

昇温脱離ガス分析装置(TDS)による材料中水分の定量

1. 概要

加熱放出ガス分析(TDS)では、高真空中で試料を加熱し放出されるガス成分を四重極質量分析計(Q-mass)で測定します。標準試料に $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 1\text{H}_2\text{O}$ などの水和物を用いることで材料中の水分の発生温度、発生量を知ることができます。

2. 装置仕様等

自社製高真空中加熱放出ガス分析装置

加熱温度：室温～1500℃

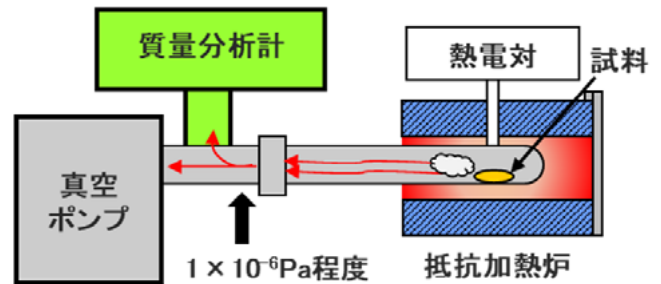
質量範囲：1～200

昇温速度：100℃/hr～600℃/hr

定量下限：水分 $3 \times 10^{-9}\text{L}$

試料形状：約20×12×30mm以内、
またはφ22×30mm以内

*** 粉末試料も測定可能**



3. 測定事例 -TDSによる鉄酸化物試料中の水分(m/z18)測定結果-

試料中水分量の定量の一例として鉄酸化物試料をTDS測定し、同じく水分量の測定ができるカールフィッシャー法と比較した結果を示します。

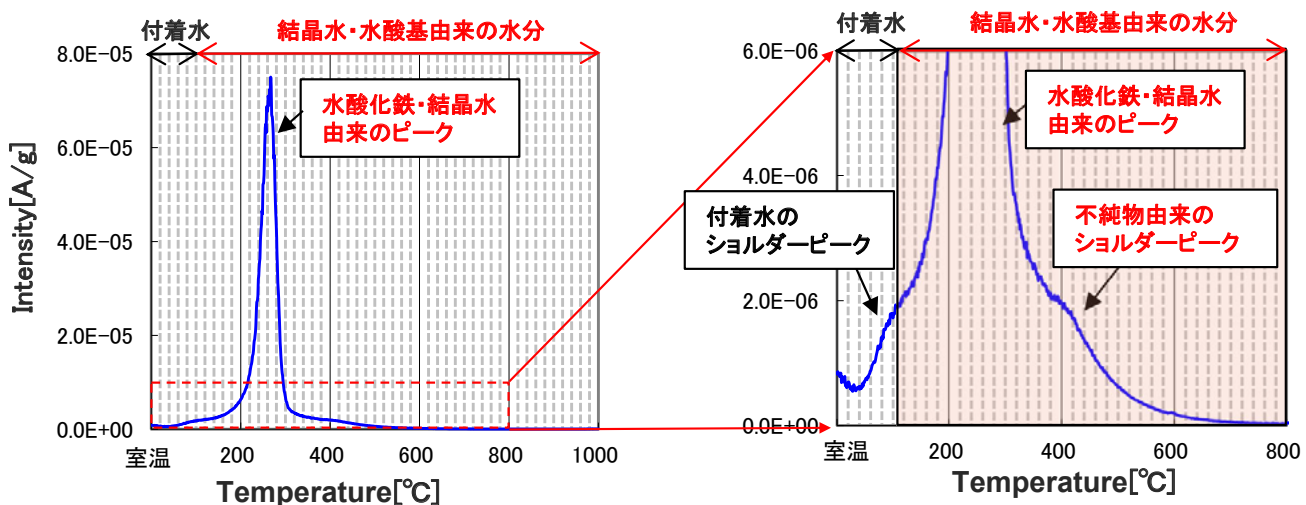


図1 TDS法による鉄酸化物の水分(m/z18)測定結果

表1 TDS法とカールフィッシャー法による水分量の定量比較(※)

水分量(TDS測定)	水分量(カールフィッシャー法)
7.96%	7.96%

(※)105℃以上の結晶水や水酸基由来の水分、105℃以下の付着水は真空排気により低値となる。

4. まとめ

- ・TDS測定において由来の異なる水分のピークが複数確認されました。
- ・水酸化鉄・結晶水由来の水分発生量は270℃付近で最大となることがわかりました。
- ・本法は105℃以上の水分総量だけでなく、水分の由来物を推定することができました。