

発生ガス分析(EGA-MS)と 熱重量分析(TG)で得られたサーモグラムのS/Nの比較検討

【背景】 高分子試料の特性及び熱による質量の変化を測定するために従来、熱重量(TG)測定が使用されている。一方、マルチショット・パイロライザーを用いた発生ガス(EGA)ー質量分析(MS)法は、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つの測定法で得られるサーモグラムの信号／ノイズ(S/N)について、スチレン-ブタジエンゴム(SBR)を用いて比較検討した。

【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-MS測定を行った。また、白金皿に5.0あるいは0.2 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。TGでは、測定する試料量により変曲点の温度が変化するため、最小重量で測定することが必要である。しかし天秤の測定感度限界があるため、最小量は数mgに限定されている。

【結果】 図1にSBRのEGAとTG測定で得られたサーモグラムを示す。微分曲線のピーク頂温度は、試料量0.2 mgでは467°C、5.0 mgで473°Cと、重量が増加することにより6°Cシフトした。TGはEGAと同一試料量で測定し、通常TGで使用される5.0 mgのデータも追加した。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。同一試料量の0.2 mgでは、EGAとTGのS/Nを比較するとEGAの方が約400倍高かった。これはMSでは、イオン化した電子を電気的に測定することに起因する。各種の試料を用いたTGと、EGA-MS法の相関性については、PYT-030を参照してください。

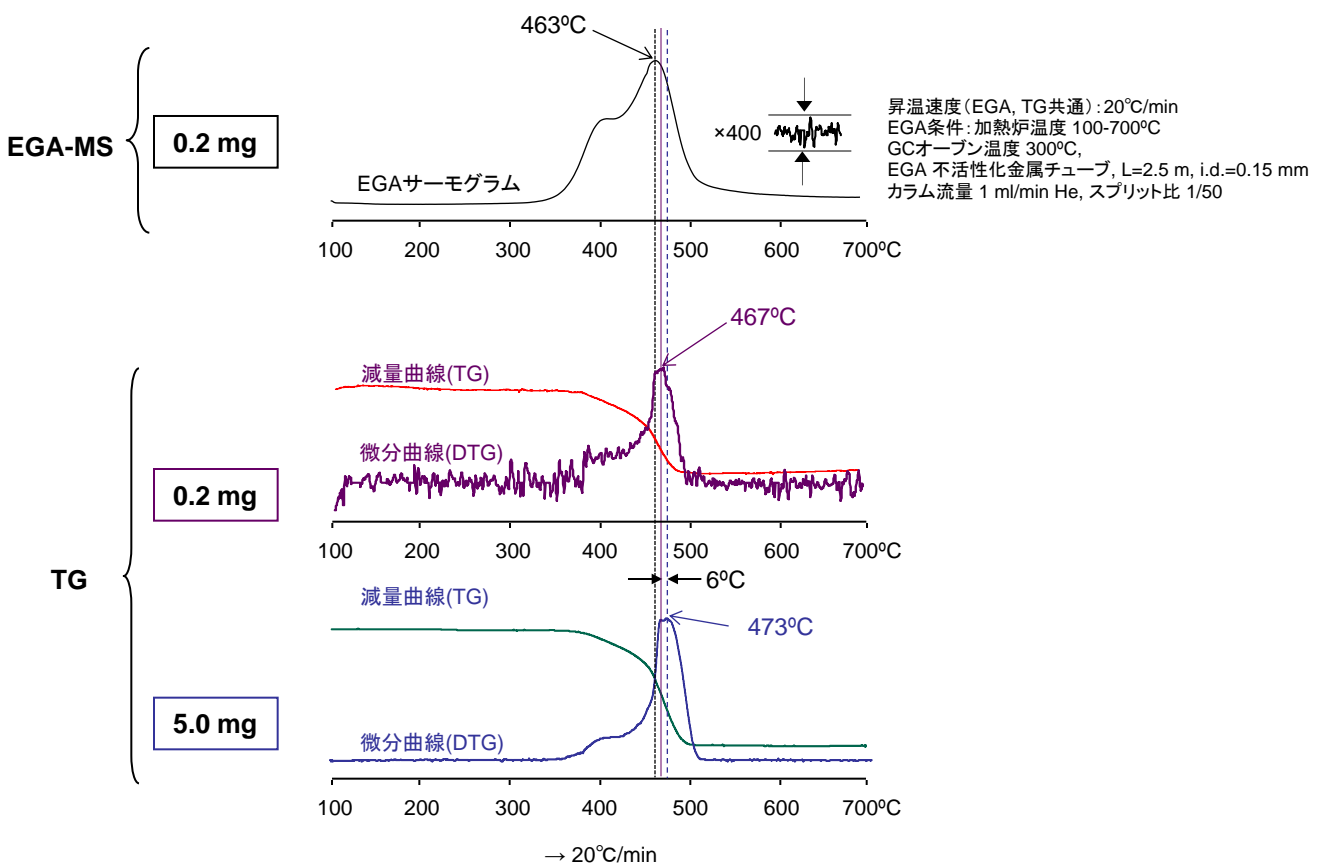


図1 SBRのEGAサーモグラムと減量(微分)曲線

Keywords : EGA-MS法、熱重量測定法、熱分析、微分曲線、試料重量

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-030

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/>