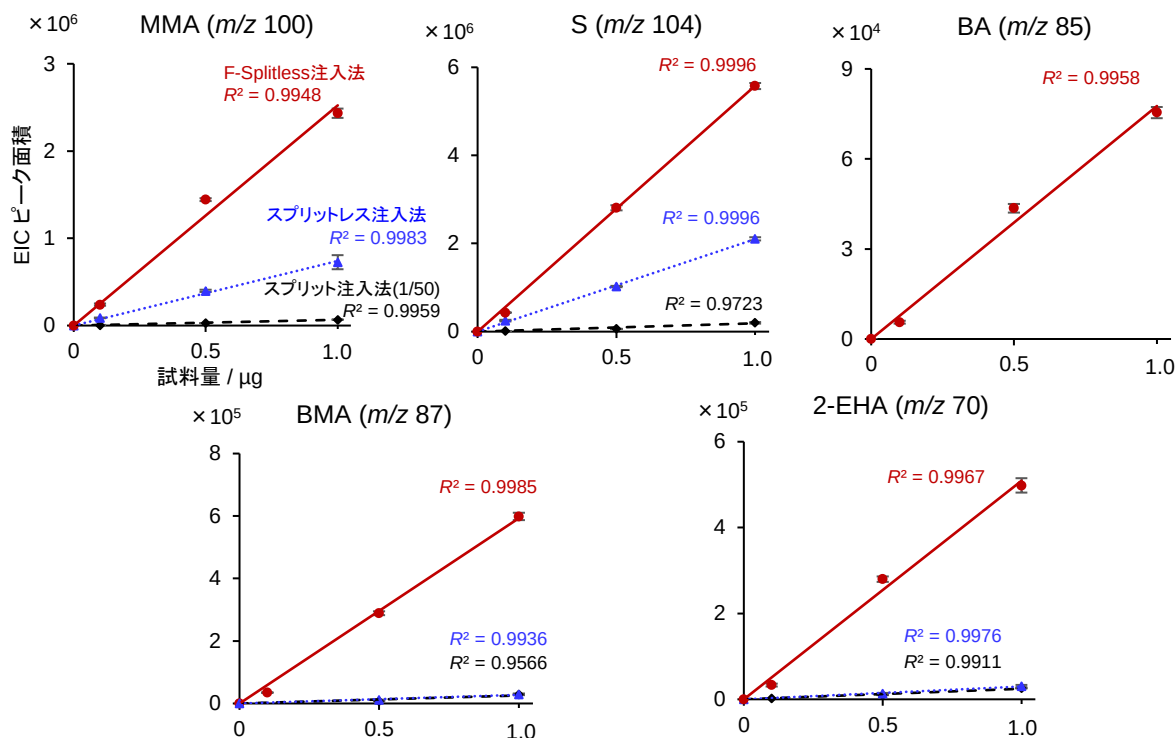


Fig. 1 各注入法で測定して得られた試料量0.1 - 1 μg の範囲の検量線

Table 1 試料量0.5 μg の場合におけるRSD値の範囲 ($n=3$)

RSD / %	スプリット注入法 (1/50)	スプリットレス 注入法	F-Splitless 注入法
	3.8 - 9.4	1.1 - 8.6	1.2 - 4.4

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, 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 : PYA1-160 (Part 1), PYA1-161 (Part 2), 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