

発生ガス分析およびダブルショット分析による カーボンドット試料の解析

【背景】 カーボンドットは、炭素系ゼロ次元材料の一種で、10 nm以下の大きさと、優れた光学特性や優れた環境および生体適合性など多くの利点を持ち、医療画像技術、環境監視、センサー、触媒調製、エネルギー開発などで広く使用されている。しかし、この特性は構造組成に大きく影響される。本報では、発生ガス分析(EGA)とダブルショット分析によるカーボンドット試料の分解温度の検討および熱脱着成分と熱分解生成物の分析について報告する。

【方法】 測定には、GCの注入口にマルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)を直接接続したGC/MSシステムを使用した。EGA測定では、不活性化した短いEGAチューブ(UADTM-2.5N)を使用してGC注入口と質量分析計(検出器)を接続した。加熱炉の温度は70~800 °C(20 °C/min)でプログラム昇温した。GCオープン温度は300 °Cの恒温とした。ダブルショットPy-GC/MSでは、まず試料を350 °Cで加熱して熱脱着分析を行い、次に500 °Cで熱分解分析を行った。分離カラムにはキャピラリーカラム(DB-17)を用い、GCオープン温度は50~300 °C(10 °C/min、10分保持)でプログラム昇温した。カラム流量は1.0 mL/min(He)で、MSスキャン範囲は m/z 40 - 600とした。

【結果】 EGAで得られたカーボンドット試料のトータルイオンサーモグラムをFig.1に示すが、100 °Cから350 °Cまでと、350 °Cから500 °Cまでの2つの発生ガス過程が観測できた。また、このカーボンドット試料の分解温度が約450°Cであることを示している。EGAサーモグラムから、この試料を350 °Cまで加熱して熱脱着分析を行い、その後500 °Cで熱分解分析を行った。Fig.2より、第1段階の熱脱着工程ではノナン酸が主成分であり、第2段階の熱分解工程では2-デカノン、9-オクタデシン、9-ヘプタデカノン、2-プロピルシクロヘキサノンなどのカーボンドット試料の典型的な熱分解生成物が観察された。

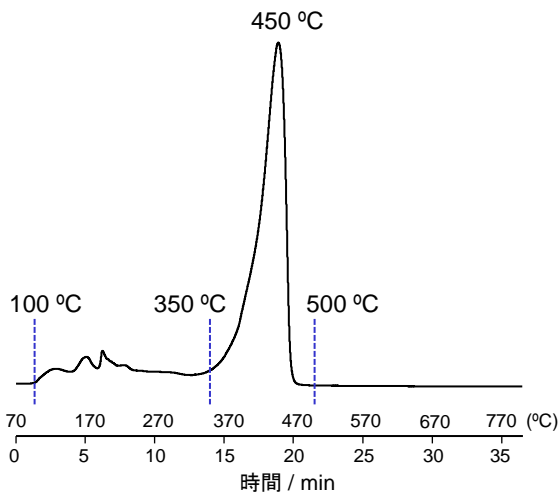


Fig. 1 カーボンドット試料のEGA サーモグラム。

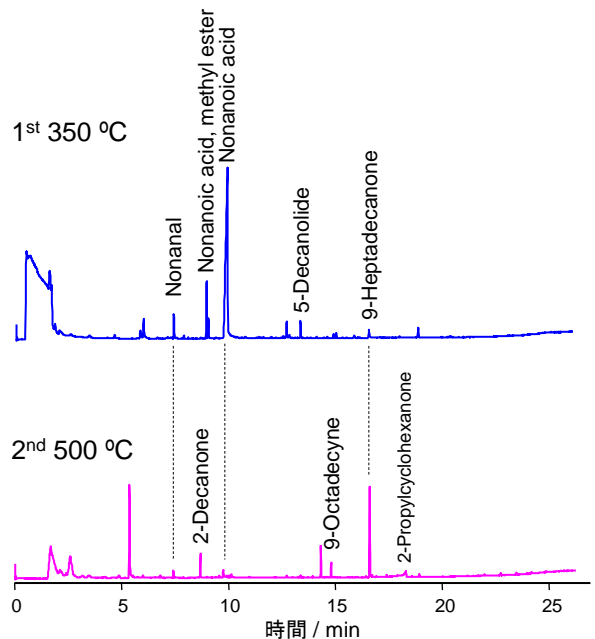


Fig. 2 ダブルショット Py-GC/MSによって得られたカーボンドット試料の全イオン電流クロマトグラム。第1段: 350 °C, 第2段: 500 °C。

* Y. Huang, Z. Huang, and L. Wang による研究報告からの抜粋。

Keywords : EGA, ダブルショット Py-GC/MS, 構造組成, カーボンドット

使用製品 : 多機能パイロライザー

応用分野 : カーボンドットの構造組成分析

関連テクニカルノート :

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