

最適な熱分解温度の設定法

熱分解ガスクロマトグラフィー(Py-GC)法において、試料の熱分解温度はパイログラムに大きく影響する要因の一つです。優れたパイログラムの再現性を得るためには、適切な熱分解温度を選択することが重要です。ここでは試料にポリスチレン(PS)を用い、そのパイログラムの再現性への熱分解温度の影響を検討しました。

PSのパイログラム(図1参照)上にはスチレンモノマー(S)とスチレンジマー(SS)およびスチレントリマー(SSS)が観測されます。このSとSSSの生成比率(%)の相対標準偏差(RSD(%))と、熱分解温度の関係を図2に示します。RSD(%)は、熱分解温度が550°Cで最小値を示しており、熱分解温度が高すぎても低すぎても再現性は低下していることが分かります。

優れた再現性が得られる熱分解温度は、発生ガス分析(EGA)法¹⁾によって得られるEGA曲線(図3参照)上のピークの終点温度よりも50°C程度高い温度を経験則としての目安としています。ただし、この温度は分析対象成分により異なる場合があります²⁾。

1) Multi-functional Pyrolyzer® Technical Note, PYT-004

2) 高分子の熱分解ガスクロマトグラフィー基礎およびデータ集, P9, 柘植新, 大谷肇

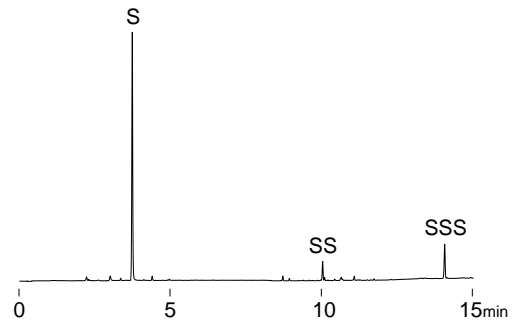


図1. PSのパイログラム

試料量: 30µg, 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%ジフェニルポリシリロキサン, 長さ30m, 内径0.25mm, 膜厚0.25µm
(Ultra ALLOY⁺-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), 検出器: FID

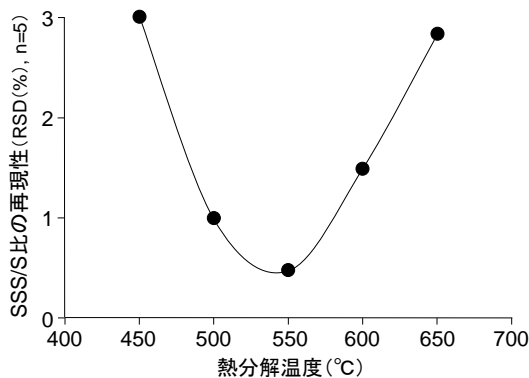


図2. SSS/S(%)の再現性と熱分解温度の関係

試料カップSS(P/N: PY1-F003, シングルショット用(5µL)白金製)使用

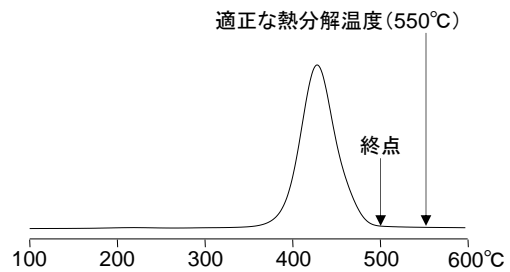


図3. PSのEGA曲線

熱分解炉温度: 100°C→600°C(20°C/min), キャリヤーガス: He 50kPa, スプリット比: 約1/50
EGAキャピラリーチューブ: 内径0.15mm, 長さ2.5m(UADTM-2.5N)
GCオープン温度: 300°C, 注入口温度: 320°C, 試料量: 30µg, 検出器: FID

Keywords: 適切な熱分解温度, ポリスチレン, 再現性, 発生ガス分析

使用製品: 多機能パイロライザー, UA-1, UADTM-2.0N

応用分野: 高分子分析全般

関連テクニカルノート: PYT-004

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/>