

## ●Py-GC/MS 及び EGA-MS 法による加熱発生ガス分析

TN247

### Evolved Gas Analysis by Py-GC/MS and EGA-MS Method

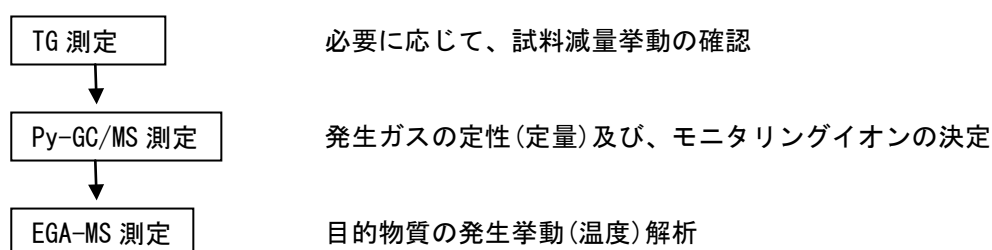
#### 【概要】

電子部材や一般工業製品からの加熱発生ガスは、使用状況により問題になることが多くあり、この問題を解決するために加熱発生ガス分析は重要です。熱分解/ガスクロマトグラフ質量分析(Py-GC/MS)と発生ガス分析(EGA-MS)の組み合わせによって、発生ガスの定性・定量と発生温度の解析が可能になります。

\*Py : Pyrolysis(熱分解) EGA : Evolved gas analysis

#### 【方法】

発生ガス分析の流れを以下に示します。



- ・ TG (Thermogravimetry) 法  
試料を任意の温度或いは昇温条件で加熱し、試料の重量変化より加熱減量挙動を分析します。
- ・ Py-GC/MS 法  
試料を任意の温度或いは昇温条件で加熱し、加熱終了までに発生したガスを GC のカラム先端にトラップします。加熱終了後試料を加熱炉から引き上げ、カラムを昇温して GC-MS 測定を開始します。この分析により、加熱過程で発生したガスの定性・定量が可能です。
- ・ EGA-MS 法  
試料を任意の温度或いは昇温条件(Py-GC/MS と同条件)で加熱し、発生ガスを直接 MS に導入します。GC カラムに不活性 SUS カラムを用いることで、発生ガスがリアルタイムで MS に導入され、検出されます。適切な質量数のイオンをモニタリングすることにより、発生ガス成分の発生温度が解析できます。加熱可能な温度範囲は 50℃~800℃、試料は 4mmΦ\*8mm のカップに入るものであれば形状を問わず、少量の試料で測定できます。

#### 【事例】 ポリ酢酸ビニルの分解挙動解析

- ・ TG 法  
300~400℃と 400℃~500℃の範囲で、2段階の減量が確認されました。(図 1)
- ・ Py-GC/MS 法  
ポリマーの熱分解によって、側鎖が脱離によって生じる酢酸と、主鎖の分解→環化によって生じる芳香族化合物の検出が確認されました。(図 2)
- ・ EGA-MS 法  
EGA 曲線は 2 つのピークとして得られ、TG 測定の微分曲線とよく一致しています。また、酢酸と芳香族化合物に特徴的なイオンを抽出すると、低温側(300~400℃)で酢酸が発生し、芳香族化合物は主に高温側(400~500℃)で発生していることがわかります。(図 3)  
この結果より、ポリ酢酸ビニルの分解は 320℃付近から側鎖の酢酸が脱離し、主鎖の分解は主に 450℃付近で起こることがわかります。

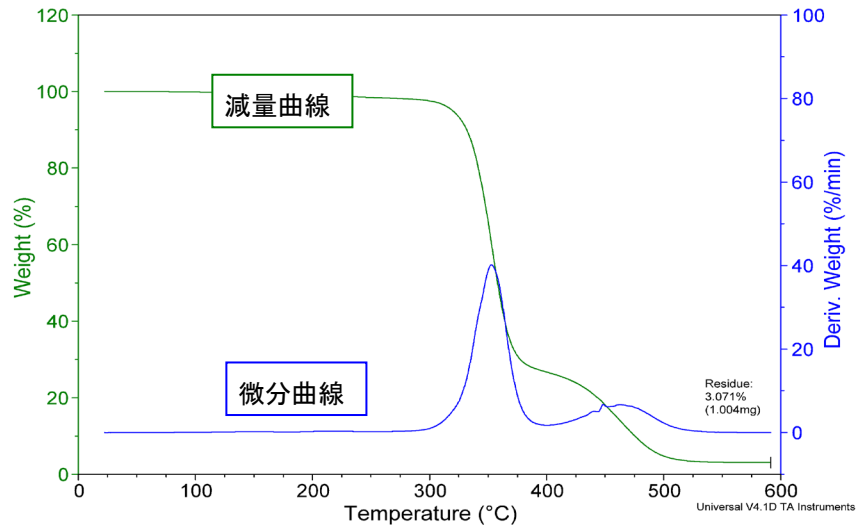


図1 TG測定結果

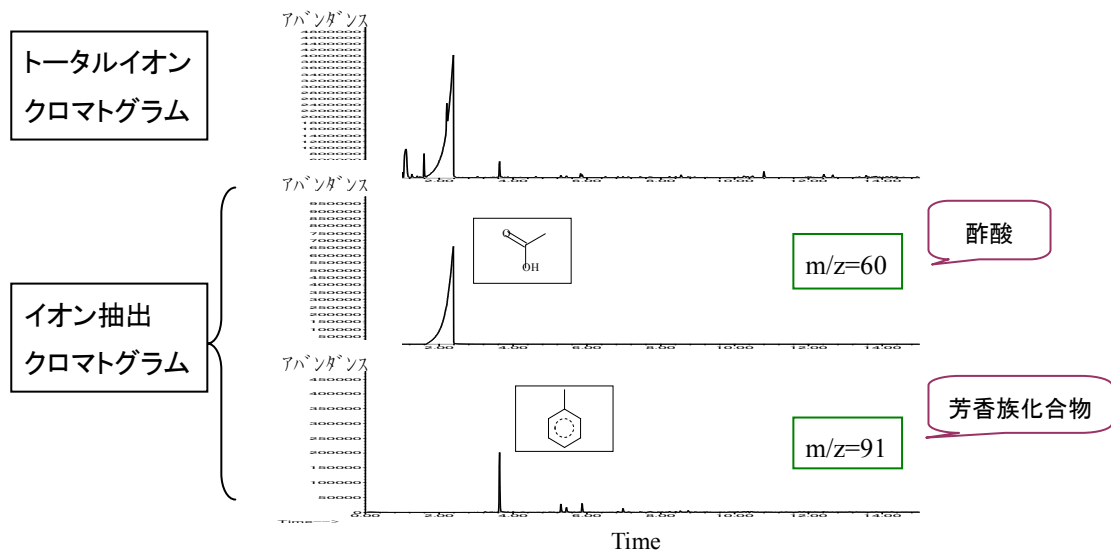


図2 Py-GC/MS測定結果

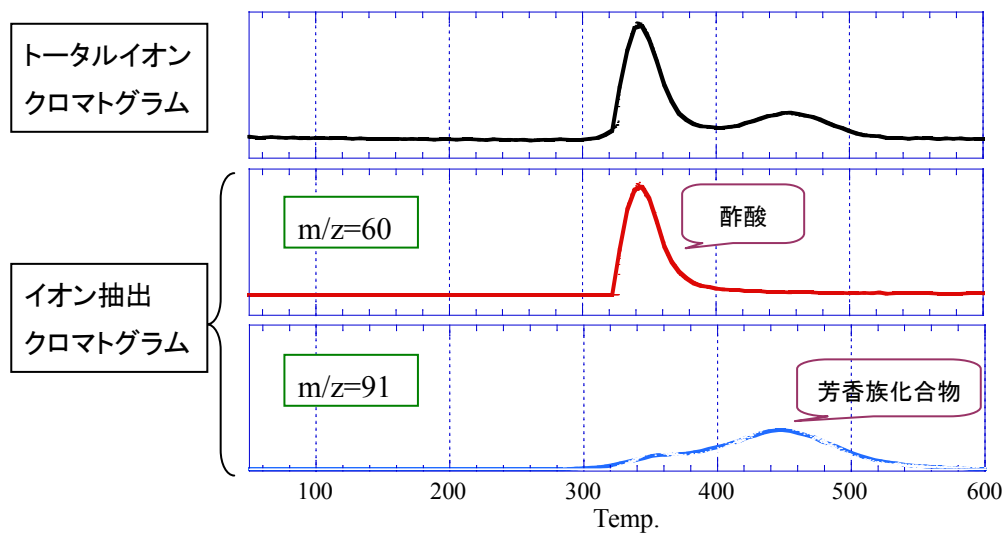


図3 EGA-MS測定結果