

大気中マイクロプラスチックの熱分解GC/MSによる定量分析

Part 2: ダブルショット法による揮発性成分とポリマー成分の定性分析

[背景] 前報(PYA3-050)では、大気中の粒子状物質(PM)試料に含まれる微小マイクロプラスチック(AMP)について発生ガス分析-MSによる予備検討を行い、分離分析における加熱炉温度を決定した。本報では、AMPの揮発性及び半揮発性成分について1段目に熱脱着(TD)-GC/MS、ポリマー成分について2段目に熱分解(Py)-GC/MSを行うダブルショット法を適用し、分離分析を行った。

[方法] 測定にはマルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC/MS装置のGC注入口に直結して使用し、分離カラムにはUA5-30M-0.25Fを用い、Vent-free GC/MSアダプターを介してMS検出器に接続した。PMを捕集したフィルターを直径4 mmの円形に打ち抜き、その3枚を試料カップに入れて以下の通りダブルショット分析を行った。(1) 100 °Cに設定した加熱炉に試料カップを自由落下させ、300 °Cまで昇温加熱した。次いで試料カップを待機位置に戻した後、GC/MS分析を行った。(2) 加熱炉を600 °Cに設定し、試料カップを自由落下させて2段目のGC/MS分析を行った。

[結果] ダブルショット分析結果の一例として、PM-A試料(PYA3-050参照)の>PM₁₀画分に対して得られたTDクロマトグラムとパイログラムをFig. 1に示す。TDクロマトグラムでは脂肪族カルボン酸やフタル酸エステル類が検出された。フタル酸エステル類はプラスチック材料から発生したAMPに含まれる可塑剤由来と推測され、検出されたフタル酸エステルの種類は>PM₁₀、PM_{2.5-10}、PM_{2.5}で異なっていた。パイログラムでは、 α -オレフィンおよびアルカンのピーク群によりポリエチレン(PE)の、メタクリル酸メチル(MMA)によりポリMMA(PMMA)の存在が示された。次にスチレンとスチレン二量体・三量体のピークによりポリスチレン(PS)の存在が示唆された。また、スチレンブタジエン(SB)ハイブリッド二量体とSBBハイブリッド三量体の同時検出により、共重合体スチレンブタジエンゴム(SBR)の存在が示唆された。さらに、イソプレン二量体であるジペンテンと2,4-ジメチル-4-ビニルシクロヘキセンの同時検出から天然ゴム(NR)が、2,4-ジメチル-1-ヘプテンの検出からポリプロピレン(PP)が含まれていることが示唆された。以上より、ダブルショット法の適用により揮発性成分を除いたパイログラムが得られ、AMPのポリマー成分として、PE, PP, PS, SBR, PMMA, NRが特定された。次報(PYA1-185)では、このうちPP, PS, SBRについて、それぞれの特徴的な熱分解生成物の指標イオンを用いて定量した結果を報告する。

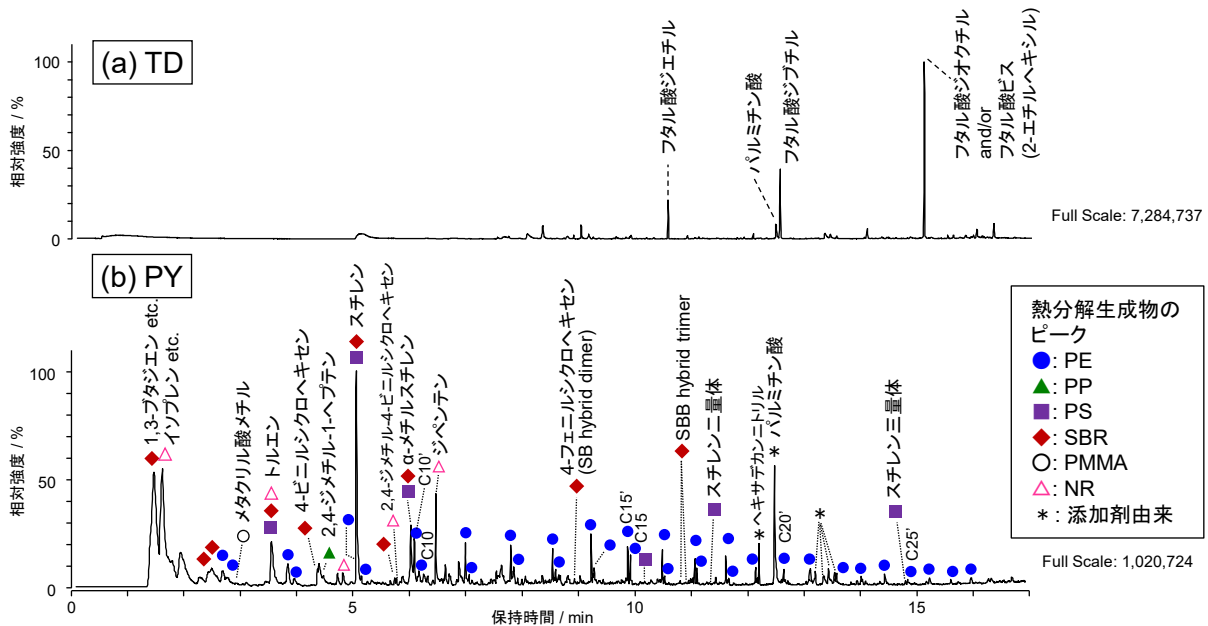


Fig. 1 ダブルショット分析で得られた PM-A試料の>PM₁₀画分の (a) TDクロマトグラムと(b) パイログラム

加熱炉温度(TD): 100-30 °C/min-300 °C(3 min), 加熱炉温度(Py): 600 °C, 加熱炉-インターフェース温度: 300 °C, GC注入口温度: 300 °C, カラム流量: 1.5 mL/min, スプリット比: 1/10, 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 μ m), GCオープン: 40 (2 min 保持)-20 °C/min-320 °C (5 min 保持), GC/MSインターフェース温度: 250 °C, MSスキャン範囲: m/z 29-500, MSスキャン速度: ca. 3.3 scans/s

1) H. Mizuguchi et al., *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 171 (2023) 105946.

Keywords: 環境試料, 環境汚染物質, 空気中マイクロプラスチック, MPs, 浮遊粒子, 粒子状物質, エアサンプラー

使用製品: マルチショット・パイロライザー, オートショット・サンプラー, エコカップLF, UA⁻-5, 充てん剤入りGCガラスインサート, ベントフリーGC/MSアダプター, F-Search MPs

応用分野: 環境分析, 微量分析, 高分子分析全般

関連テクニカルノート: PYA3-050 (Part 1), PYA1-185 (Part 3)

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