

Thermo Mass Photo 用 試料自動交換機スマートローダーと ポリマー定性・定量解析支援ソフトウェア Discrim-Mass —TG-MS システムのハイスループット化の実現へ—



1. はじめに

光イオン化法とスキマー型インターフェイスを備えた示差熱天秤-光イオン化質量分析同時測定装置 Thermo Mass Photo⁽¹⁾⁽²⁾は、試料を加熱した際の重量変化(TG)と吸熱・発熱変化(DTA)を検出すると同時に、発生ガスを質量分析(MS)できる複合分析装置 TG-DTA-MS です。Thermo Mass Photo では1回の測定で多くの有益な情報を得られるため、これまで多くのユーザーより測定を自動化し、得られた膨大なデータを迅速に解析したいという要望がありました。

このような要望に応えるべく、株式会社リガクでは2012年9月に Thermo Mass Photo 用試料自動交換機スマートローダーとポリマー定性・定量解析支援ソフトウェア、Discrim-Mass を同時発表しました。この2つの製品は、ユーザーの Thermo Mass Photo での測定・解析に費やす労力を軽減し、ハイスループットの実現に貢献します。以下にその特長について紹介します。

2. 試料自動交換機スマートローダー

2.1. 試料のセッティング

スマートローダーは Thermo Mass Photo に付加できるコンパクトなオートサンプルチェンジャーです。図1に示したように最大24個の測定試料がセットでき、リファレンス試料も3個セットできます。従来の Thermo Mass Photo の試料容器がそのまま使用できま

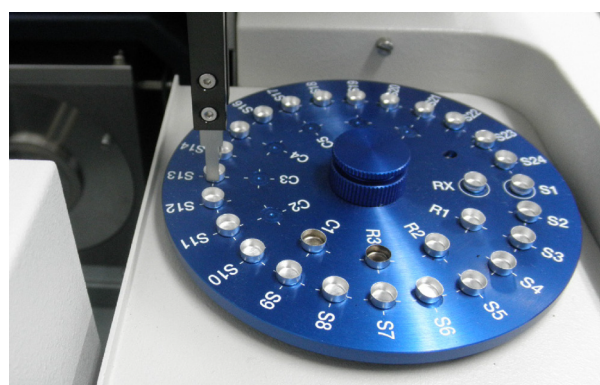


図1. 試料トレー。測定試料24個、リファレンス試料3個セット可能。

す。試料のキャッチセンサーや位置センサー、加熱炉カバー開閉センサーを搭載し、確実なオペレーションを実現しています。

2.2. 設定画面

測定条件は単一のウィンドウで設定でき、シンプルでスピーディな操作を実現しました。測定試料毎に温度プログラム、試料交換温度やMS測定条件などの設定が可能です。また連続測定だけでなく、単独測定や割り込み測定にも対応しており、さらに同一サンプルの再昇温(2nd heating)、測定毎のリファレンス試料交換も可能で、ユーザーの様々な要求に応えられる仕様になっています。

3. Discrim-Mass

Discrim-Mass は Thermo Mass Photo で測定されたデータの解析、特に光イオン化 (PI) 法で測定したポリマー熱分解データの定性・定量解析を支援するソフトウェアです。ウィザード形式によるデータ解析が可能で、目的に応じた一連のデータ前処理・解析操作の簡略化を図ることができます。加えてデータ表示及び管理のアプリケーションを付属しています。

3.1. マススペクトルマッチング機能

Discrim-Mass のマススペクトルマッチング機能では、改重回帰分析 (DCR) アルゴリズムを用いて、複数成分が混在した試料を加熱した際に発生するガスのマススペクトルをライブラリデータとマッチングさせることで、混在成分の判別とその組成比の評価を行うことができます (図2)。

PI 法にて測定した 100 種類以上のポリマー熱分解成分のマススペクトルをライブラリに標準装備しており、複合材料であるコポリマーやポリマーブレンド品などの評価に利用できます。さらにユーザー独自のデータをライブラリに追加可能であり、標準装備されていないポリマーについてデータを追加できる他、ポリマー以外の材料分析へも適応可能です。

3.2. 熱物性データとのクロスチェック機能

上記のマススペクトルマッチング機能は、熱物性データの比較解析と連動しています。ユーザーはマススペクトルパターンによるマッチング結果を熱物性データとクロスチェックすることができ、判定精度を高めることが可能です。

3.3. 残差解析機能

Discrim-Mass には他社製品との相違、熱・光劣化などによる微小なスペクトル変化を捉えるための残差解析機能を標準搭載しています。ポリマー製品の主成分を同定した後に微小ピークを抽出することで、製品間

の添加剤の違いや微量成分の相違、比較分析などを行うことができます。

3.4. 解析事例

Thermo Mass Photo にて結束バンドの加熱発生ガス分析を行い、Discrim-Mass を使って解析を進めた例を図3に紹介します。

Discrim-Mass のウィザードに従い、スペクトルマッチングを行うと、結束バンドがナイロン66であることが容易にわかります。さらに残差解析により、一部のイオンがライブラリ中のナイロン66とは異なっており、添加剤が導入されている可能性が考えられます。

参考文献

- (1) T. Arai: *J. Mass Spectrom. Soc. Jpn.*, **51** (2003), 235-241.
- (2) 有井 忠: リガクジャーナル, **39** (2008), No. 1, 17-25.

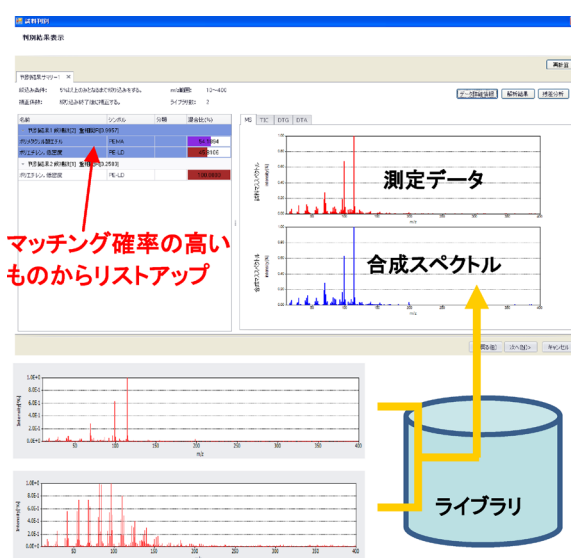


図2. スペクトルマッチング機能。

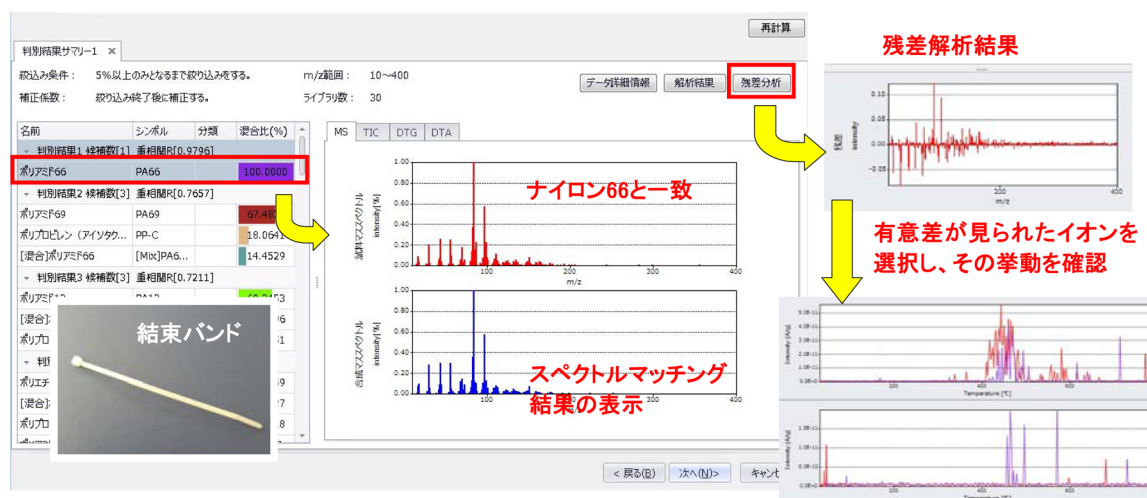


図3. 結束バンドについての Discrim-Mass 解析手順とその結果。