

## Py-Screener Ver.2専用高耐久性カラムの有効性評価

工藤 恭彦、初雪

### ユーザーベネフィット

- ◆ 一体型ガードカラム(Integrated Guard)でカラムを長寿命化しメンテナンスの負担やランニングコストを低減します。
- ◆ Integrated Guardではガードカラム接続に伴うリークや接続部での成分の吸着や分解の心配がありません。
- ◆ ピークテーリングが生じた場合も、ガードカラム部を一部切断することでピーク形状を改善させることができます。

### ■はじめに

欧州RoHS指令ではフタル酸エステル、臭素系難燃剤(PBBs, PBDEs)が規制化合物として指定されており、電機電子機器製品の部品への使用が制限されています。Py-Screener Ver.2はフタル酸エステル、PBBs, PBDEsの一斉スクリーニングシステムで、検査試料をカッター等で細かくして、試料カップに入れるだけで簡単に検査することができます。旧製品のPy-Screener Ver.1の発売以降、Py-Screener シリーズは電機電子機器メーカーを中心に多くのお客様にご使用いただいています。

一方で、検査頻度の高い一部のお客様から分析カラムの長寿命化の要望が挙がっていました。劣化によりピークがテーリングするカラムでの検査は定量精度や再現性に影響がある可能性があります。

上記の問題を解決するため、Py-Screener Ver.2では新開発の高耐久性カラム(SH-1MSガードカラム付き、島津製作所製、P/N: 227-36346-01)での検査に対応しました。カラムが劣化しにくく、メンテナンスの負担やランニングコストを低減します。

本稿では、本カラムの耐久性、テーリングが生じた場合のメンテナンスの効果についてご紹介します。

### ■高耐久性カラムの構造と特長

高耐久性カラムの構造を図1に示します。GCの注入口側に2 mのガードカラムがあり、本カラムに汚染物質が到達するのを抑制してカラムの劣化を抑制することができます。通常、ガードカラムはプレスタイトコネクタやマイクロユニオンといった接続部品を介して接続されますが、このカラムはガードカラムと本カラムが連続的につながった構造(Integrated Guard)となっています。そのため、ガードカラムを接続する手間は不要で、かつ一般的なガードカラムで問題となるガードカラム接続部でのリークや化合物の吸着の心配がありません。

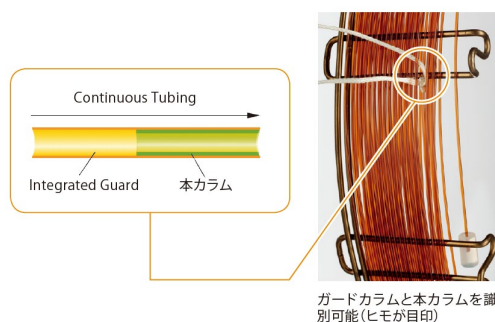


図1 高耐久性カラムの構造

### ■測定条件、評価方法

測定条件を表1に示しました。高耐久性カラムを設置したGCMSシステムを用いて、Py-Screener Ver.2に収録されたフタル酸エステル、臭素系難燃剤一斉検査法により電機電子製品に含まれる様々な部品のRoHS検査を700検体以上実施しました。

定期的に100 mg/kgのフタル酸エステル樹脂標準試料(P/N: 225-31003-91、島津製作所)を検査し、DBPのシンメトリ係数(ピークテーリングの指標、大きいほどピークがテーリングしておりカラムが劣化していることを示す)を算出しました。検査数の増加に伴ってDBPのシンメトリ係数がどのように変わるかを調べ、システムの耐久性を評価しました。

またカラムを過度に汚染してテーリングを生じさせた後、ガードカラム部を切断することでピークのテーリングが改善されるかを確認しました。

表1 分析条件

| 装置構成            |   |
|-----------------|---|
| GCMS :          | GCMS-QP2020 NX  |
| PY :            | EGA/PY-3030D、AS-1020E<br>(フロンティア・ラボ)  |
| ソフトウェア<br>カラム : | Py-Screener Ver.2<br>SH-1MSガードカラム付き<br>(長さ17 m (うちガードカラム2 m)、内径0.25 mm、膜厚0.10 μm) |
| PY 条件           |   |
| 熱分解炉温度          | : 200 °C → 20 °C /min → 300 °C<br>→ 5 °C /min → 340 °C (1 min)                    |
| インターフェース温度      | : 300 °C  |
| キャリアガス          | : ヘリウム  |
| GC条件            |   |
| 気化室温度           | : 300 °C  |
| カラムオープン温度       | : 80 °C → 20 °C /min → 320 °C<br>(4 min)  |
| キャリアガス          | : ヘリウム  |
| 制御モード           | : 線速度一定   |
| 注入モード           | : スプリット (1:50)  |
| 線速度             | : 52.1 cm/sec   |
| ページ流量           | : 3 mL/min  |
| MS 条件           |   |
| インターフェース温度      | : 320 °C  |
| イオン源温度          | : 230 °C  |
| イオン化法           | : EI  |
| 測定モード           | : Scan/SIM同時測定  |
| Scanイベント時間      | : 0.15 sec  |
| Scan範囲          | : m/z 50 ~ 1,000  |
| SIMイベント時間       | : 0.3 sec   |

## ■ 耐久性の評価

検査数の増加に伴うDBP 100 mg/kgのシンメトリ係数の変化を図2に示しました。700検体以上の検査でもシンメトリ係数は閾値2.5 (ピークテーリングが生じている状態を示す値)を下回り、ほぼ変わりませんでした。このことから、700検体以上の検査でもカラムの劣化が見られないことが分かります。ガードカラムの無い従来のカラムでの検査では300~400検体程度でピークテーリングが生じる場合もあったことから、従来の2倍以上の耐久性があることが分かりました。

注: カラムの劣化のしやすさは検査試料の種類等によっても変化することがあります。

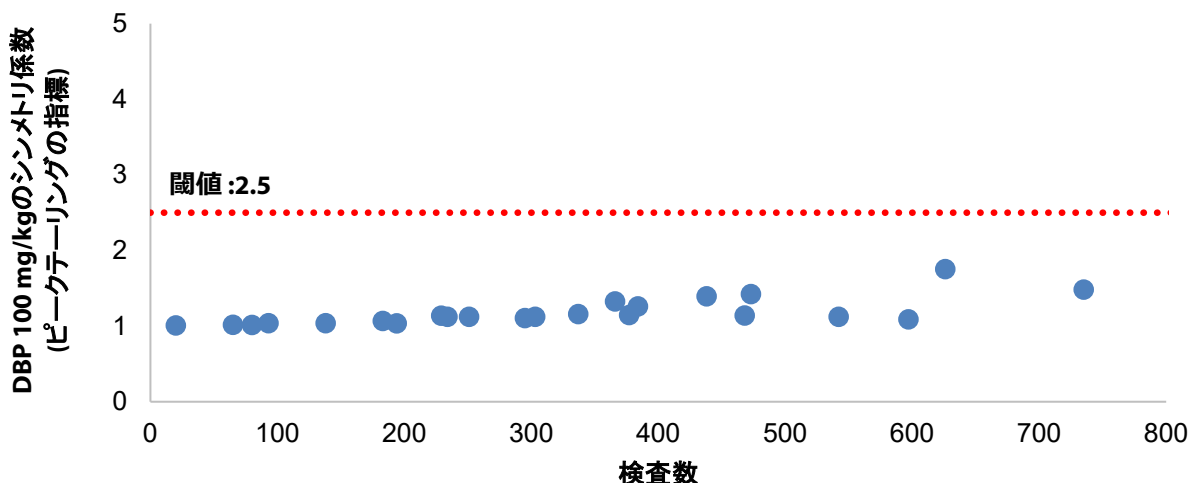


図2 高耐久性カラムを用いたRoHS検査の耐久性の評価結果

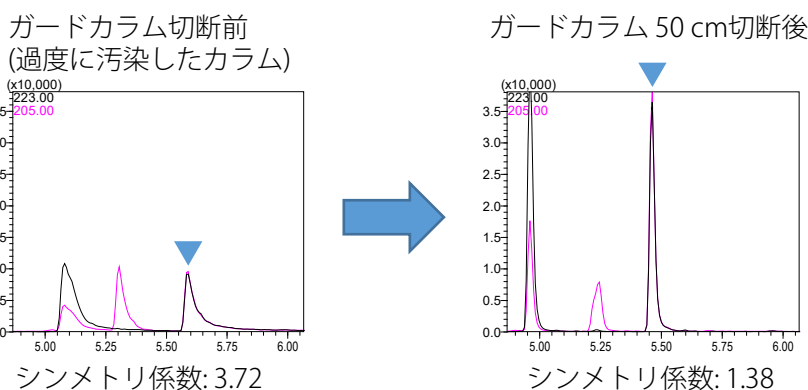


図3 ガードカラムを50 cm切断したことによるDBP 100 mg/kgのピーク形状、シンメトリ係数の変化

## ■ まとめ

Py-Screener Ver.2用高耐久性カラムはガードカラム一体型のカラムです。一体型ガードカラム(Integrated Guard)は、ガードカラムの接続が不要で、接続部でのリークや対象化合物の吸着などが生じない構造となっています。耐久性評価の結果から700検体以上のRoHS検査でもカラムが劣化せずに使用できました。従来のカラムに比べて約2倍以上の高耐久性を実現しています。メンテナンス頻度と作業者の負担を低減し、加えてメンテナンスに伴う装置のダウンタイムも削減できます。検査頻度の高いお客様に特に有効にご

## ■ カラムメンテナンスの効果

ピークテーリングを生じさせたSH-1MSカラムを作成し、ピークテーリングを改善するためのメンテナンス方法を検討しました。過度な汚染によりピークテーリングが生じたSH-1MSカラムのガードカラム部を50 cm切断したところ、DBP 100 mg/kgのシンメトリ係数は3.72から1.38に改善し、ピークテーリングが解消することが分かりました(図3)。ピークテーリングを引き起こしていたガードカラム部に蓄積された汚染物質が、ガードカラム部の切断によって除去されたためと考えられます。カラムの状態により最適な切断長さは変わると考えられますが、このカラムのメンテナンス方法としてはおおよそ50 cmから1 m程度ガードカラム部を切断することが一つの有効な目安と考えられます。

利用いただけるカラムです。継続的な使用によりピークのテーリングが見られた場合も、ガードカラム部を一部切断するだけでカラムの状態を改善することができます。1つのカラムあたり2 mのガードカラムが付いているため、メンテナンス時に50 cm切断とした場合、4回以上のメンテナンスが可能です。一本のカラムを長期間使うことができ、ランニングコストを削減します。

Py-Screener、GCMS-QPIは株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

**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

01-00230-JP 初版発行：2021年8月

島津コールセンター ☎ 0120-131691