

蓄熱アダプターによるPy-GC接続部の温度プロファイルの改善とメモリー効果の低減

【背景】 最近のGCのスプリット/スプリットレス注入口は、セプタムからのブリードを低減するために、セプタム周辺を極力低い温度に保つ構造となっている。そのようなGCとパイロライザーを組み合わせたPy-GCシステムでは、両装置の接合部に温度のいわゆる「谷間」が存在し、熱分解生成物中の高沸点成分がトラップされることがしばしば見受けられる。この現象は、パイログラムの再現性の低下、繰返し分析におけるメモリー効果などの原因となり、Py-GCシステムの基本性能を大きく損なうため、Py-GCシステムを構築する際には、その点に留意した対策を講ずる必要がある。こうした点を配慮したダブルショット®・パイロライザーにおいては、Py-GC接続部に蓄熱アダプターを挿入して、温度の「谷間」を低減する構造をとっている。ここでは、その効果について紹介する。

【方法】 熱分解装置の上部またはGC注入口の下部より、外径1.0mmの熱伝対を挿入し、蓄熱アダプターを用いた場合と用いない場合の、システム内部の温度プロファイルを測定した。また、それぞれの場合について、反応性に富み、高沸点成分であるジフェニルメタンジイソシアネート(MDI)を生成する、ポリウレタンのパイログラムを測定して、メモリー効果の大きさを比較した。

【結果】 図1に示した、測定システム内部の温度プロファイルから明らかなように、熱分解装置中心部の温度分布は蓄熱アダプターの有無により、全く影響を受けないが、接合部分では顕著な差が見られる。蓄熱アダプターを装備しないシステムでは、GC注入口のセプタムゴム部の温度が170°C程度であり、ここが大きな温度の「谷間」となっているが、蓄熱アダプターを装備したシステムでは、セプタムゴム部が蓄熱アダプターを介して、Py/GCインターフェースブロックからの伝熱により加熱されるため、温度が約40°C上昇して、210°C程度に上昇しており、「谷間」が小さくなっていることが分かる。図2にMDIを生成するポリウレタンの測定結果に及ぼす、蓄熱アダプターの効果例を示した。蓄熱アダプターを設置することにより、ブラン克蘭でのMDIのゴーストピーク強度を4.3%から0.8%に低減することが可能となった。

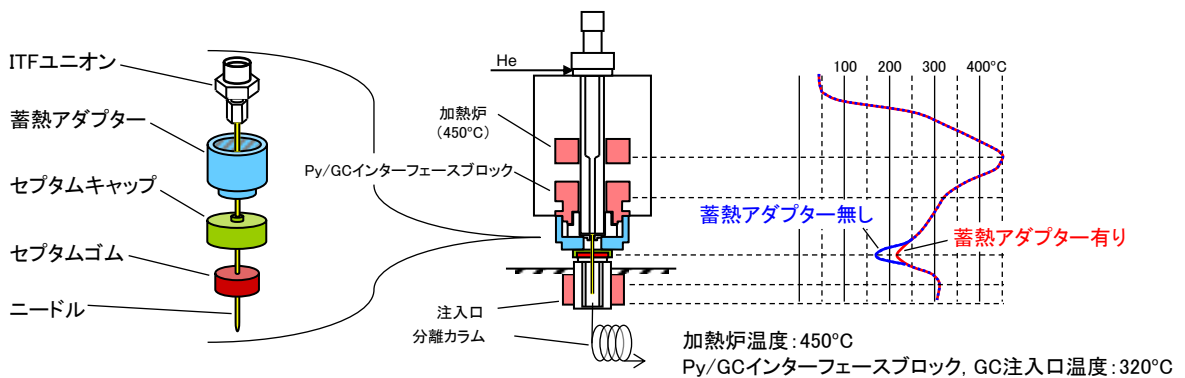


図1 蓄熱アダプターを設置したPy-GCシステムと温度プロファイルの改善

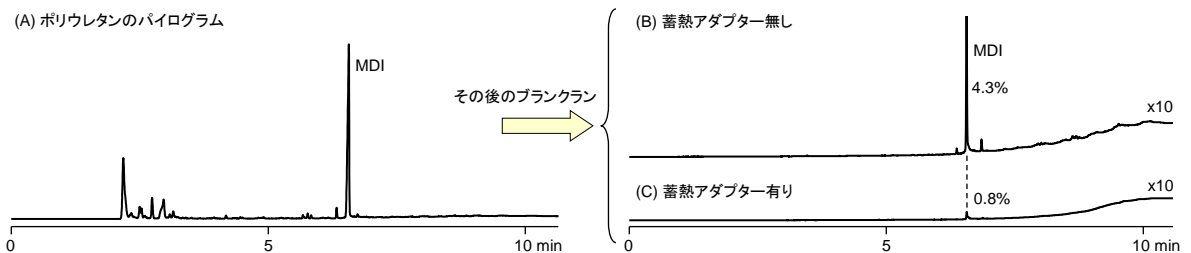


図2 ポリウレタンのパイログラムと測定後のメモリー効果の比較

熱分解炉温度: 550°C, カラム流量: 1ml/min, スプリット比: 約1/50
 分離カラム: Ultra ALLOY5+ (5%ジフェニル95%ジメチルポリシリロキサン, 長さ 15m, 内径 0.25mm, 膜厚: 0.25µm)
 GCオープン温度: 70→350°C (30°C/min), 注入口温度: 320°C, 試料量: 約300µg.

Keywords : 蓄熱アダプター、メモリー効果、ポリウレタン、MDI

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 : PYT-026

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/>