

フロースルーカップを用いる熱分解生成物の二次反応の抑制

[背景] 測定に供する試料量あるいは測定対象化合物が微量である場合には、一般にピーク強度が低下する。こうした場合、キャリアーガス流量を低下させ、GC注入口でのスプリット比を小さくすることにより、試料成分の分離カラムへの導入量を増加させる方法などが対策としてとられる。しかし、このような場合には熱分解管内でのキャリアーガスの線速度が遅くなり、試料カップ内での生成物の滞留時間が長くなるため、生成物の二次反応が懸念される。そこで、この滞留時間を短縮するために、従来の試料カップ(エコカップLF)の底面に約1 mmの通気孔を設けた“フロースルーカップLHF”を製作し、少量のキャリアーガス流量下での瞬間熱分解法において、ポリカーボネート(PC)を例として、熱分解生成物の二次反応を抑制することを可能かどうかを検討した。

[方法] 試料にはPCを用い、試料カップには図1に構造を示したフロースルーカップLHFと、従来から用いられている通気孔のないエコカップLFの2種類を用いた。また、キャリアーガス総流量は 7ml/minとした。

[結果] 各試料カップを用いた場合の、熱分解管内でのキャリアーガスの流れを、図2に示す。フロースルーカップLHFを用いた場合には、熱分解生成物は分解と同時に迅速に比較的温度の低いITF部へと移動する。これに対し、従来のエコカップLFを用いた場合には、試料カップ底部から上部へ拡散した後移動するため、滞留時間が長くなり、カップ壁表面などに活性点が存在した場合、触媒作用による分解が生じると推測される。その影響を検証するために測定した、各試料カップを用いた微量PC(3 µg)のパイログラムを図3に示す。試料カップ底面の通気孔の有無により、パイログラムに大きな差異が観測された。例えば、エコカップLFを用いた場合には、試料カップ内での滞留中にビスフェノールA(BisA)が分解して生成したと思われるフェノール(Phe)やイソプロベニルフェノール(IPP)のピークが強く観測されたが、フロースルーカップLHFを用いた場合には、ビスフェノールAのピークが主ピークとなり、二次分解が著しく抑制されていることが分かった。

また、一般的な試料量である30 µgのPCを、図3では二次分解が顕著に観測されたエコカップLFを用いて測定したパイログラムを図4に示すが、この分析条件では、二次分解はほとんど影響していないことが分かった。

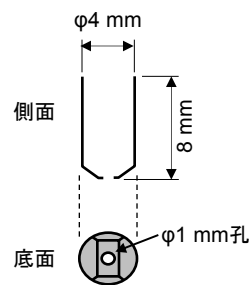


図1. フロースルーカップLHFの構造

材質: 表面を不活性化したステンレス
カップ肉厚: 0.1 mm

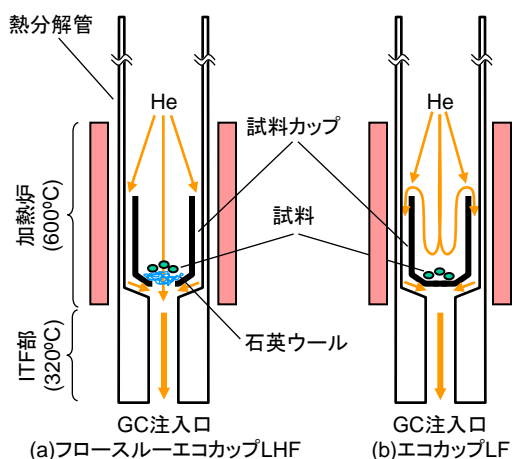


図2. 熱分解管内でのキャリアーガスの流れ

フロースルーエコカップLHF (P/N:PY1-EC80HF)

A. Hosaka et al., J. Anal. Appl. Pyrolysis 78 (2007), 452-455 より抜粋

Keywords: フロースルーカップ, 二次反応, ポリカーボネート

使用製品: 多機能パイロライザー, Vent-free GC/MSアダプター, UA-5, フロースルーエコカップLHF

応用分野: 高分子分析全般

関連テクニカルノート:

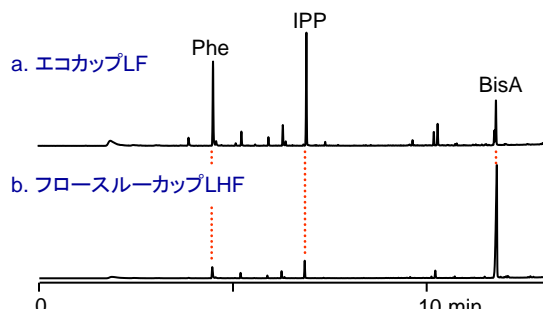


図3. 各試料カップを用いた微量PC (3 µg)のパイログラム

熱分解温度: 600°C, GCオープン温度: 40 - 300°C (20°C/min)
分離カラム: Ultra ALLOY⁺-5 (5%ジフェニル95%ジメチルポリシロキサン)
(L = 30 m, i.d. = 0.25 mm, df = 0.25 µm)
カラム流量: 1.2 ml/min, スプリット比: 1/5, 試料量: 約3 µg

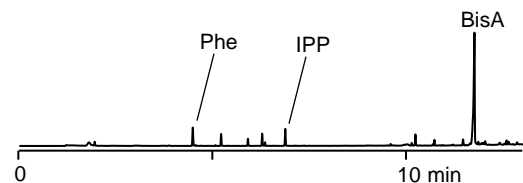


図4. エコカップLFを用いたPC(30 µg)のパイログラム

スプリット比: 1/50, 試料量: 約30 µg, その他の条件は図3と同じ

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/