

SMT
業務
紹介

示差熱天秤・質量分析法 (TG-DTA/PIMS)による分析の紹介

はじめに

示差熱天秤-質量分析装置(TG-DTA/PIMS: Thermo Gravimetric Differential Thermal Analysis Photo Ionization Mass Spectrometer)は、熱天秤と質量分析装置が連結された装置です。試料加熱に伴う重量変化(TG)と示差熱(DTA)の測定、及び発生したガス成分の質量分析(MS)を同時に行うことができます。無機材料・半導体材料の吸着水、吸着有機化合物(汚染物質)等の脱離測定や、プラスチック・樹脂等の有機材料からの揮発成分、熱分解発生ガス分析などに幅広く適用しています。

本装置の特徴 -EI法とPI法について

本装置(写真1)の仕様を表1に示します。測定温度は室温から1000°Cまで、試験雰囲気はHeまたは混合ガス(4%H₂-He、20%O₂-He)、測定質量範囲は1~410までとなっています。

本装置の最も特徴的なことは、発生したガスのイオン化法として従来の電子イオン化法(Electron Ionization; EI法)に加えて、光イオン化法(Photo Ionization; PI法)を備えていることです。EI法は、発生したガス成分に電子を衝突させてイオン化します(イオン化エネルギー:70eV)が、その際、分子の開裂も同時に起こり(これをフラグメンテーションと呼びます)、フラグメントイオンと呼ばれる細かい破片が生成されます。フラグメンテーションは一定の規則に従って生じますので、得られたフラグメントイオンから発生ガス

成分の分子構造を推定することが可能です。従って、EI法は高い定性能力を有しています。一方、PI法では、10.2eVという比較的エネルギーの低い光を照射し、発生ガスのイオン化を穏やかに行うため、フラグメントイオンの生成が抑えられ、分子イオン(分子量)を顕著に検出することが可能です。EI法に比べて定性能力では劣りますが、実際に生成した物質の情報を直接検出しますので、試料の熱分解挙動をEI法とは異なる観点で、明らかにすることができます。



写真1 リガク製「ThermoMassPhoto」TG-DTA/MS

表1 本装置の仕様

測定温度範囲:	室温~1000°C
試験雰囲気:	He、4%H ₂ -He、20%O ₂ -He
イオン化モード:	EI、PI
測定質量範囲:	1~410

分析事例

応用例として、図1にポリスチレンの熱分析結果を紹介します。ポリスチレンは分子量(Mw)104のスチレンモノマーが重合した高分子化合物です。EI法では、高分子の構成モノマーであるスチレンのフラグメンテーションが誘起され、質量数m/z 51, 78, 104など多数のピークが検出されました。これに対して、PI法では、フラグメンテーションは抑制され、質量数m/z 104, 208の二つの分子イオンピークが顕著に認められました。このことから、ポリスチレンの熱分解生成物には、スチレン単量体(m/z 104)だけでなく、二量体(m/z 208)が存在することが明確になりました。

おわりに

弊社では、発生ガスの定性分析を主目的とする場合にはEI法を、既知物質の熱分解に伴う生成物の分子量調査、構造推定を主目的とする場合にはPI法を選択することをご提案しています。関心をお持ちいただけましたら、お気軽にお問い合わせください。

問い合わせ先

研究支援事業部 分析技術室
三藤 尚志

E-mail: mitoh-tks@smt-co.com

TEL: 06-6489-5753 FAX: 06-6489-5958

http://www.smt-inc.co.jp/research_support/bunseki.html

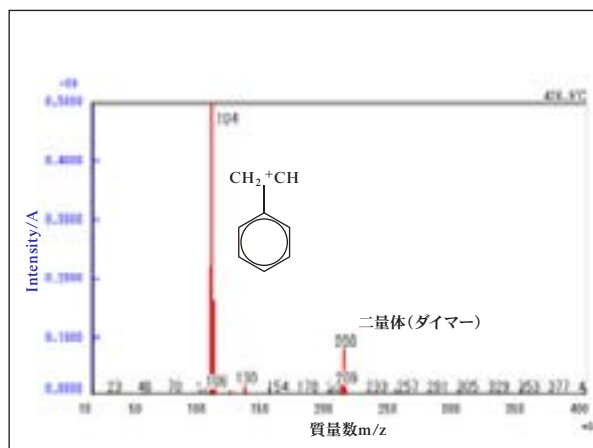
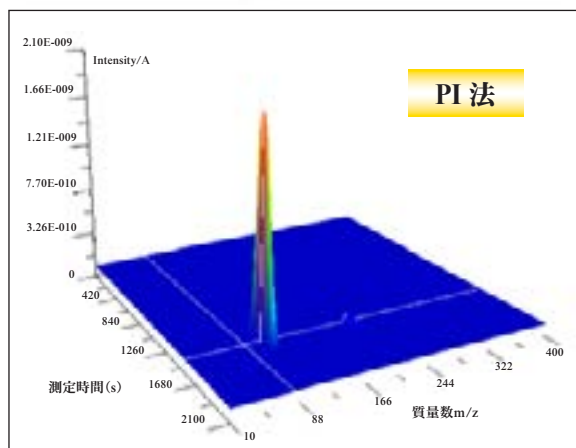
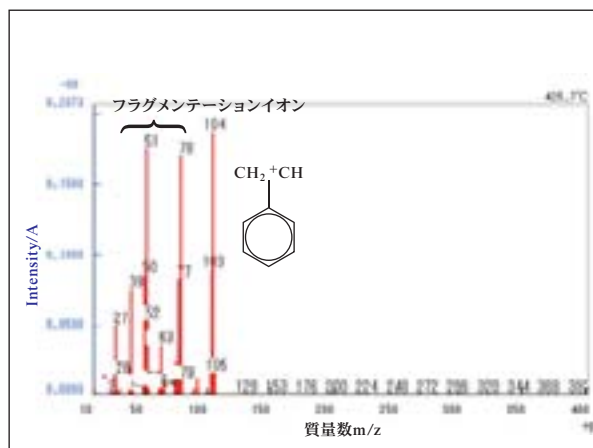
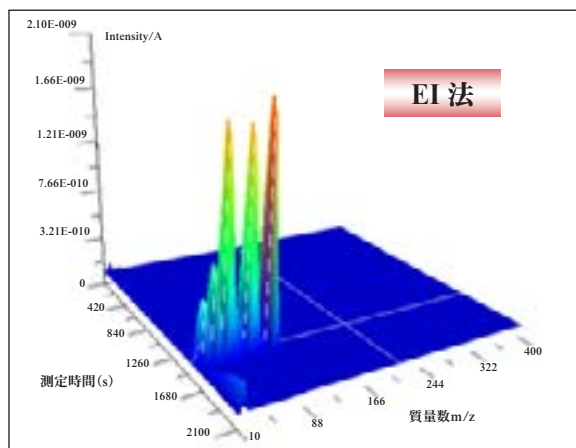


図1 ポリスチレンの熱分析結果(上:EI法、下:PI法)