

## 試料の自由落下法と手動挿入法によるパイログラムの再現性

加熱炉型の熱分解装置においては、加熱炉への試料の導入速度がパイログラムのパターンおよび再現性に大きく影響します。良好な再現性を得るためには、加熱炉への試料の導入を瞬時にかつ分析毎に同一の速度で行う必要があります。この目的のために柘植らにより発案された自由落下式(図1A.参照)<sup>1)</sup>による試料導入法は、迅速かつ分析毎に同一の速度での導入が可能です。

ポリスチレンのパイログラム(図2参照)により、手動のスライド式(図1B.参照)により試料を加熱炉に導入した場合と、自由落下方式により導入した時の再現性の違いを比較した結果を表1に示します。手動により約1秒および2秒かけて試料を導入した場合にはスチレンモノマーとスチレントリマーの生成比率の再現性が2.43%および6.12%でした。しかし、自由落下方式により導入した場合には0.63%と極めて良好な再現性が得られていることが分かります。

1) S.Tsuge, & T.Takeuchi, Analytical Chemistry, 1977, 49, 348-350

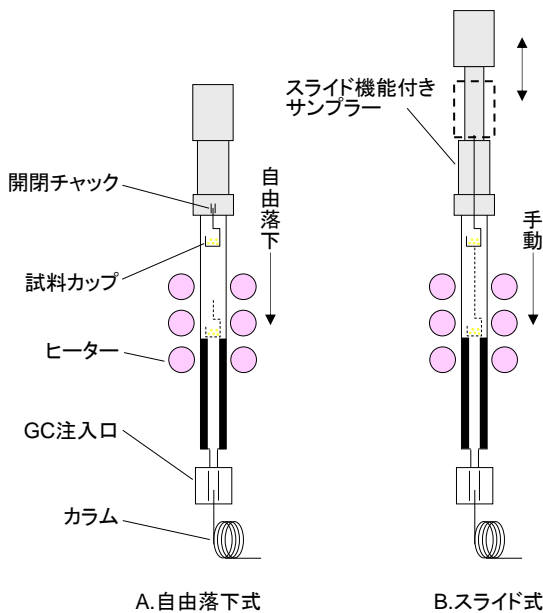


図1. 自由落下式およびスライド式の試料導入法

表1. 自由落下式とスライド式のPSのパイログラムにおける再現性の比較  
分析条件は図2と同じ

試料の導入方法	SSS/S(%)	RSD(%)
スライド式(1秒)	11.78	2.43
スライド式(2秒)	11.65	6.12
自由落下式	13.85	0.63

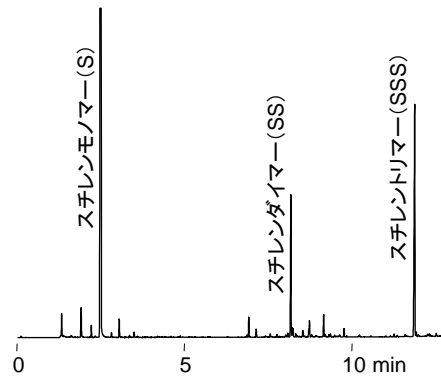


図2. 自由落下式を用いたPSのパイログラム

試料量: 30ug, 熱分解温度: 550°C, 注入口圧力: 140kPa, スプリット比: 1/50  
 カラム: 5%ジフェニルポリリンロキサン, 長さ 30m, 内径 0.25mm, 膜厚 0.25µm  
 (Ultra ALLOY<sup>+</sup>-5, フロンティア・ラボ社製)  
 GCオープン温度: 70°C→320°C (20°C/min)

**Keywords:** 自由落下式, 加熱炉, 再現性, ポリスチレン

**使用製品:** 多機能パイロライザー, UA-5

**応用分野:** 高分子分析全般

**関連テクニカルノート:**

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  
<http://www.frontier-lab.com/>