

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 2: 加熱炉の昇温速度

[背景] 前報(PYA3-045)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を検討した。本報では、加熱炉の昇温速度を変化させてPS試料についてEGA-MS測定を行い、昇温速度とピーク頂点温度の関係を検討した。

[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。PS試料0.2 mgをエコカップに秤取して加熱炉に導入し、加熱炉の昇温速度を1 - 40 °C/minの範囲で変化させて100 °Cから700 °Cまで昇温し、試料のEGA-MS測定を行った。

[結果] Fig. 1に種々の加熱炉昇温速度(1 - 40 °C/min)で測定して得られたPSのEGA曲線、Fig. 2に加熱炉昇温速度に対してピーク頂点温度をプロットした結果を示す。昇温速度が増加するにつれて、ピーク頂点温度がより高い温度領域にシフトした。このようなシフトは、ポリマーの熱分解における反応速度論と、試料内部への熱の伝わり方に起因するものと考えられる。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、試料間で昇温速度を統一するなど留意する必要がある。

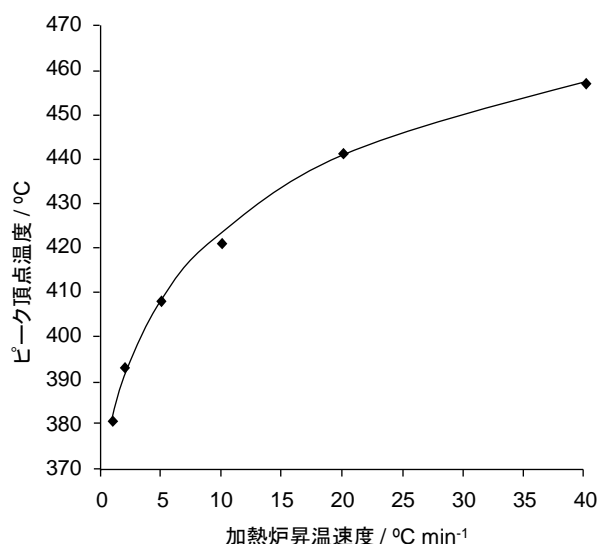
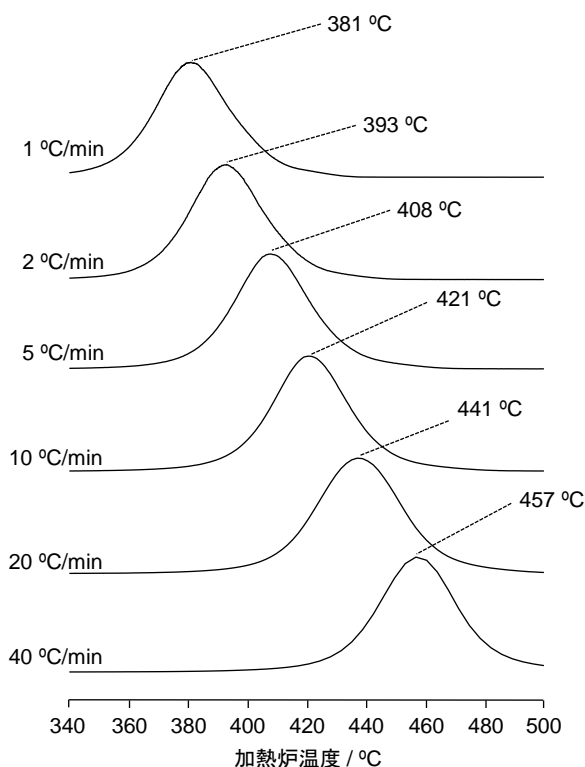


Fig. 2 PSのEGA曲線における加熱炉昇温速度とピーク頂点温度の関係

Fig. 1 異なる加熱炉昇温速度で測定して得られたPSのEGA曲線

加熱炉温度: 100 - 700 °C (昇温速度: 1 °C/min - 40 °C/minの間), EGA チューブ: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm), カラム流量: 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0.2 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 1)

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