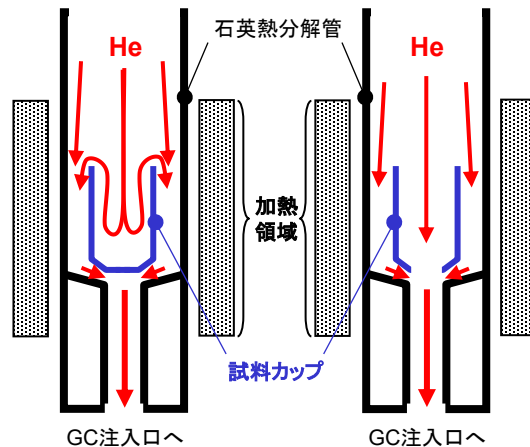


## フロースルーカップを用いたポリエチレンの パイログラムにおける低沸点成分ピークの分離改善

**【背景】** GC測定において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。しかし熱分解(Py-)GC測定においては、キャリアーガス流量を低下させると熱分解時の二次反応が懸念されるほか、試料カップ内での滞留によるピーク幅の広がりが無視できなくなる。一方、試料カップの底面に通気孔をもつ“フロースルーカップ”を用いた場合には、顕著な滞留は起こらないと考えられる(Fig. 1)。そこで本報では、ポリエチレン(PE)の熱分解生成物についてカップの種類がピーク幅およびピーク分離に及ぼす影響を検討した。

**【方法】** Py-GC/MS測定には、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC注入口に直結したPy-GC/MSシステムを用いた。試料にはPE片を約300 µg使用し、エコカップLFおよびフロースルーカップLHF内に採取した。フロースルーカップLHFを用いた際は試料の落下防止のため、試料採取前に石英ウールを試料カップ底部に詰めた。加熱炉温度は800 °Cとし、キャリアーガス総流量7~100 mL/minの範囲でPEのパイログラムを得た。

**【結果】** 試料カップを変えて得たキャリアーガス総流量15 mL/min時のPEのパイログラムをFig. 2に示す。エコカップLFでの測定時には熱分解生成物を含んだキャリアーガスの滞留によって低沸点成分のピーク幅が広がっていたが、フロースルーカップLHF使用時にはピーク幅が狭く、各ピークの分離も良好であった。この結果から、キャリアーガス総流量が低い場合の低沸点化合物のピーク分離改善にはフロースルーカップLHFの使用が有効であることが示された。なお、キャリアーガス総流量を十分にとった場合(50~100 mL/min)ではエコカップLFとフロースルーカップLHFの1-octene (C8')のピーク半値幅に違いは見られなかった。(Fig. 3)



エコカップLF      フロースルーカップLHF

Fig. 1 フロースルー型試料カップの構造とキャリアーガスの流れ

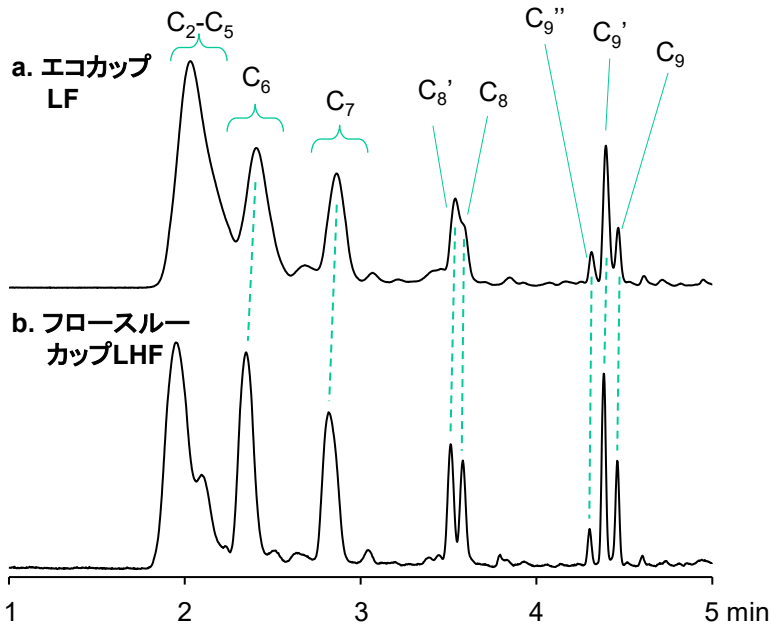


Fig. 2 PEのパイログラム(低沸点成分のみ表示)

熱分解炉温度: 800°C, GC注入口温度: 300 °C, 分離カラム: UA5-30M-0.25F, (L = 30 m, i.d. = 0.25 mm, df = 0.25 µm), GCオープン温度: 40-300 °C (20 °C/min), カラム流量: 1.0 mL/min (He), キャリヤーガス総流量: 15 mL/min, 試料量: ca. 300 µg

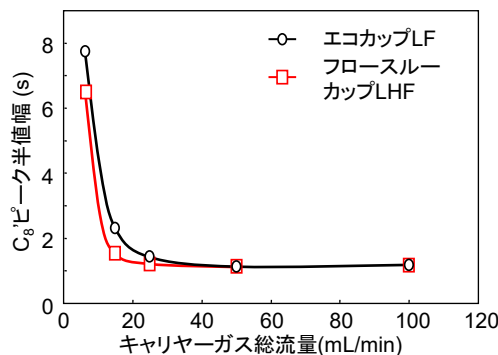


Fig. 3 熱分解時のキャリアーガス総流量とPEのパイログラムにおけるC8'ピークの半値幅の関係 (m/z 112でのEICを利用)

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

**Keywords** : ポリエチレン, 低沸点化合物, 分離改善

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

**応用分野** : 高分子材料分析

**関連テクニカルノート** : PYT-029

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  
www.frontier-lab.com/jp