

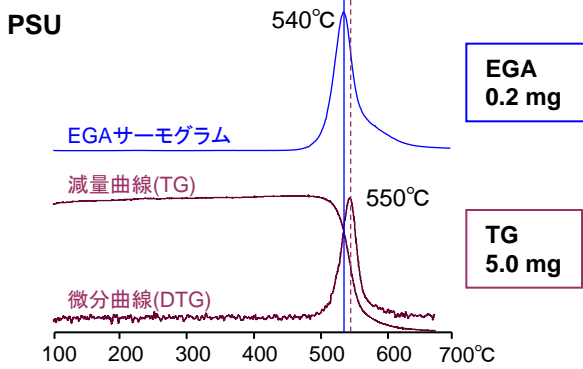
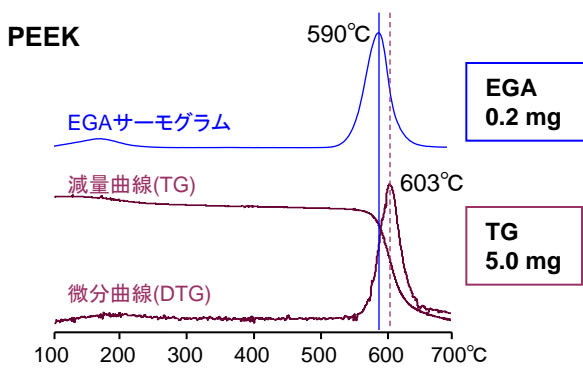
発生ガス分析(EGA)と熱重量分析(TG)の相関性の検討 - EGAとTGにおけるピーク頂点温度の相関 -

[背景] 高分子試料の熱特性を得るために従来、熱重量分析(TG)が使用されている。一方、マルチショット・パイロライザーを用いた発生ガス分析(EGA)は、高分子試料を連続的に昇温加熱して、その刻々の温度変化により発生するガスを直接検出器で測定する簡易熱分析法である。本報では、この2つの分析法の相関について検討するため、代表的なポリマー試料¹⁾の微分曲線およびEGAサーモグラムのピーク頂点を調査した。また、一部の試料についてピーク頂点温度のRSD(相対標準偏差)を調査した。

[方法] 試料を試料カップに0.2 mg採取したのち、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)を用いてEGAを行った。また、白金皿に5.0 mgの試料を開放系で採取したのち、TG装置(Rigaku ThermoPlus TG8110、島津製作所 DTG-50)を用いてTG測定を行った。

[結果] 各試料について測定を行い、EGAサーモグラムおよび微分曲線からピーク頂点を求めた。図1はポリエーテルエーテルケトン(PEEK)、ポリサルフォン(PSU)のEGAサーモグラムと、TGにより得られた減量曲線およびその微分曲線である。EGAとDTGでサーモグラムの形状が異なるのは、検出法の違いによると推測される。表1は、各試料についてEGAおよびTGにより得られたピーク頂点温度のRSDを示したものである。EGAとTGにおけるRSD値は同程度であった。図2は横軸に微分曲線におけるピーク頂点温度、縦軸にEGAサーモグラムにおけるピーク頂点温度をとってプロットしたグラフである。グラフの傾きと決定係数より、EGAとDTGのピーク頂点温度にはある程度の相関があると言える。

1) スチレン-ブタジエンゴム(SBR)、ポリエチレン(PE)、カルボキシメチルセルロース(CMC)、ポリ塩化ビニル(PVC)、ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)、ポリウレタン(PU)、メラミン-ホルムアルデヒド樹脂(MF)、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)、ポリスチレン(PS)、ポリアミノビスマレイミド(PABM)、ポリジメチルシロキサン(PDMS)、ナイロン6,6、iso-ポリプロピレン(iso-PP)、エポキシ樹脂(EP)、ポリカーボネート(PC)、ポリサルフォン(PSU)



昇温速度(EGA,TG共通): 20°C/min
EGA条件: 加熱炉温度 100-700°C, GCオープン温度 300°C,
EGA 不活性化金属チューブ, 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

図1 PEEK, PSUの減量(微分)曲線とEGAサーモグラム

表1 EGA法とTG法におけるピーク頂点温度とそのRSD[%] (n=3)

	EGA		TG	
	temp[°C]	RSD[%]	temp[°C]	RSD[%]
SBR	463	0.25	473	0.73
PE	490	0.24	488	0.35
CMC	300	0.00	301	0.19
PVC1	320	0.63	308	0.99
PVC2	463	0.25	479	0.67
PEEK	590	0.99	603	0.44

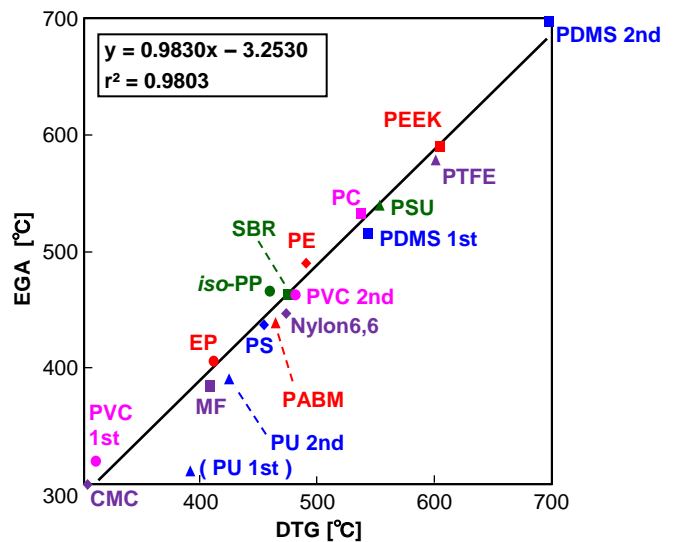


図2 EGA法とTG法におけるピーク頂点温度の相関

Keywords :EGA-MS法、熱重量分析計(TG), EGAとTGの比較

使用製品 : 多機能パイロライザー, Vent-free GC/MSアダプター, 不活性化金属キャピラリーチューブ

応用分野 : 高分子材料一般

関連テクニカルノート : PYT-007, PYT-031

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
http://www.frontier-lab.com/