

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 3: ポリマー成分の定量分析

【背景】 前報 (PYA1-184) では、捕集した大気中微小粒子 (PM) 試料 (PYA3-050) に対してダブルショット法を適用し、PMIに含まれる大気中マイクロプラスチック (AMP) の揮発性成分およびポリマー成分を定性した。本報では、ポリマー成分のうちPP、PS、SBRについて、それぞれの特徴的な熱分解生成物のGC/MSにおける指標イオンを用いて定量し、大気中AMP濃度を算出した。

【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。GC注入のスプリット比は1/10とした。PMを捕集したフィルターを直径4 mmの円形に打ち抜き、3枚を試料カップに入れてダブルショット分析を行った。ポリマー含有量 (絶対量) の算出には絶対検量線法を用い、検量線作成にはMP校正標準試料 (MPs-SiO₂, フロンティア・ラボ社製) をシリカ粉末 (希釈剤SiO₂, フロンティア・ラボ社製) で100倍希釈して使用した。Fig. 1に示したように粒径により捕集形態が異なるため、定量値の算出方法も異なる。>PM₁₀およびPM_{2.5-10}の場合、PMIは12箇所捕集され、そのうち3箇所から各捕集全領域込みで打ち抜いたフィルター片3枚を1回の定量分析に用いたことから、得られた絶対量を4倍した。さらに、捕集期間中にMCIサンプラーを通過した空気の総体積 (Part 1参照) で除算することで、大気中のAMP濃度 (ng m⁻³) を算出した。PM_{2.5}の場合、有効ろ過径40 mmの捕集面全体にPMが捕集されるため、得られた絶対量を100/3倍し、同様に空気の総体積で除算して大気中AMP濃度を算出した。

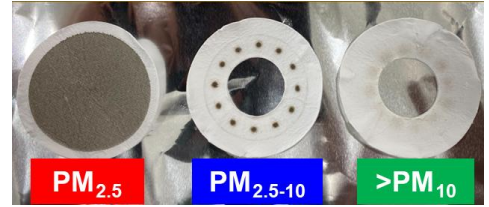


Fig. 1 MCIサンプラーで捕集されたPM

【結果】 表1に各ポリマーの定量に用いた指標化合物と指標イオン及び検量線の式とLODを示す。検量線の直線性は良好であった。表2に各PM試料中のPP、PS、SBRの定量結果を示す。PSとPPIはPM_{2.5}で多く検出された一方、SBRは>PM₁₀の大きな粒子中に存在していることが示された。一方、他のポリマーについてはLOD未満の結果が得られた。これは、浮遊粒子状物質中のポリマー成分の定量分析には、より高感度な分析法が必要とされることを示しており、今後F-Splitless注入法を用いたPy-GC/MS等の高感度分析法を用いることが有用と考えられる。以上より、スプリット注入を用いたダブルショット法により大気中AMPを定量した結果、PPとPSは空気力学的直径の小さいPM_{2.5}として多く存在し、SBRは空気力学的直径の大きい>PM₁₀として存在する傾向があることが明らかとなった。

Table 1 各ポリマーの指標化合物とLOD

ポリマー	指標化合物	指標イオン (m/z)	LOD / μg
PP	2,4-Dimethyl-1-heptene	126	0.03
PS	5-Hexene-1,3,5-triyltribenzene (styrene trimer)	91	0.004
SBR	4-Phenylcyclohexene (SB hybrid dimer)	104	0.01

Table 2 AMPの定量結果

試料	分類	試料量 ^a / mg	定量値 ^b		
			PP / ng m ⁻³	PS / ng m ⁻³	SBR / ng m ⁻³
PM-A	>PM ₁₀	2.5±0.1	< LOD	0.25±0.08	6.3±0.7
	PM _{2.5-10}	2.8±0.1	0.83±0.16	0.44±0.05	< LOD
	PM _{2.5}	3.5±0.2	3.5±0.5	0.76±0.37	< LOD
PM-B	>PM ₁₀	2.7±0.2	< LOD	0.09±0.02	2.3±0.4
	PM _{2.5-10}	3.1±0.1	0.36±0.07	0.109±0.003	1.4±0.2
	PM _{2.5}	3.7±0.1	< LOD	< LOD	< LOD

a: 測定に使用した打ち抜きフィルター3枚の総質量

b: 繰り返し測定3回の平均値

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, MP校正標準試料セット, 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), PYA1-184 (Part 2)

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