

# Application News

## No. G301

ガスクロマトグラフィー

### バックフラッシュ GC システムによる 低分子環状シロキサンの迅速分析

シリコーンは優れた耐熱性、耐薬品性、低い毒性などの有用な性質を持ち、電機、電子製品によく使用されています。これらのシリコーン製品には低分子環状シロキサンが含まれていることがあり、これが原因で導通不良障害を起こすことがあります。環状シロキサンは、シロキサンが3個以上結合した化合物を指し、D<sub>n</sub> (nはシロキサンの結合数) と表記されます。低分子環状シロキサンは、シロキサンが3個 (D3) から10個 (D10) 結合したものを指すことが多く、D3 からD10の含量が一つの指標となります。

低分子環状シロキサンの分析にはGCが良く使われています。シリコーン製品からの抽出物には高沸点成分を多く含むため、カラムから高沸点成分を追い出すのに、高温で長時間焼き出す必要があり、結果的に分析時間が長くなります。また、高沸点成分の焼き出しが不十分な場合、次分析に残留物が検出されることも懸念されます。

そこで本アプリケーションニュースでは、低分子環状シロキサンの迅速分析が可能なバックフラッシュ GC システムをご紹介します。

A. Miyamoto, S. Uchiyama

#### バックフラッシュ GC システム

バックフラッシュ GC システムは、対象成分が検出された後に、キャリアガスの流れを逆流させて、高沸点成分をスプリットベントから排出させるシステムです (図1)。

カラムの検出器側にバックフラッシュ素子と抵抗管を接続し、アドバンスドプレッシャーコントローラー (APC) を用いて、カラムの検出器側の圧力を制御します。

バックフラッシュを使用する際は、分析対象成分が検出されるまでは通常分析を行い、分析対象成分が検出された後にバックフラッシュ素子の圧力を上げ、同時に試料注入口の圧力を下げることで、通常分析時の圧力勾配を逆転させます。バックフラッシュされた高沸点成分はカラムから除去されるため、カラムや検出器の汚染を防ぎ、大幅な時間短縮が期待できます。

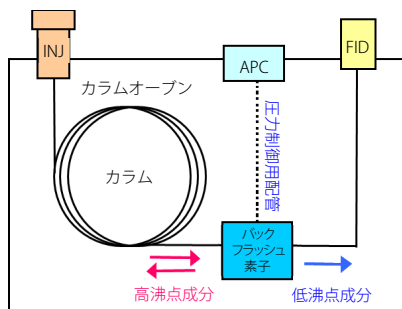


図1 バックフラッシュ GC システム

#### 前処理および分析方法

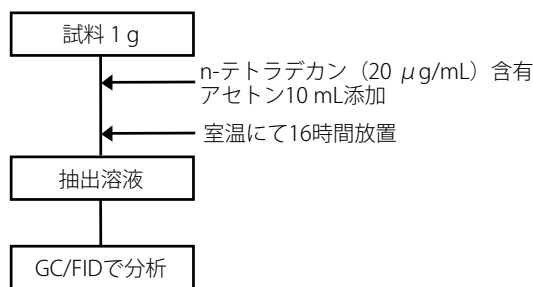


図2 シリコーン製品の前処理方法

シリコーンの試料 1g に対し、内部標準物質として n-テトラデカン (20 μg/mL) を含んだアセトンを 10 mL 添加し、室温にて 16 時間放置し抽出し、抽出物を GC へ注入します。

カラムに SH-Rxi™-5 Sil MS (30 m, 0.25 mm I.D., 0.25 μm) を使用し、GC/FID にてシリコーン製品の抽出溶液を分析しました。通常の測定条件を表 1、バックフラッシュ GC システムを使用した測定条件を表 2 に示しました。

表1 通常の測定条件 (バックフラッシュを使用しない場合)

Model	: Nexis™ GC-2030 AF/AOC-20i
Column	: SH-Rxi™-5 Sil MS (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.25 μm)
Column Temp.	: 60 °C (0 min) - 25 °C/min - 250 °C (0 min) - 15 °C/min - 300 °C (60 min) Total : 70.93 min
Injection Temp.	: 300 °C
Carrier Gas	: He, 40 cm/sec
Injection Method	: Split 1 : 15
Carrier Gas Controller	: constant linear velocity mode (He)
Injection Volume	: 1.0 μL
Detector	: FID
Detector Temp.	: 320 °C

表2 バックフラッシュを使用した場合の測定条件

Model	: Nexis™ GC-2030 AF/AOC-20i
Column	: SH-Rxi™-5 Sil MS (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.25 μm)
Column Temp.	: 60 °C (0 min) - 25 °C/min - 250 °C (0 min) - 15 °C/min - 300 °C (1 min) Total : 11.93 min
Injection Temp.	: 300 °C
Carrier Gas	: He, 40 cm/sec
Injection Method	: Split 1 : 15
Carrier Gas Controller	: constant linear velocity mode (He)
Injection Pressure	: 233.3 kPa (8 min) - 20 kPa
APC Pressure	: 100 kPa (8 min) - 225 kPa
Injection Volume	: 1.0 μL
Detector	: FID
Detector Temp.	: 320 °C

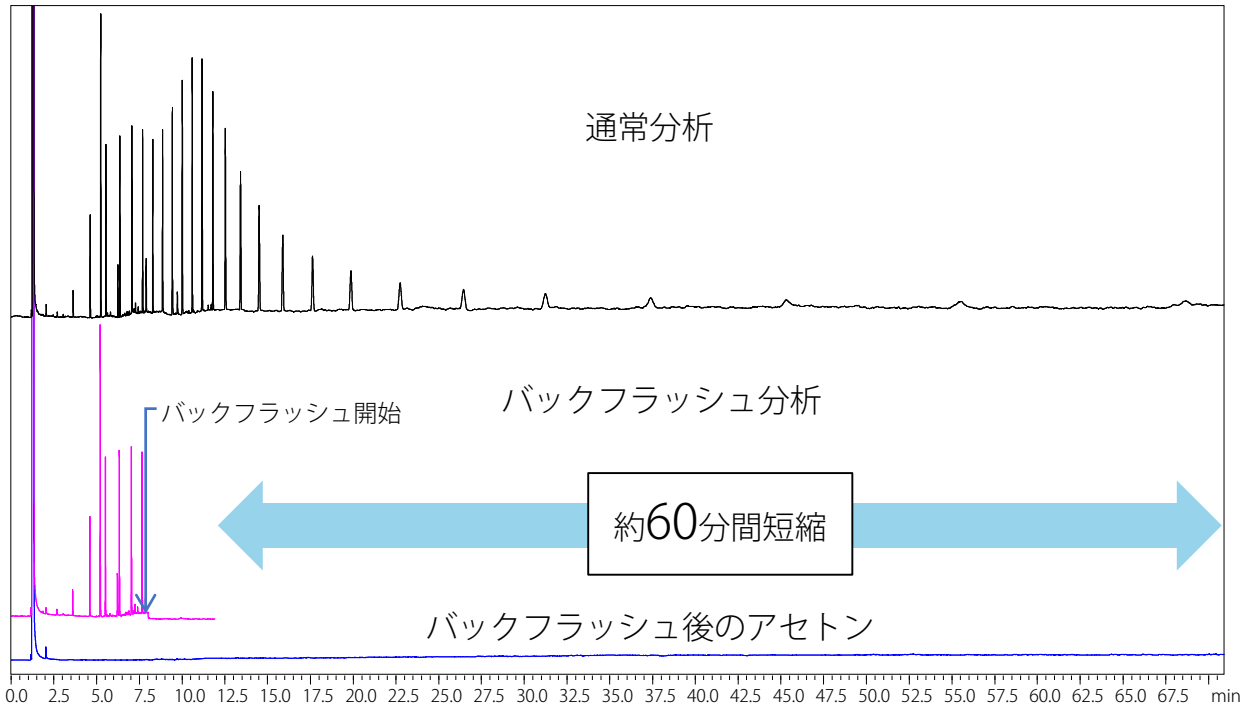


図3 GC/FIDによるクロマトグラム比較

## ■環状シロキサンの分析結果

シリコーン製品の抽出溶液を分析し、通常の分析と、D10が溶出後にバックフラッシュを行った場合を比較しました。両クロマトグラムの重ね書きを図3に示します。通常の分析では、高沸点シロキサンの追い出しのために、カラムの最終温度 300℃で 60 分間保持する必要がある場合があり、本サンプルにおいては総分析時間は約 71 分を要しました。

D10 が溶出した後の 8 分の時点から約 4 分間バックフラッシュを行い、高沸点成分を除去することで、約 71 分であった分析時間を約 12 分へ短縮でき、約 60 分間の大幅な短縮が可能となりました。

また、バックフラッシュ後にアセトン溶媒を分析しても、アセトン以外のピークが検出されていないことから、バックフラッシュにより、高沸点成分を効率よく除去できたことが分かります。

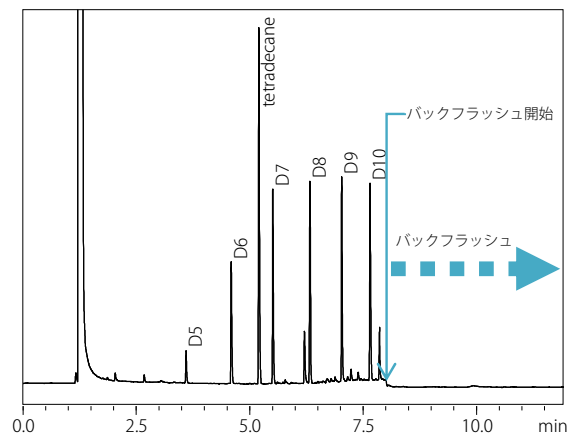


図4 バックフラッシュを使用した場合の拡大クロマトグラム

## ■低分子環状シロキサンの再現性

図4にバックフラッシュを使用した場合の拡大クロマトグラムを示します。表3に、低分子環状シロキサンおよびテトラデカンのピーク面積値の%RSD (n=5)を示します。各ピーク面積の%RSDはいずれも1%以下と再現性は非常に良好でした。

以上から、バックフラッシュ GC システムを使用することで、低分子環状シロキサンの分析において、大幅な時間短縮が可能となり、生産性が約6倍上がりました。

表3 ピーク面積の再現性 %RSD (n=5)

Compounds	バックフラッシュを使用した場合の%RSD Peak area	バックフラッシュを使用しない場合の%RSD Peak area
D5	0.47	0.99
D6	0.48	0.87
tetradecane	0.33	0.63
D7	0.49	0.57
D8	0.48	0.59
D9	0.39	0.53
D10	0.48	0.62

Nexis は、株式会社 島津製作所の商標です。  
Rxi は、Restek Corporation の登録商標です。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2018年3月

島津コールセンター ☎0120-131691  
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。