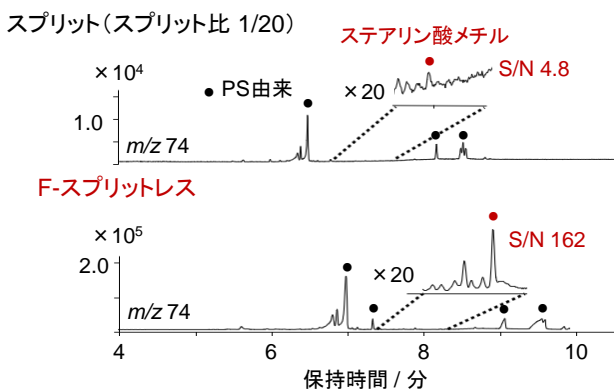


スプリットレス注入による微量成分の自動連続測定が可能な F-スプリットレス熱脱着-GC/MS法の開発 - Part 2: ポリマー中の微量添加剤の定量分析 -

【背景】 前報ではオートショット・サンプラー(AS)を用いた自動連続熱脱着(TD)-GC/MS分析において、多機能スプリットレス・サンプラー(MFS)を用いたF-スプリットレス注入によりTD時間が1分間と短くとも、高い添加剤回収率が得られることを報告した。本報ではポリマー中の微量添加剤分析におけるF-スプリットレス自動連続TD-GC/MS測定法の有用性を検討するため、検出下限や定量下限、検量線の直線性などを検討した。

【方法】 測定には前報と同様に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、ステアリン酸メチル10 - 10,000 pg (10 - 10,000 ppb)およびポリスチレン(PS) 1 mgを含むジクロロメタン溶液1 μLを試料カップに採取して溶媒を揮散させた後にスプリットおよび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、ステアリン酸メチルに特徴的なm/z 74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、10 pgのステアリン酸メチルのピークのS/Nを示す。F-スプリットレス法では、スプリット法と比較してステアリン酸メチルのピークのS/Nが4.8から162へと約30倍以上向上した。Table 1にS/Nから算出した検出下限(LOD, 3σ)と定量下限(LOQ, 10σ)を示す。F-スプリットレス法では、LODおよびLOQはそれぞれ0.19 pg、0.62 pgだった。また、ステアリン酸メチル10 - 10,000 pgにおける検量線を作成したところ(Fig. 2)、ステアリン酸メチル10-10,000 pgの範囲における検量線の決定係数は $R^2=0.9997$ と良好な直線性を示した。また、3回繰り返し測定の実験的再現性(Table 2)について、絶対量10 pgにおけるRSD値は4.7 %であり、100, 1,000, 10,000 pgにおけるRSD値はいずれも3 %以下と良好な再現性を得た。以上より、F-スプリットレス注入法とASとを用いた自動連続TD-GC/MS測定法はポリマー中の微量添加剤の分析に有効であることが分かった。



加熱炉温度: 100 °C - 250 °C (20 °C/分, 1分保持), 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 μm), L=30 m, id.=0.25 mm, df.=0.25 μm, SIMモード(m/z 74)

Fig.1 スプリットおよびF-スプリットレスTD-GC/MSで得られたPS 1mgとステアリン酸メチル10 pgのクロマトグラム

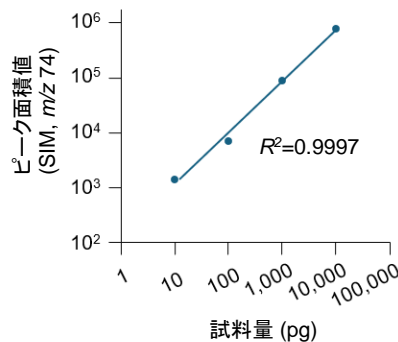


Fig.2 ステアリン酸メチル10-10,000 pgの検量線

Table 1 スプリットおよびF-スプリットレスTD-GC/MSにおけるステアリン酸メチルのLODとLOQ

	LOD (3 σ) (pg)	LOQ (10 σ) (pg)
スプリットTD	6.3	20.8
F-スプリットレスTD	0.19	0.62

(SIM, m/z 74)

Table 2 ステアリン酸メチル10-10,000 pgにおけるピーク面積値の再現性

絶対量 (pg)	濃度 (ppb)	ピーク面積値の再現性 RSD % (n=3)
10	10	4.7
100	100	2.8
1,000	1,000	2.0
10,000	10,000	0.7

(SIM, m/z 74)

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⁺-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: PYA1-174 (Part 1), 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