

● 熱重量測定-質量分析

TN374

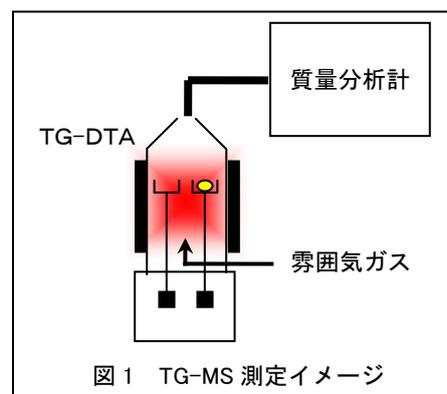
Thermogravimetry – Mass Spectrometry

[概要]

加熱時の質量変化、吸発熱に関する情報は物質の基礎物性として重要であり、示差熱-熱重量測定 (TG-DTA) で評価することが出来ます。しかし、この方法は加熱時の物理的な試料変化情報を与えるに過ぎず、化学的知見を得ることは出来ません。熱重量測定-質量分析 (TG-MS) では、TG-DTA 測定時に発生したガスを、不活性キャピラリーを通じてダイレクトに質量分析計に導入します。これにより、発生ガスの定性分析と発生温度の解析が可能となります。表1にTG-MSの特徴をまとめました。

表1 TG-MSの特徴

- ・加熱時質量変化、吸発熱情報 (TG-DTA) の情報が得られる。
- ・発生ガスをリアルタイムで質量分析できる。
- ・雰囲気、昇温速度、試料サイズの見込み幅が広い。
- ・一定温度での保持が可能。



[分析例1] 活性炭

市販活性炭のTG-MS結果を図2に示します。この結果から次の点が明らかとなりました。

- ①室温~100°C、200~950°Cで質量減少。
- ②室温~100°Cおよび約200°Cで水が発生。
- ③100~950°Cで二酸化炭素が発生。
- ④約300°Cで二酸化硫黄が発生。

①および③より、二酸化炭素は約100~950°Cの非常に広い温度域で検出されていますが、残留酸素との反応や表面官能基の脱離等、発生温度域によってそれぞれの由来が異なるものと考えられます。

この活性炭は、別途実施した元素分析の結果から数%の硫黄を含有することが分かりました。④より、TG変化だけでは明らかでなかった硫黄分の脱離に関する温度情報を得ることが出来ました。

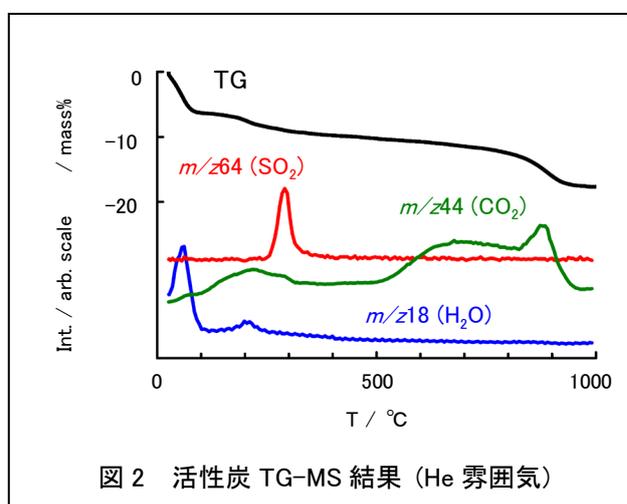


図2 活性炭TG-MS結果 (He 雰囲気)

[分析例 2] カーボンペーパー

図 3 に 2 種類のカーボンペーパーの TG-MS 測定結果を示しました。また、両試料の測定結果概要を比較し、表 2 にまとめました。

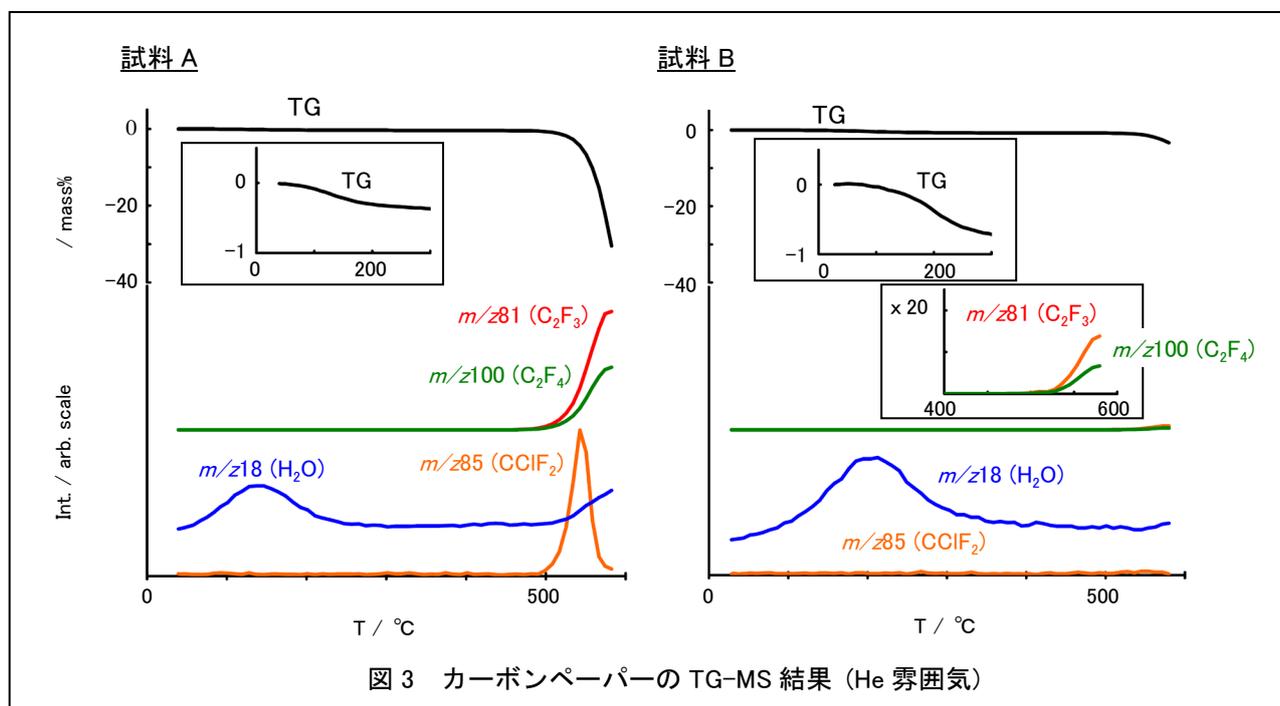


図 3 カーボンペーパーの TG-MS 結果 (He 雰囲気)

表 2 カーボンペーパー-TG-MS 分析結果

	試料 A	試料 B
①熱重量	室温～250°C 550°C付近から減少	室温～300°C 600°C付近で僅かに減少
②水	約 120°Cで検出極大	約 200°Cで検出極大
③フロロカーボン	500°C～	500°C～(A に対し検出強度 1/20 程度)
④クロロフロロカーボン	約 550°Cで検出極大	不検出

①および②より、両試料とも低温度域で水の発生が認められましたが、試料Aの方がより低温で脱水していることが分かりました。

①、③および④より、試料Aでは、約 500°Cから質量減少し、主成分としてフロロカーボンが検出されました。一方、試料Bでは減量もわずかで、検出されたフロロカーボンも試料Aの場合と比較してごく少量でした。両試料の質量減は、撥水処理剤に用いられたフッ素樹脂の熱分解に起因していると考えられます。その分解挙動を詳しく解析すると、試料Aにはフロロカーボンに加えてクロロカーボンも含まれていることが分かりました。すなわち、両試料ともに撥水処理がなされていますが、試料Aの撥水処理剤にはクロロフロロカーボン、Bの撥水処理剤には塩素化されていないフッ素樹脂が用いられたことが示唆されました。