

フロンティア・ラボ社製
マルチショット・パイロライザー
Multi-functional Pyrolyzer

EGA/PY-3030D



フロンティア・ラボ社製
マルチショット・パイロライザー

EGA/PY-3030D

Multi-functional Pyrolyzer



熱分析の効率化・精密化を支援する 多機能パイロライザー

分析処理能力の大幅向上

高性能・高信頼性

あらゆる形態の試料分析



オートショット・サンプラー
AS-2020E



熱分解分析システムを搭載した
GCMS-QP™2050

ダブルショットからマルチショット・パイロライザーへ

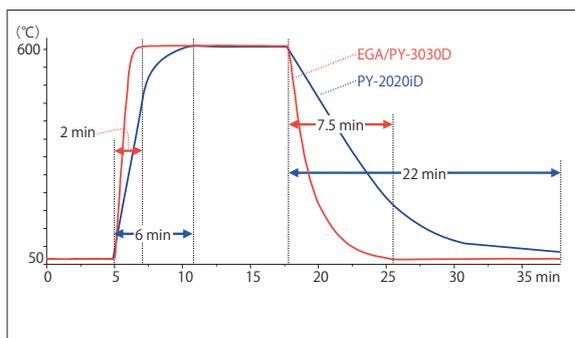
マルチショット・パイロライザーEGA/PY-3030Dは、縦型小型加熱炉を用いた柘植 新 名古屋大学 名誉教授らの30年以上にわたるPy-GCの基礎研究に基づき、産学連携の成果としてフロンティア・ラボ社が開発した、多機能パイロライザーシリーズの最高級モデルです。ダブルショット・パイロライザーの開発と改良で培ってきた技術を基盤に、加熱炉の性能から、制御ソフトウェアの細部に至るまで、高性能と使い易さを追求し続けることで誕生しました。

熱分解ガスクロマトグラフィー (Py-GC) は、不溶性材料や複合材料を含むほとんどあらゆる形態の、しかもごく微量の高分子材料を通常の前処理を行うことなく分析することが可能です。そのためにPy-GC法は、他の手法では得難い独特の情報が得られることから、ポリマーキャラクタリゼーションにおいて極めて強力な分析法です。

EGA/PY-3030D 3つの特長

1. 分析処理能力の大幅向上 (広範囲な温度制御と急速昇温・急速冷却)

ヒーター部の熱容量を小さくした（従来比1/6）高耐熱性中空セラミックヒーターを開発することで、急速昇温・冷却と、室温付近から1050℃までの広い温度範囲を実現しました。



新機種と従来機種の50⇄600℃間における昇温・冷却速度の比較

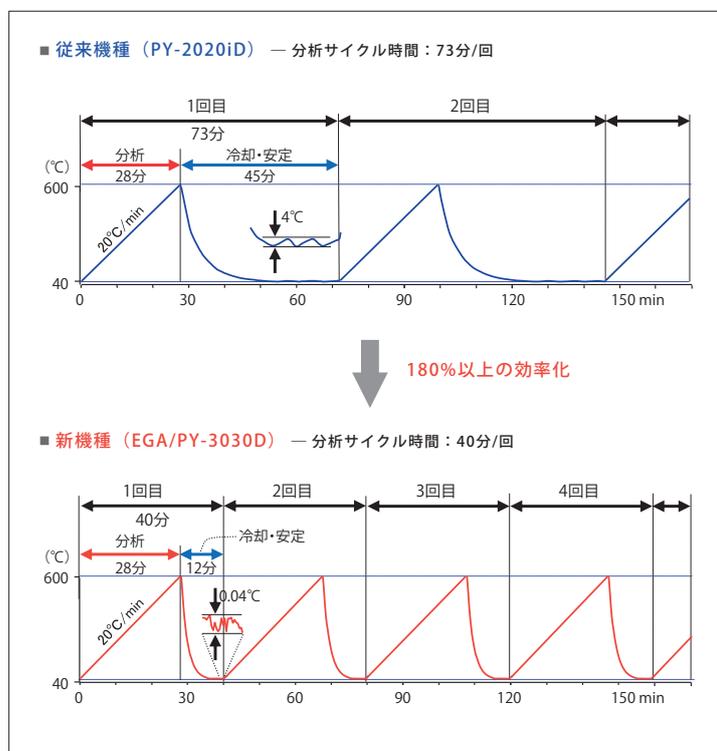
急速昇温・急速冷却

従来機種の10倍の600℃/minの昇温速度と100℃/minの高速冷却により、設定温度に迅速に到達します。

PY-2020iDでは600℃到達まで6分要しましたが、EGA/PY-3030Dではわずか2分で到達します。また、冷却時間は22分から7.5分へと大幅に短縮しました。

分析の高効率化

加熱炉の昇温と冷却を繰り返す発生ガス分析(EGA)法では、PY-2020iDで1日(24時間)あたりの最大処理数が20検体であったのに対し、EGA/PY-3030Dでは36検体となり、180%の高効率化が達成されています。

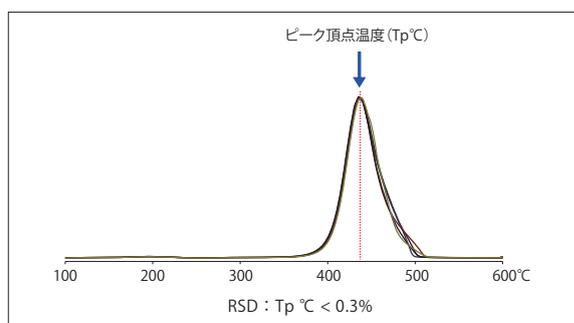


新機種と従来機種を用いたEGA法における分析サイクルの比較
< 加熱炉昇温条件：40→600℃ (20℃/min) >

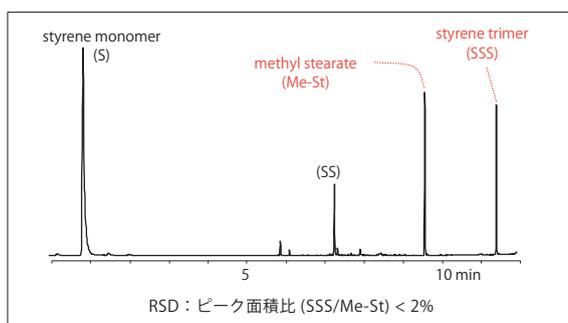
2. 高性能で高信頼

EGAサーモグラムとパイログラムの再現性

ポリスチレンの発生ガス分析法によるサーモグラムのピーク頂点温度と、シングルショット法によるパイログラムのスチレントリマーとメチルステアートのピーク比の再現性を出荷時にチェックし、その結果は装置に添付されます。



サーモグラムの再現性



パイログラムの再現性

3. あらゆる形態の試料分析

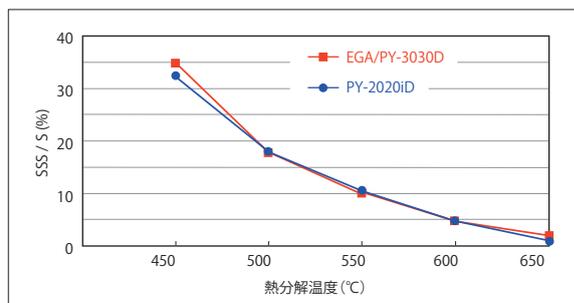
分析目的と試料形態に合わせて4種類の分析法から最適な手法を選択することができます。

多面的な4つの分析法

- (1) 発生ガス分析 (EGA-MS) 法
- (2) シングルショット分析 (Py-GC/MS) 法
- (3) ダブルショット分析 (TD/Py-GC/MS) 法
- (4) ハートカット分析 (Heart-Cut EGA-GC/MS) 法

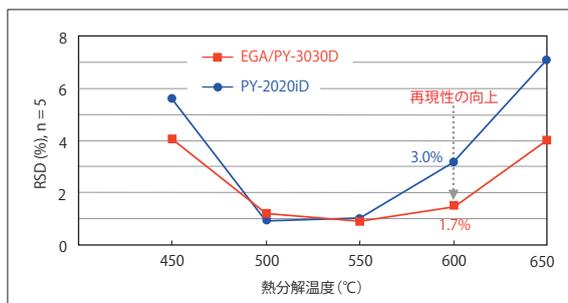
従来機種とのデータの相関性

マルチショット・パイロライザーは、従来機種のダブルショット・パイロライザーと分析結果の相関性を保ち、さらなる高性能化を達成しています。従来の蓄積されたデータライブラリーは、そのままご使用いただけます。



ピーク面積比[SSS/S]の相関性

ポリスチレン (PS) のスチレンモノマー (S) とトリマー (SSS) の生成比の熱分解温度依存性はEGA/PY-3030Dと従来機種のPY-2020iDでほぼ同じ値が得られます。



ピーク面積比[SSS/S]の再現性の相関性

加熱部の温度均一範囲が広く、精密な温度制御が可能なEGA/PY-3030Dでは、600°C以上ではパイログラムの再現性が向上しています。

4つの分析法を用いた複合試料のキャラクタリゼーション 〈未知試料への多角的なアプローチ〉

未知試料の分析では、初めに発生ガス分析(EGA-MS)法により試料全体の熱特性を把握し、その結果の解析から、注目する画分の詳細な分析のための適切な分析法を選択します。

ここでは、揮発性成分からポリマー成分までを含む複雑な複合試料の一例として、化粧品(アイブロー)のキャラクタリゼーションを、最初にEGA-MS法を用い、次に3つの分析法を用いて分析した例を示します。



アイブロー試料のサンプリング

発生ガス分析 (EGA-MS) 法

この方法は注入口と検出器間を、不活性化金属キャピラリーチューブ (EGAチューブ) で直結し、試料の昇温加熱による発生ガスをリアルタイムでモニターする分析法です。

試料全体の熱特性を反映したEGAサーモグラム

右上に示すアイブローのEGAサーモグラムでは、添加剤などの揮発性成分に由来するA~Cのピークと、ポリマー成分に由来するD、Eのピークが観測されています。

F-Searchによる、2次元多イオンマスキロマトグラム表示

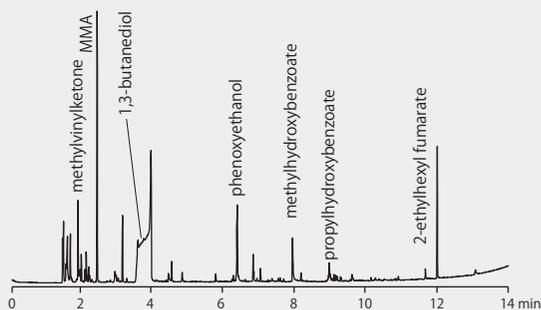
このデータからピークA、Bには、複数成分が含まれていることが示唆されます。一方、ピークD、EではそれらのMSスペクトルから、F-SearchのEGA用ライブラリーを用いることで、ポリマー種の推定が可能です。

シングルショット分析 (Py-GC/MS) 法

試料を600℃程度の高温の熱分解加熱炉へ、重力による自由落下で導入して熱分解させ、熱分解生成物を瞬時にGC分離カラムに導入して分析する手法です。

下に示すパイログラムは、EGAサーモグラムから得たポリマーの分解終了温度より約50℃高い550℃の熱分解温度を用いて、シングルショット法により得たものです。簡便な操作で測定できますが、EGAサーモグラム中の全温度領域の情報が一つのパイログラム上で得られるため、解析が複雑となります。

■ ピーク (A+B+C+D+E) [PY : 550℃]



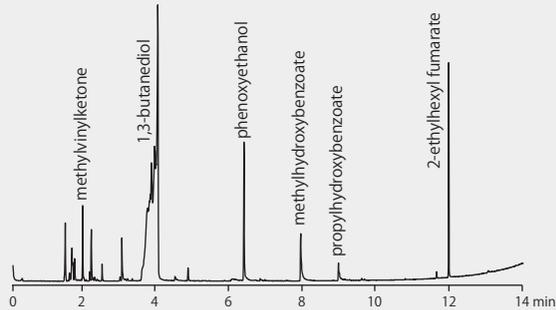
ダブルショット分析 (TD/Py-GC/MS) 法

試料を2段階で分析する手法です。**STEP 1** で、試料中の揮発性成分を熱脱着(TD)-GC/MS分析法により分析し、その後の**STEP 2** で、残渣のポリマー成分をシングルショット法で分析します。この手法により、揮発性成分とポリマー成分の情報を個々に得ることが可能です。

STEP 1 TD-GC/MS分析法

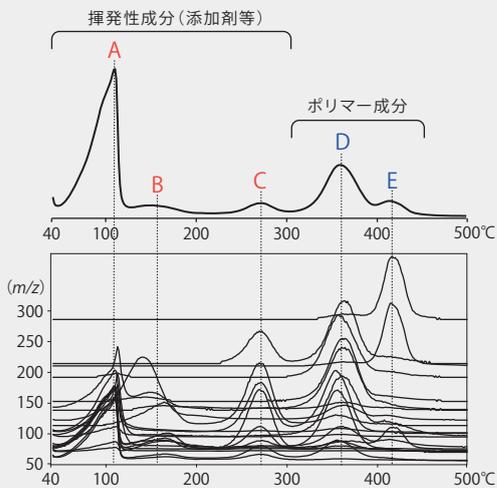
下に示すクロマトグラムは、上記のEGAサーモグラム中のピークA~Cの揮発性成分を分析した結果です。マイクロジェット・クライオトラップを使用することで、高揮発性成分も、シャープなピーク形状で検出することができます。

■ ピーク (A+B+C) [TD : 100→300℃]



F-Searchや他の分析法に加え、 種々の情報を考慮した同定・定量分析

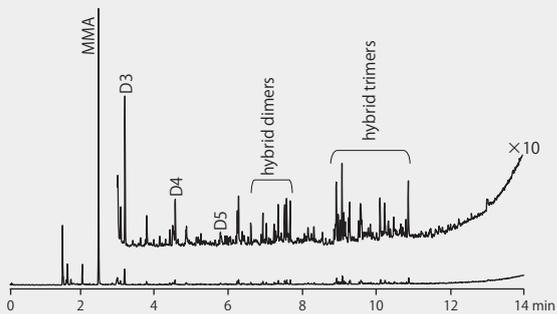
- 揮発性成分 (A、B、C) の同定：
F-Search (EGA、添加剤、熱分解生成物ライブラリー)
NIST、Willey ライブラリー



STEP 2 Py-GC/MS分析法

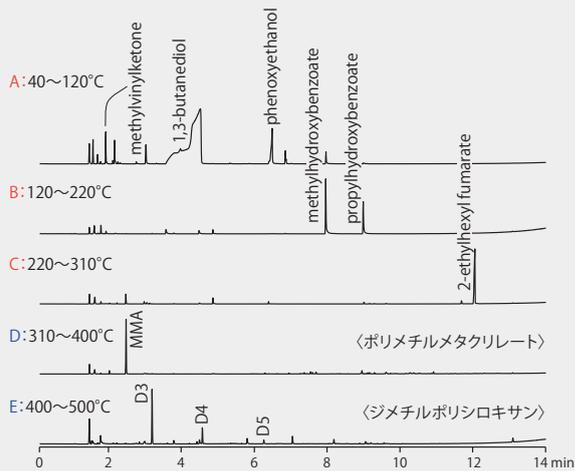
下に示すパイログラムには、上記EGAサーモグラム中のピークD、Eに由来するポリマーの熱分解生成物が観測され、アクリル樹脂とジメチルポリシロキサンが含まれていることがわかります。

■ ピーク (D+E) [PY : 550°C]



ハートカット分析 (EGA-GC/MS) 法

EGAサーモグラム中の、任意の温度画分で発生するガスを選択的に分離カラムに導入し、分離分析 (GC/MS) を行う手法です。選択的試料導入装置とマイクロジェット・クライオトラップを併用することにより、最大8つの温度画分を、自動的にGC/MS分析することが可能です。サーモグラム上のピークA~Eをそれぞれハートカットし、GC/MS分析した結果を下記に示しますが、各画分の詳細な分析が可能です。



- 高分子由来の難揮発性成分 (D、E) の同定 : F-Search (ポリマーライブラリー)

究極まで洗練されたハードウェア

固体液体を問わず様々な試料形態に対応するサンプラー

ダブルショット熱脱着・熱分解サンプラー

メンテナンス性の向上

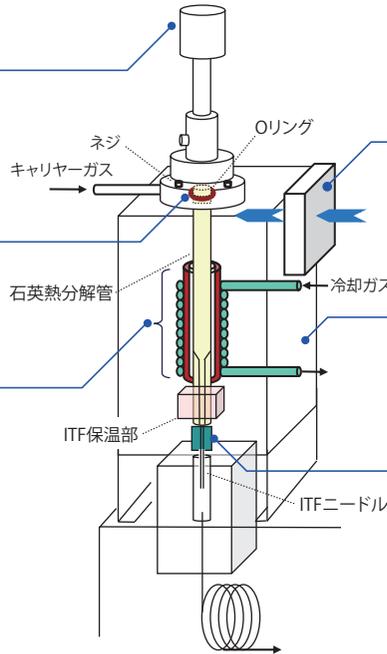
石英熱分解管上部のキャリアガスのシールは、上部Oリングへ挿入して、3つのネジを締めるのみと容易です。

新開発のセラミックヒーター加熱炉



新開発のセラミックヒーター

1050℃までの加熱温度と、高速昇温・冷却を実現するためのセラミックヒーターを開発・採用しました。これにより、最高昇温速度600℃/minと従来の機種種の10倍で、冷却速度は100℃/minと3倍の効率化が可能です。



待機中の試料温度を室温に保つ冷却ファン

加熱炉温度が600℃の場合でも、待機位置での試料温度を室温程度に保つ構造です。

高い安全性を実現する特殊断熱構造

加熱炉温度が1000℃の場合でも、外装パネルの表面温度は60℃以下に保つ構造です。

温度の谷間を最小とする蓄熱アダプター

PYとGC間の接続部に生じる温度の谷間を最小限に抑える蓄熱アダプターとセプタムキャップの組み合わせにより、炭素数100以上の高沸点成分の溶出が可能です。

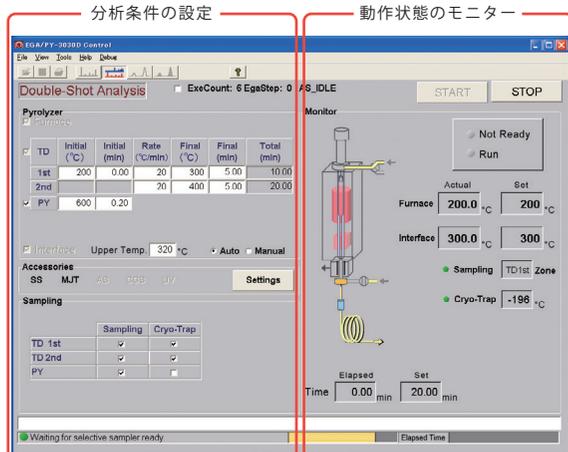


シンプルで使いやすい制御ソフトウェア

分析条件の設定と動作状況のモニター

画面左側で加熱炉の温度条件と周辺装置の設定を行います。複数の周辺装置が複雑に連動する分析も、条件の設定を簡単に行うことができます。

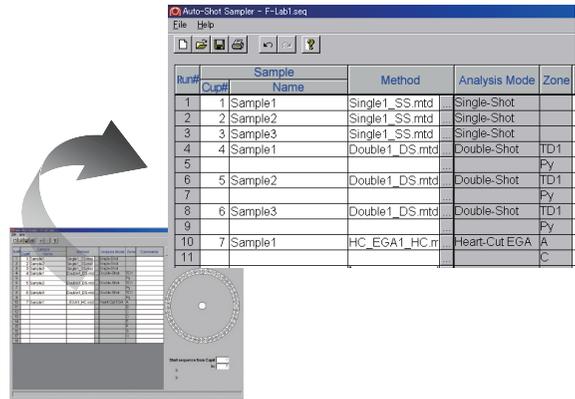
画面右側は各装置の動作状況をモニターする画面です。



シーケンステーブルによる連続自動分析

オートショット・サンプラーを用いた複数試料の連続自動分析では、異なる分析モードを交互に設定することができます。これにより、1つのシーケンスの実行で一連の測定データをまとめて測定することが可能です。

(発生ガス分析法は、分離カラムからEGAチューブへの交換が必要なため、別のシーケンスで行います。)



シーケンス作成画面

各種の周辺装置

① オートショット・サンプラー (AS-2020E)

最大48検体を自動分析して、分析の信頼性を高め、飛躍的な省力化を可能にする装置です。

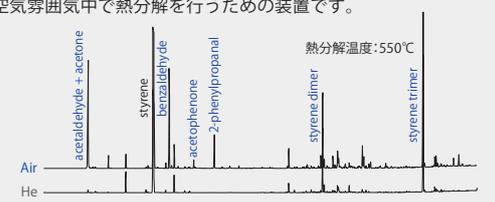


試料カップ

パイロライザーは、オートショット・サンプラーの内側に位置します

③ キャリヤーガス切換え装置 (CGS-1050Ex)

空気雰囲気中で熱分解を行うための装置です。

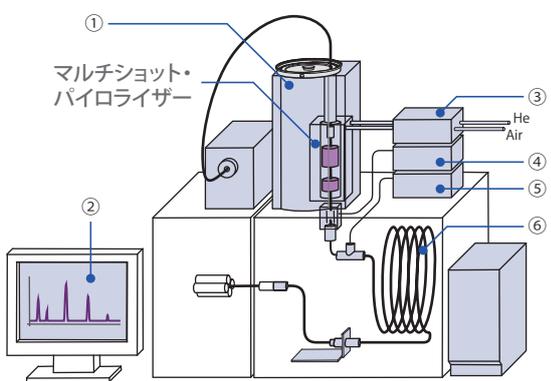


熱分解温度: 550°C

空気中とHe中で測定したポリスチレンのパイログラムの比較

④ 選択的試料導入装置 (SS-2010E)

昇温過程での任意の温度画分を、手動または自動でハートカットし、分離カラムへ導入する装置です。



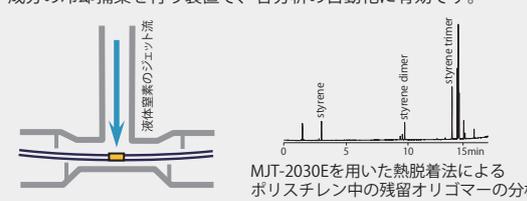
EGAサーモグラム

任意の温度画分をハートカットしてGC/MS分析

Py-GC/MSシステム
(マルチショット・パイロライザーと周辺装置)

⑤ マイクロジェット・クライオトラップ (MJT-2030E)

液体窒素ジェット流を分離カラムの入り口付近に吹付け、揮発性成分の冷却捕集を行う装置で、各分析の自動化に有効です。

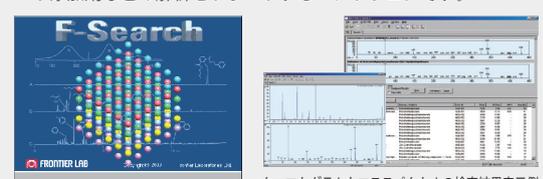


液体窒素のジェット流

MJT-2030Eを用いた熱脱着法によるポリスチレン中の残留オリゴマーの分析

② F-Searchシステム (ライブラリーと解析ソフトウェア)

発生ガス分析や熱脱着・瞬間熱分解GC/MS分析法による、ポリマーや添加剤などの解析をサポートするソフトウェアです。



クロマトグラムとマススペクトルの検索結果表示例

⑥ Ultra ALLOY® 金属キャピラリーカラム

傾斜多層膜の不活性化処理により、耐屈曲性・耐熱性・不活性と耐汚染性に優れた分離カラムです。



不活性化処理を施したステンレス管内面のSEM像

固定相液体
化学修飾膜
超高純度SiO₂層
超高純度Si層
特殊不活性化傾斜膜
ステンレス管のバレル層

各種分析法と周辺装置との組み合わせ

		各分析法で使用する周辺装置				
		① オートショット・サンプラー	② F-Searchシステム ^{※1}	③ キャリヤーガス切換え装置	④ 選択的試料導入装置	⑤ マイクロジェット・クライオトラップ
4つの分析法	発生ガス分析法 (EGA)	○	a, d	—	—	—
	シングルショット分析法	○	b, c, d	—	○	○
	ダブルショット分析法	○	b, c, d	—	○	○
	ハートカット EGA 分析法	○	b, c, d	—	◎	○
他の分析法	空気雰囲気中での各種分析法 (EGAを除く)	○	b, c	◎	○	○

◎：必須、○：分析目的により必要/使用すると便利、—：不要

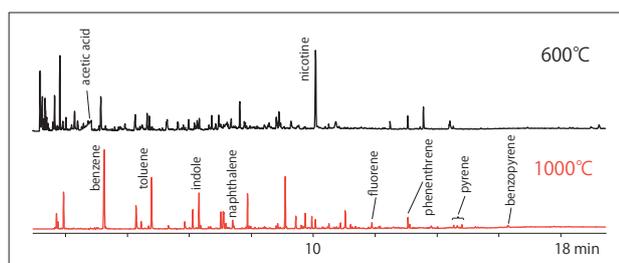
※1 推奨ライブラリー：(a) 発生ガス用ポリマー・ライブラリー、(b) パイログラム用ポリマー・ライブラリー、(c) 熱分解生成物用ライブラリー、(d) 添加剤用ライブラリー

1000℃の高温における応用分析例

He・Air雰囲気下の600℃と1000℃におけるタバコ葉のピログラム

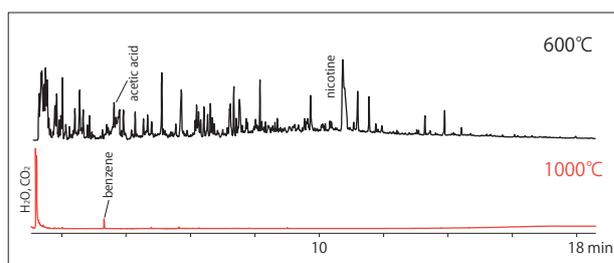
He雰囲気下

600℃のピログラムでは、酢酸やニコチンが確認されましたが、1000℃では各種の発がん性多環芳香族炭化水素が生成しています。



Air雰囲気下

600℃のピログラムでは、He雰囲気下で検出された酢酸とニコチン以外にも、多くの酸化物が顕著に観測されます。1000℃の熱分解生成物は、主に水と二酸化炭素であることがわかります。



EGA/PY-3030D 仕様

1. 性能 (MS検出器を使用)

- EGAサーモグラムの再現性 ポリスチレン (PS) のピーク頂点温度: $\leq 0.3\%$ (RSD値)
- パイログラムの再現性 PSの熱分解生成物の生成比率: $\leq 2\%$ (RSD値)

2. 加熱炉とサンプリング部

• 小型縦型加熱炉

温度制御範囲	室温 + 10 ~ 1050℃ (1℃ごと)
温度安定性	$\pm 0.1^\circ\text{C}$ 以内
昇温速度	最大 600℃/min (1℃/minごと)
冷却方式/冷却時間	窒素ガスまたは圧縮空気による強制冷却 / 10 min 以内 (800→50℃、冷却ガス圧力: 500 kPa)

• インターフェース部 (ITF)

温度制御範囲/安定性 40 ~ 450℃ (1℃ごと) / $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 以内

• サンプラー

ダブルショット・サンプラー、液体試料サンプラー

• 不活性試料カップ (最大容量)

SF (50 μL)、LF (80 μL)

3. 温度コントローラ (PC制御)

- 過熱防止温度 PY: 1100℃、ITF: 500℃

4. 標準付属品

Ultra ALLOYキャピラリーカラム、EGAキャピラリー管、試料カップ、制御ソフトウェア、性能確認用標準試料、その他

5. その他の仕様

- 所要電源 AC100-120または200-240 V、50/60 Hz (最大400W)
- 熱分解炉 76 (W) \times 143 (D) \times 215 (H) mm、1.6 kg
- 温度コントローラ 120 (W) \times 310 (D) \times 310 (H) mm、5.4 kg
- ユーザー準備品
 1. ガスクロマトグラフ: Split/Splitless注入口付き
 2. 加熱炉冷却用ガス: 窒素または空気
 3. 制御用PC: GC制御用PCを使用可 (USB接続ポート1基)

製造元

フロンティア・ラボ株式会社

〒963-8862 福島県郡山市菜根4-16-20
Tel: (024) 935-5100 Fax: (024) 935-5102
<https://www.frontier-lab.com>

GCMS-QPIは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。
Ultra ALLOYは、フロンティア・ラボ株式会社の登録商標です。

本文に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。

なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。

治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。

トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。

外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

製品情報 価格お問合せ



株式会社 島津製作所

分析計測事業部

604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1

東京支社 (官公庁担当) (03) 3219-5631 (大学担当) (03) 3219-5616 (会社担当) (03) 3219-5622	つくば支店 (官公庁・大学担当) (029) 851-8511 (会社担当) (029) 851-8515	名古屋支店 (官公庁・大学担当) (052) 565-7521 (会社担当) (052) 565-7531	広島支店 (082) 236-9652
関西支社 (06) 4797-7230	北関東支店 (官公庁・大学担当) (048) 646-0095 (会社担当) (048) 646-0081	京都支店 (官公庁・大学担当) (075) 823-1604 (会社担当) (075) 823-1603	九州支店 (官公庁・大学担当) (092) 283-3332 (会社担当) (092) 283-3334
札幌支店 (011) 700-6605	横浜支店 (官公庁・大学担当) (045) 311-4106 (会社担当) (045) 311-4615	神戸支店 (078) 331-9665	
東北支店 (022) 221-6231	静岡支店 (054) 285-0124	岡山営業所 (086) 221-2511	
郡山営業所 (024) 939-3790		四国支店 (087) 823-6623	

島津コーラルセンター ☎ 0120-131691
(操作・分析に関する相談窓口) IP電話等: (075) 813-1691