

# 発生ガス分析(EGA)-MSにおける測定条件とピーク頂点温度の影響

## Part 1: 試料量

**【背景】** 発生ガス分析(EGA)-MSはポリマーの熱脱着・熱分解挙動および各温度領域で発生するガスの化学種について知見を得るために有効な分析法である。本報では、EGA-MSにおけるポリスチレン(PS)の試料量とEGA曲線のピーク頂点温度の関係について検討した。

**【方法】** マルチショット・パイロライザーをGC注入口に直結し、GC注入口とMS検出器の接続には不活性化金属チューブ(UADTM-2.5N)とベントフリーGC/MSアダプターを用いた。0.1 mgから5.0 mgまでのPS試料をそれぞれエコカップに秤取して加熱炉に導入し、試料のEGA-MS測定を昇温速度20 °C/minで行った。

**【結果】** 強度を正規化したEGA曲線をFig. 1に示す。いずれのEGA曲線でも、ピーク頂点温度が440 – 450 °Cの単一のピークが検出された。ピーク頂点温度を試料量に対してプロットした結果をFig. 2に示す。試料量が増加するにつれて、ピーク頂点温度が441.2 °C (試料量:0.136 mg)から446.9 °C(試料量:4.916 mg)にシフトし、試料量とピーク頂点温度の間にほぼ線形の相関が確認された。しかし、Fig. 1より、試料量が1 mgを超えると、EGA曲線の形状が歪んでいた。これは、試料量が多いほど、熱伝導の影響が増大することを示している。PSの解重合反応は吸熱反応であるが、PSは熱伝導率が低い(<0.2 W・m<sup>-1</sup>・K<sup>-1</sup>)。そのため、試料量が多くなるにつれて試料内部に熱が伝わりにくくなる。以上より、EGA-MSでピーク頂点温度に関する情報を得て熱脱着・熱分解挙動を考察するためには、できるだけ少ない試料量を採取し、かつ試料間で試料量を統一して測定することが重要である。

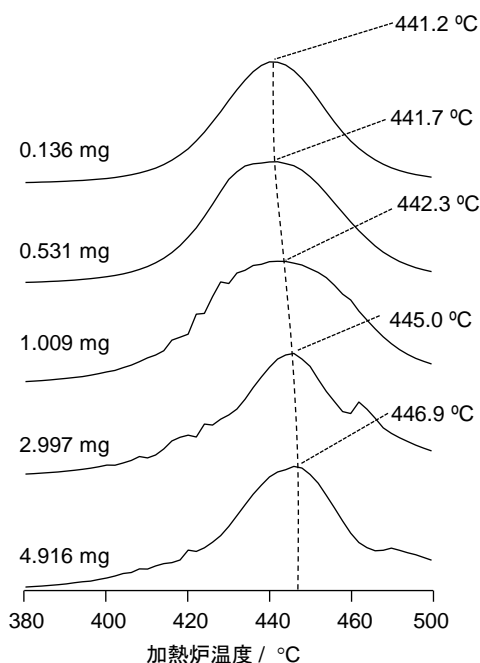


Fig. 1 種々の試料量で測定して得られたPSのEGA曲線.

加熱炉温度: 100 - 700 °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 (He), スプリット比: 1/50, GCオープン: 300 °C, MSスキャン範囲: m/z 29 - 550, MSスキャン速度: 約0.2 scan/s, 試料量: 約0.1 - 5.0 mg.

Reference: A. Shiono et al., *Polym. Test.*, 42 (2015) 54-61.

**Keywords :** EGA-MS、熱分析、熱分解挙動

**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, 材料分析

**関連テクニカルノート :** PYA3-046 (Part 2)

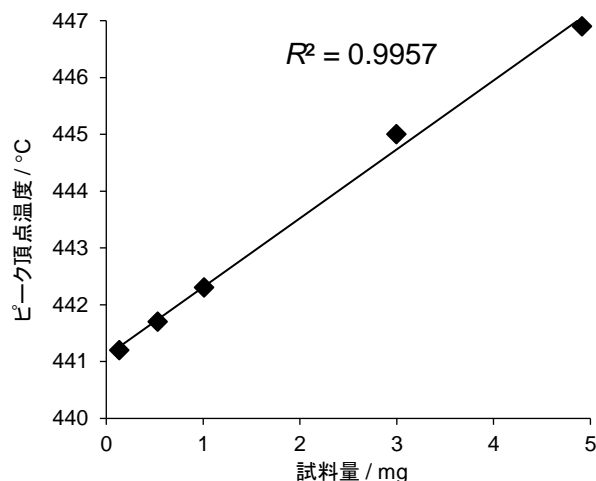


Fig. 2 PSのEGA曲線における試料量とピーク頂点温度の関係.

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