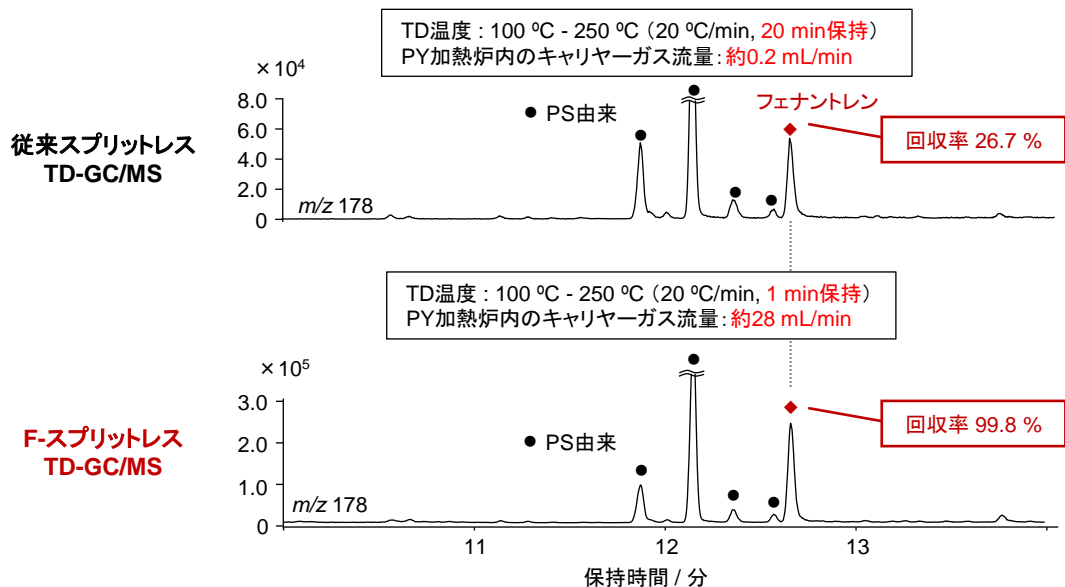


## スプリットレス注入による微量成分の自動連続測定が可能な F-スプリットレス熱脱着-GC/MS法の開発 - Part1: 熱脱着成分の回収率 -

**【背景】** ポリマー中の微量揮発性添加剤等の分析にあたっては、パイロライザー(PY)を用いた熱脱着(TD)-GC/MSとスプリットレス注入の組み合わせが考えられる。しかし、オートショット・サンプラー(AS)を用いた自動連続測定を行う場合、構造上の理由により、キャリアガス総流量のほとんどがASの流路/パーズラインから系外へ排出されるため、PY加熱炉内のキャリアガス流量が約0.2 mL/minと著しく低下する。そのため、TD時間を20分以上に設定してもTD成分のGCへの導入量が少ないために回収率が低く、実用性に欠ける問題があった。しかし、短いTD時間でも回収率の向上ができれば、自動連続測定であってもスプリットレス注入による揮発性成分の微量分析が実用的に行えると考えられる。本報では、多機能スプリットレス・サンプラー(MFS)を用いることで、ASによる自動連続測定の場合でも加熱炉内のキャリアガス流量が低下することなく、TD時間を数分程度以内に設定できるF-スプリットレスTD-GC/MS法を開発し、TD成分の回収率を評価した。

**【方法】** 測定にはASおよびMFSを取付けたPy-GC/MSシステムを用いた(PYT-037参照)。試料として、フェナントレン1 ngおよびポリスチレン(PS)1 mgを含むジクロロメタン(DCM)溶液1  $\mu$ Lを試料カップに採取し、溶媒を揮散させた後に従来のスプリットレスおよびF-スプリットレス注入にてTD-GC/MS分析した。MSはSIMモードに設定し、フェナントレンに特徴的な $m/z$  178のイオンを用いてSIM測定した。

**【結果】** Fig.1に、ASを用いた自動連続測定において、各注入法で得られた試料のクロマトグラムとフェナントレンの回収率を示す。回収率はフェナントレン1 ng (1  $\mu$ L DCM)のマイクロシリンジ注入によるスプリットレスGC測定で得られたフェナントレンのピーク面積値を100 %として求めた。従来のスプリットレス法では1検体あたりのTD時間を20分と長時間に設定しても回収率は26.7 %と低い値であったが、F-スプリットレス法ではPY加熱炉内のキャリアガス流量が約28 mL/minとなることでTD時間が1分と短時間でも回収率は99.8 %であった。以上より、MFSを利用したF-スプリットレス自動連続TD-GC/MS測定により、実用的な時間で回収率良く微量添加成分の分析が可能であることが分かった。



GCオープン温度: 40 °C - 320 °C (20 °C/分, 5 分保持), 分離カラム: UA5-30M-0.25F (5 % ジフェニル ポリメチルシロキサン, L=30 m, id.=0.25 mm, df.=0.25  $\mu$ m), SIMモード ( $m/z$  178)

Fig.1 自動連続測定における従来スプリットレスおよびF-スプリットレスTD-GC/MSで得られた1 mg PSと1 ng フェナントレンのクロマトグラムおよびフェナントレンの回収率

参考: 鄭ら, 第27回高分子分析討論会(2022), III-07

**Keywords:** 熱脱着, スプリットレス, F-スプリットレス, 微量分析

**使用製品:** 多機能パイロライザー, 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, マイクロジェット・クライオトラップ, UA<sup>+</sup>-5

**応用分野:** 品質管理, 添加剤分析, ポリマー分析

**関連テクニカルノート:** PYA1-175 (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