

# 試料の酸化分解を伴う空気雰囲気中でのパイログラムの測定手順とその自動化

**【背景】** 高分子などの熱酸化・劣化などの過程を調べるためには、Py-GC/MSの雰囲気ガスに空気を用いる必要がある。その場合には、分離カラムの酸化劣化およびMSの動作不良などを避けるために、空気雰囲気中での試料の加熱（熱分解・熱脱着）後に、分離カラムおよびMSの真空系内をヘリウムに置換してから、GC/MS分析を開始する必要があるため、煩雑な手順を伴う。ここでは、空気雰囲気中におけるパイログラムの測定の一般的な手順と、それらをより簡便に行うために自動化した、Py-GC/MSシステムの動作の概要について説明する。

**【方法】** 構築したPy-GC/MSシステムを図1に示す。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、分離カラムを介してMSへと接続して用いた。また、パイロライザーへのキャリアーガスは、キャリアーガス切替装置により、ヘリウムと空気を任意に切り替えられる流路とし、GC注入口下部には選択的試料導入装置を設け、GC注入口からのガスを任意に分離カラムへ導入・排気できる構造とした。さらに、分離カラムの入り口付近は、マイクロジェット・クライオトラップにより-196℃付近まで冷却し、熱分解生成物の冷却捕集を可能とした。

**【結果】** 空気雰囲気中でのパイログラムの測定に必要な動作シーケンスと、手動で測定を行なう場合の操作、および自動システムを用いる場合の、各装置の動作シーケンスを表1に示す。A～Cの一連の動作が必要であるために、手動による測定では、煩雑な操作を実験者が逐次行なうことが求められる。これに対し、自動化システムを用いた場合には、A-2以降の動作が全て自動で行なわれるため、操作の簡略化と共に、誤操作による分離カラムの酸化劣化や捕集効率の不十分さなどに起因する、目的とする測定の未達成や、装置の汚染や劣化などを確実に防ぐことが出来る。

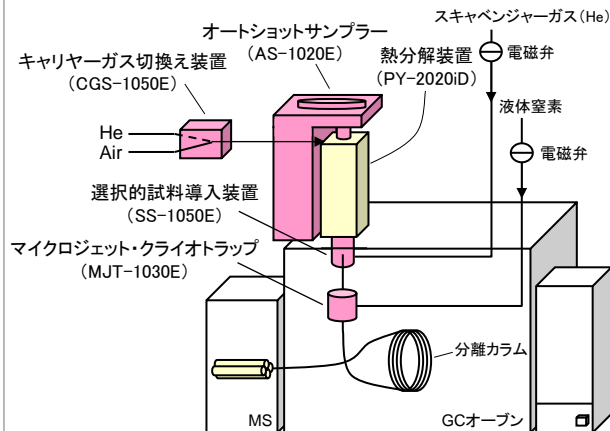


図1 空気雰囲気中におけるパイログラムの自動測定システム

表1. 空気雰囲気中におけるPy-GC/MS分析に必要な動作

必要とされる一連の動作	手動測定における操作	自動システムの動作	
A. 試料導入の準備	A-1. 加熱炉への空気の導入	キャリアーガス配管の繋ぎ変え Pyへの雰囲気ガスの切替 (CGS-1050E) カラムへの導入ガスの切替 (He→Air, SS-1010E)	
	A-2. 冷却捕集のための分離カラムの冷却	カラム入り口部の液体窒素への浸漬	MJT-1030Eによる冷却開始
B. 試料の加熱	B-1. 空気中での試料の加熱 (熱脱着・熱分解)	加熱炉への試料の導入	加熱炉への試料の導入
	B-2. 生成成分の冷却捕集	試料の加熱時間終了までの待機	自動保持
C. GC/MS分析	C-1. 分離カラムへの流入ガスの切替 (Air→He)	キャリアーガス配管の繋ぎ変え	カラムへの導入ガスの切替 (Air→He, SS-1010E)
	C-2. 系内の空気のパーズ (数分～十数分間)	必要時間の待機	自動保持
	C-3. 冷却捕集の終了	液体窒素からの分離カラムの取り出し	冷却停止 (MJT-1030E)
	C-4. GC/MSの昇温分析開始	GC/MSスタート操作	Py温度コントローラーからのスタート信号の発信

繰返し自動分析が可能

**Keywords :** 空気雰囲気, 自動化

**使用製品 :** 多機能パイロライザー, オートショット・サンプラー, キャリヤーガス切替装置, 選択的試料導入装置, マイクロジェット・クライオトラップ, Vent-free GC/MS アダプター

**応用分野 :** 高分子分析全般, 環境分析

**関連テクニカルノート :** PYA4-001, PYA4-002, PYA4-003, PYA4-004, PYT-019, PYT-023

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/