

Py-GC/MSによる空気雰囲気中におけるパイログラム測定時に関する留意点

[分離カラムおよびMS内の空気のパーズ時間について]

【背景】 Py-GC/MSにより空気雰囲気中におけるパイログラムを測定する際には試料の熱分解後に、熱分解生成物を冷却捕集する際に、分離カラムおよびMS内に流入した空気を、ヘリウムによりパーズした後にGC/MS分析を行う必要があるが、このパーズに要する時間はGC/MSの機種や、分離カラムの種類、キャリアーガスの設定条件などにより変化する。ここではPy-GC/MSの測定で用いられる一般的な条件において、空気のパーズに要する時間を検討した。

【実験】 ダブルショット®・パイロライザーをGCのスプリット/スプリットレス注入口に直結し、キャピラリー分離カラム(長さ 30m, 内径 0.25mm,)を介してMS(HP5971, 高真空ポンプ排気能力: 60L/sec)に接続した。パイロライザー中の雰囲気ガスには空気を用いた。また、注入口の下部には選択的試料導入装置を取り付け、この流路切替により分離カラムへ流入するガスを空気からHeへ任意に切り替えられるシステムとした。注入口の圧力は100kPaとした。

【結果】 1分間分離カラムに空気を流入させた後に、選択的試料導入装置による流路切替により、Heを分離カラムへ流入させ、分離カラム内およびMSのイオン源内の空気をパーズした際のTICを図1に示す。流路を切り替えた直後には系内に空気が残留しているために、ベースライン強度が高いが、その後空気のパーズが進み、徐々にベースラインが下降し、約3minから以降は強度が一定になっている。この結果から、空気の流入時間が1分間の場合には、3分間以上空気をパーズした後に、GC/MS分析を行う必要があることが分かる。同様の手順によって、空気の流入時間と必要なパーズ時間の関係を調べたところ、図2の結果を得た。空気の流入時間が20分間までは、空気の流入時間と必要なパーズ時間はほぼ比例関係を示したが、それ以降は必要なパーズ時間は約20分間で、一定となることが分かった。

選択的試料導入装置
による流路切替

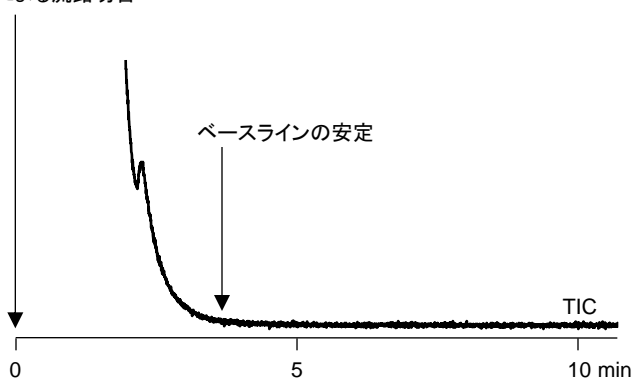


図1 1分間空気を流入させた後のベースラインの変動

カラム入り口圧力: 100kPa, スプリット比: 約1/50
分離カラム: Ultra ALLOY (長さ 30m, 内径 0.25mm), GCオーブン温度: 40°C
MS スキャン範囲: 29-100(m/z), スキャン速度: 2スキャン/sec

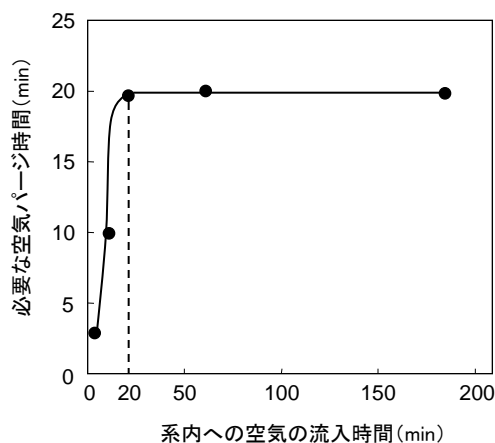


図2 空気の流入時間と必要な空気パーズ時間の関係

Keywords : 空気中での熱分解、キャリアーガス切替え装置、選択的試料導入装置

使用製品 : 多機能パイロライザー、選択的試料導入装置

応用分野 : 高分子分析全般、環境分析、作業環境分析

関連テクニカルノート : PYA4-001, PYT-022, PYT-024

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/>