

msFineAnalysis AI Ver3によるGCxGCデータ解析 ③熱分解オイルの分析

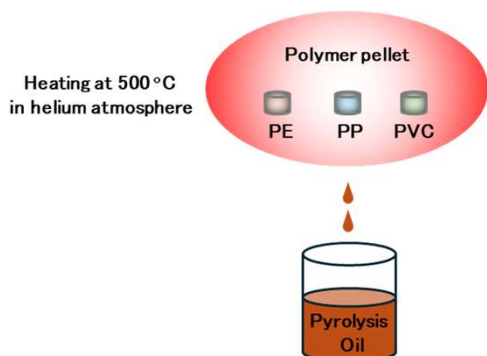
関連製品：質量分析計(MS)

はじめに

定性解析ソフトウェアmsFineAnalysis AIは、EI (Electron Ionization) / SI (Soft Ionization) 統合解析とAI構造解析によりライブラリー未登録物質の自動構造解析が可能である。Ver3では新たに包括的二次元ガスクロマトグラフ(GCxGC)データ解析に対応した。MSTips509では軽油分析を例にEI/SI統合解析の有用性を、MSTips510ではポリマーの熱分解分析を例にAI構造解析の有用性を紹介した。本MSTipsでは熱分解オイル分析を例に、二次元クロマトグラムを用いたサンプル比較と差異ピークの確認手法について紹介する。熱分解オイルは廃棄されたプラスチックやゴム製品などから得られるオイルである。石油代替燃料やリサイクルプラスチックの原料に利用され、サーキュラーエコノミーに関わる重要な技術の一つである。

実験

サンプルとなる熱分解オイルはポリエチレン(PE)、ポリプロピレン(PP)、ポリ塩化ビニル(PVC)のペレットを混合し、ヘリウム雰囲気下で500℃15分加熱して生成した。Figure 1に熱分解オイル生成の模式図および各ペレットの混合量を示す。生成された熱分解オイルはクロロホルムで洗い流して回収し、希釈された状態のまま1μLをGCに注入した。分析条件の詳細をTable 1に示す。



	Polyethylene (PE)	Polypropylene (PP)	Polyvinylchloride (PVC)
Pyrolysis oil ①	100 mg	0 mg	0 mg
Pyrolysis oil ②	50 mg	50 mg	0 mg
Pyrolysis oil ③	0 mg	100 mg	0 mg
Pyrolysis oil ④	45 mg	45 mg	10 mg

Figure 1 熱分解オイル作製の模式図およびポリマーペレットの混合量

Table 1 分析条件の詳細

Gas Chromatograph : 8890A GC (Agilent Technologies)	
Inlet temperature	300°C
1 st column	BPX5 (TRAJAN) 30m, 0.25mm, 0.25μm
2 nd column	Rxi-17Sil MS(Restek) 3.4m, 0.15mm, 0.15μm
Oven temperature	40°C(2min)-5°C/min -320°C(30min)
Split ratio	Splitless
Carrier gas	He, 2mL/min
GCxGC Modulator : INSIGHT-Thermal modulator (SepSolve Analytical)	
Modulation period	8 sec
Modulation loop length	77cm in 2 nd column

Mass Spectrometer : JMS-T2000GC (JEOL)	
Ion Source	EI/FI combination ion source
Ionization	EI : 70eV
	FI : FI emitter, Flashing 12mA 3msec
IS temperature	EI : 250°C / FI : No heating
GC-ITF temperature	250°C
Mass range	<i>m/z</i> 30-800
Recording interval	EI : 0.02sec(50Hz) / FI : 0.04sec(25Hz)
Drift compensation	EI : PFTBA <i>m/z</i> 263.987, reservoir at end time
	FI : PDMS <i>m/z</i> 281.051, reservoir every 20min

結果

Figure 2に熱分解オイル② (PE/PP)および④ (PE/PP/PVC)の二次元クロマトグラムを示す。主成分であるPE/PP熱分解物に加え、微量成分であるPVC熱分解物のナフタレン、アントラセン等も二次元クロマトグラムでは容易に確認することができた。

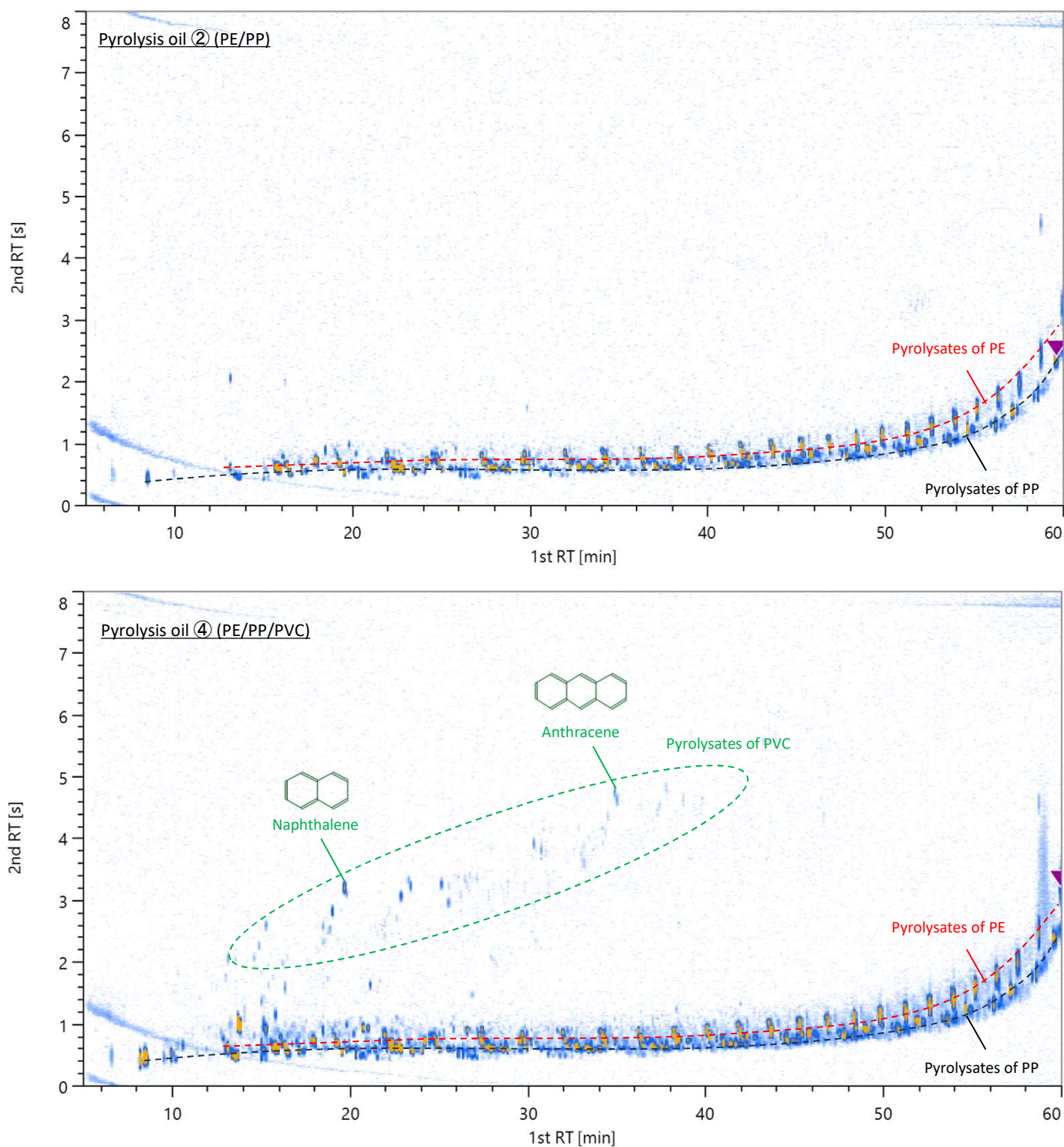


Figure 2 熱分解オイル②、④の二次元クロマトグラム

この資料に掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出入管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。

Figure 3に熱分解オイル①(PE)、②(PE/PP)、③(PP)の二次元クロマトグラムの拡大図を示す。今回使用した熱分解オイルは素材ポリマーが3種までであったが、それでも検出されたピーク数は200超となった。GCxGC-MS測定の結果得られる二次元クロマトグラムではこれら大量のピークを分離検出でき、またピーク配置から構造を容易に推測することができた。

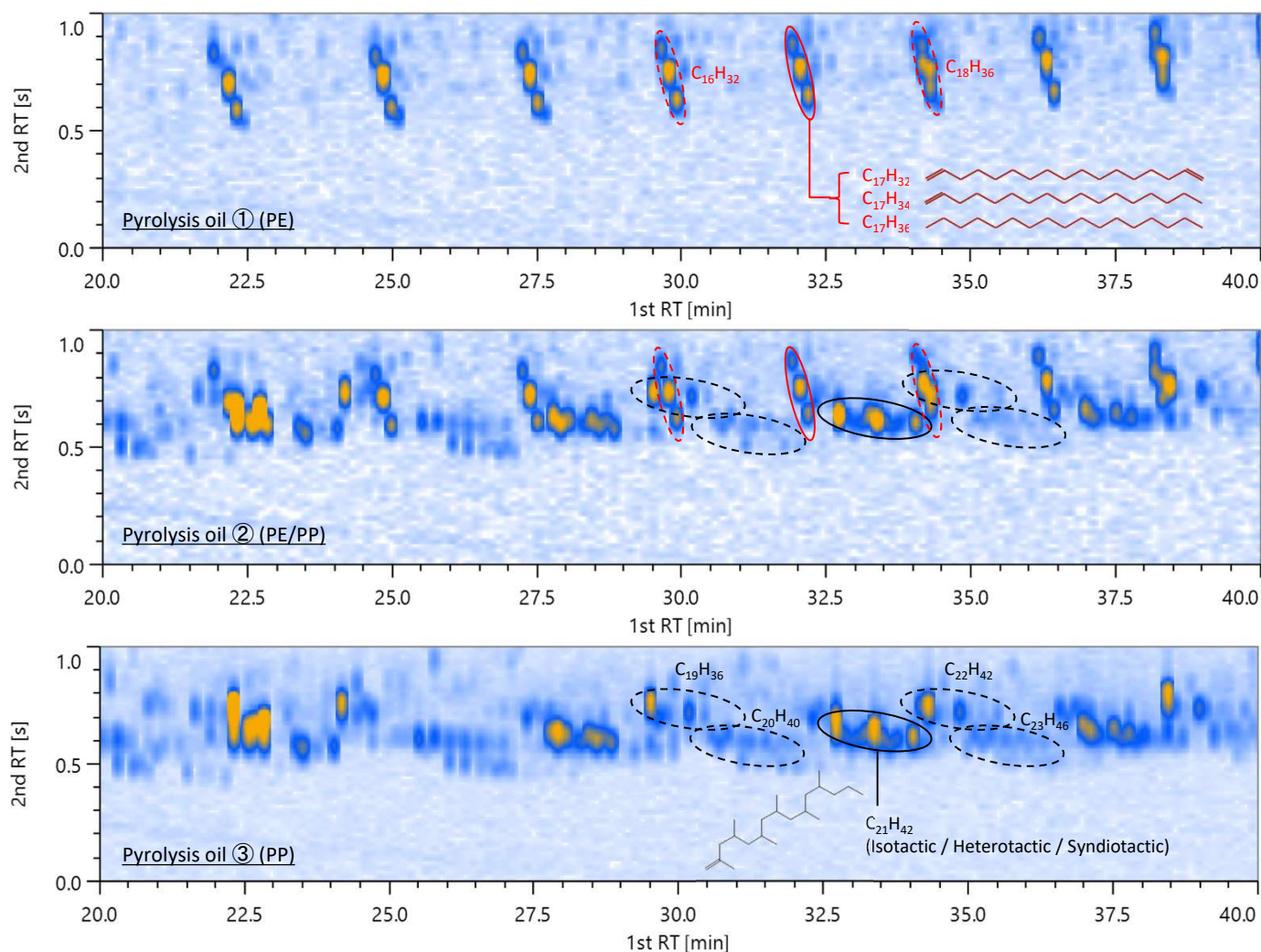


Figure 3 熱分解オイル①、②、③の二次元クロマトグラム(拡大)

まとめ

msFineAnalysis AI Ver3では新たにGCxGCデータ解析に対応、熱分解オイルのような複雑なサンプルの定性情報を視覚化し、複数のサンプル比較も迅速に行うことが可能となった。

謝辞

本MSTipsで使用した熱分解オイルを提供していただいた東北大学 熊谷将吾准教授、吉岡敏明教授に深く感謝申し上げます。