

空気雰囲気中における発生ガス分析(EGA)-MS

Part 2: 各種雰囲気ガス下で得られたポリスチレンのEGAサーモグラム

【背景】 前報(PYA3-033)では空気雰囲気中のEGA-MSにおける諸問題を解決する新流路方式を開発した。本報では、前報で示した各流路方式を用いてポリスチレン(PS)のEGA-MS測定を行い、EGAサーモグラムの形状、平均マススペクトル、S/Nを比較した。併せて、各流路方式の酸化雰囲気下の分析でMSに流入する酸素濃度を算出した。

【方法】 試料約25 mgをジクロロメタン1 mLに溶解し、この溶液を試料カップに5 µL採取して溶媒キャスト法で約0.125 mgの薄膜とした。前報の流路方式を用いて種々の雰囲気ガス下でEGA-MS測定を行い、ピーク高さ(S)、ノイズ(N)、S/Nを算出した。Sはピーク頂点温度における強度とベースラインの差、Nはベースラインが平坦な160 – 180 °Cの範囲でpeak-to-peakの信号をとった。

【結果】 使用した流路方式・雰囲気ガスとEGAサーモグラムをFig. 1 (a)~(d)に示す。ピーク頂点温度は、He中(a)では429 °Cに対して酸化雰囲気(b)~(d)では302~315 °Cで、酸化分解に伴い低温側にシフトした。平均マススペクトルは(a)でPSのオリゴマーに特徴的なイオンが検出されたのに対し、(b)~(d)でいずれもPSの熱酸化分解で生成したベンズアルデヒドに特徴的なイオンが検出された。S/Nは、(b)では12.3で(a)と比較して1/312に低下し、酸化雰囲気下の分析で従来法として用いられている(c)では350となった。新流路方式(d)ではS/N=909で(c)の2.6倍となった。MSに流入するキャリアーガス総量に対する酸素濃度は(b), (c) 20 %に対して(d) 3.3 %であった。以上より、新流路方式の空気の追加Heによる希釈は、S/Nの向上およびMSイオン源フィラメントの酸化の抑制に有効である。

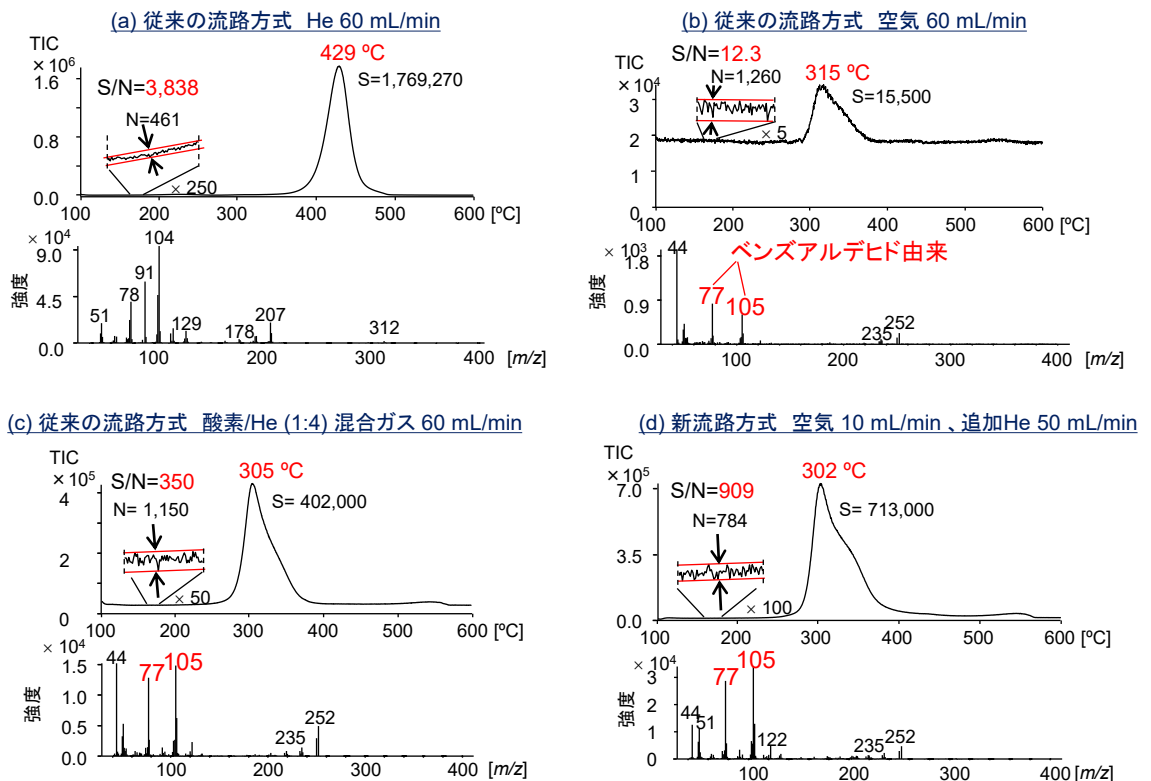


Fig. 1 2種の流路方式と各種雰囲気ガスを用いて得られたポリスチレンのEGAサーモグラム

熱分解炉温度: 100 - 600 °C (20 °C/min), EGA チューブ: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm), チューブ流量: 1 mL/min, スプリット比: 1/60, GCオープン: 300 °C, MSスキャン範囲: m/z 41 - 400, MSスキャン速度: 約1 scan/s, 試料量: 約0.125 mg.

Reference: A. Shiono et al., *J. Anal. Appl. Pyrol.*, 156 (2021) 105122

Keywords : 空気雰囲気中, 熱酸化分解, EGA-MS, 発生ガス分析

使用製品 : マルチショット・パイロライザー, オートショット・サンプラー, UADTM-2.5N, エコカップLF, ベントフリーGC/MSアダプター

応用分野 : 高分子分析全般, 劣化評価, 材料分析

関連テクニカルノート : PYA4-001, PYA4-002, PYA3-033, PYA3-035, PYA3-036, PYA3-037, PYA3-038

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