

空気雰囲気中における発生ガス分析(EGA)-MS

Part 3: 追加ヘリウム流量とS/Nの関係

【背景】 前報(PYA3-033)で空気雰囲気中の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、新流路方式における追加He流量を5 - 300 mL/minの範囲で変化させてEGA-MS測定を行い、追加He流量とS/Nの関係を検討した。

【方法】 ポリスチレン(PS)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 μ L採取して溶媒キャスト法で約0.125 mgの薄膜とした。新流路方式を用いてPSのEGA-MS測定を行い、前報(PYA3-034)と同様にピーク高さ(S)、ノイズ(N)、S/Nを算出した。EGAチューブの流量はスプリット比の調整により1 mL/minに設定した。

【結果】 追加He流量5, 50, 300 mL/minにおけるEGAサーモグラム(Fig. 1)では全てのEGAサーモグラムでほぼ同様のピーク頂点温度であったが、SおよびNは追加He流量により変化した。Fig. 2に追加He流量に対するS、N、S/Nのプロットを示す。追加He流量の増加に伴いMSイオン源でのN₂濃度が減少し、Nが低下した。Sの流量に伴う変化は空気のHeによる希釈の効果によるもので、追加He 5 - 25 mL/minの範囲ではN₂によるイオン化効率減少の効果が解消されてSが増加し、25 mL/min以降は発生ガスの追加Heによる希釈の効果が大きくなってSが減少したと考えられる。結果として、S/Nは追加He 50 mL/minで最大値を示した。

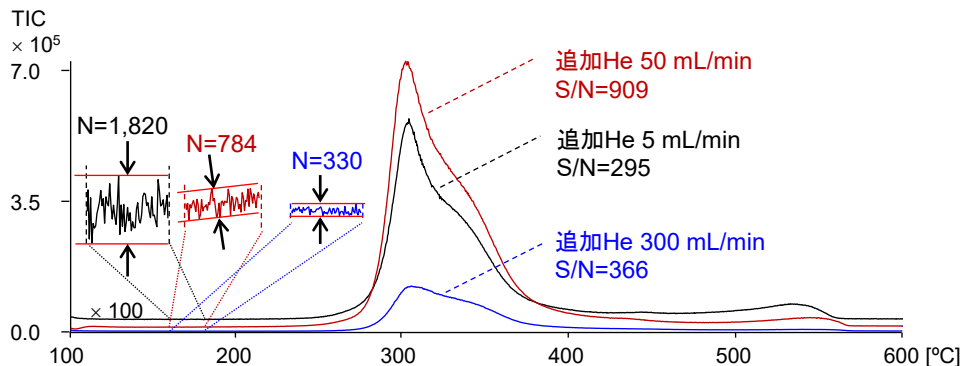


Fig. 1 追加He流量5, 50, 300 mL/minにおけるPSのEGAサーモグラム (空気流量: 10 mL/min)

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), 空気流量: 10 mL/min, 追加He流量: 5 - 300 mL/min, スプリット比: 1/15 - 1/310, チューブ流量: 1 mL/min, 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

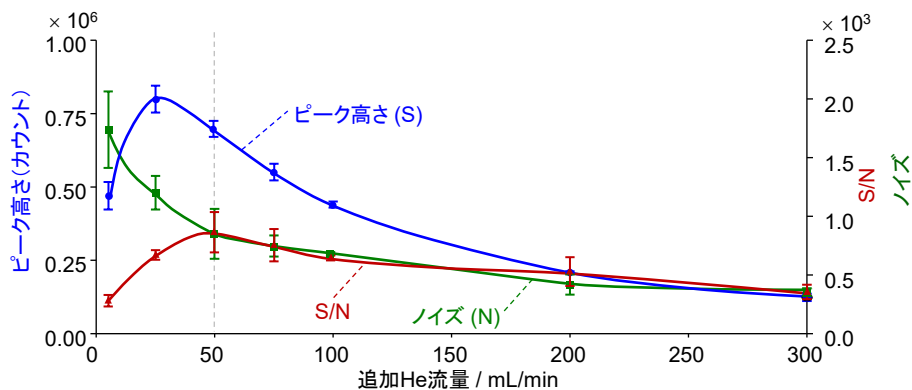


Fig. 2 追加He流量に対するピーク高さ、ノイズ、S/N (空気流量: 10 mL/min)

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 : PYA4-002, PYA3-033, PYA3-034, 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