

## 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高沸点成分の回収率の向上

**【背景】** Py-GC接続部の温度の「谷間」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る。ダブルショット®パイロライザーでは蓄熱アダプターを挿入することにより、この温度の「谷間」を低減する構造をとっている(PYT-025)。ここでは、その高沸点成分の回収率に対する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、炭素数20~90程度の直鎖炭化水素を含むpolywax 655を、熱分解炉内で気化させて得たクロマトグラムを測定し、高沸点成分の溶出比率を比較した。

**【結果】** 測定システム内部の温度プロファイルを示した図1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。高沸点成分の回収率におよぼす蓄熱アダプターの効果例を図2に示す。n-C<sub>20</sub>~30に関しては、ほぼ同じピーク強度が得られているが、n-C<sub>30</sub>~60に関しては、蓄熱アダプターにより回収率が改善され、n-C<sub>40</sub>では約25%からほぼ100%近くにまで大幅に向上している。

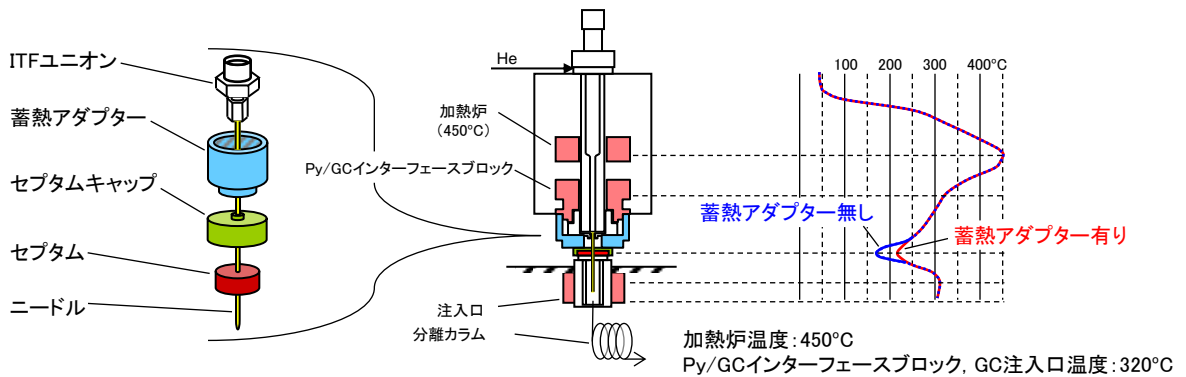


図1 蓄熱アダプターを設置したPy-GCシステムと温度プロファイルの改善

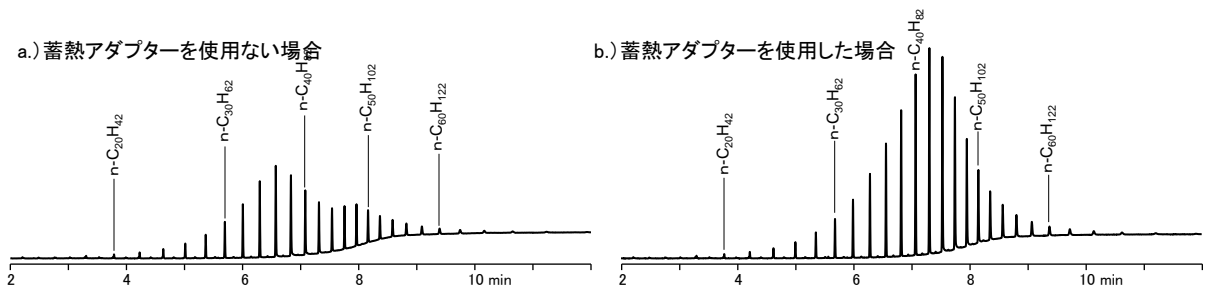


図2 炭化水素混合試料 (n-C<sub>20</sub>~n-C<sub>90</sub>) のクロマトグラム

熱分解炉温度: 450°C, カラム流量: 1ml/min, スプリット比: 約1/50  
 分離カラム: Ultra ALLOY-5 (MS/HT) (5%ジフェニル95%ジメチルポリシロキサン, 長さ 15m, 内径 0.25mm, 膜厚: 0.1µm)  
 GCオープン温度: 100→420°C (40°C/min), 注入口温度: 320°C, Py-GCインターフェース温度: 320°C, 試料量: 約10µg,

**Keywords:** 蓄熱アダプター、メモリー効果、高沸点成分、炭化水素

**使用製品:** 多機能パイロライザー, UA-5 (MS/HT)

**応用分野:** 高分子分析全般, Polywax 655

**関連テクニカルノート:** PYT-025

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/>