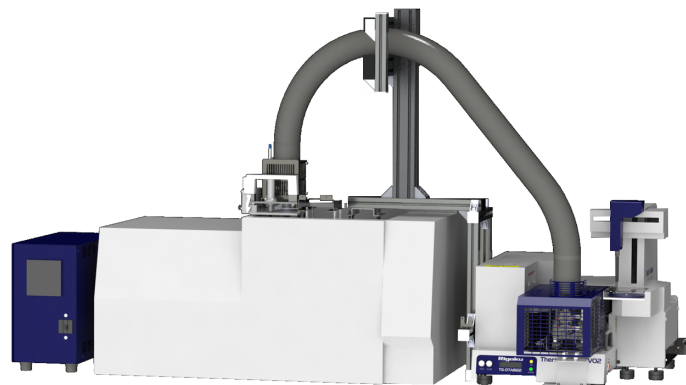


示差熱天秤–ガスクロマトグラフィ質量分析 同時測定システム TG-DTA/GC-MS



1. はじめに

熱重量分析–質量分析同時測定 (TG-MS) は、試料を加熱した際の重量変化を検出すると同時に、発生ガスを分析できる複合分析で、熱分析だけでは判断が困難な化学反応に関する情報が得られるため、近年注目を集めている分析手法の一つです。

弊社では20年以上前からTG-DTAと各社のGC-MSをキャピラリー型インターフェースで接続し、重量変化と発生ガスの情報を同時に分析できるシステムを累計200台以上提供してきた実績があります。今回、システムをリニューアルし、測定および解析機能の充実を図りました。

2. 特長

2.1. キャピラリー型インターフェース

内面不活性化処理されたキャピラリーチューブを350°Cまで加熱できるようになりました。またTG-DTAとの接続部分については追加でヒーターが導入されており、コールドスポットを可能な限りなくした設計となっています。

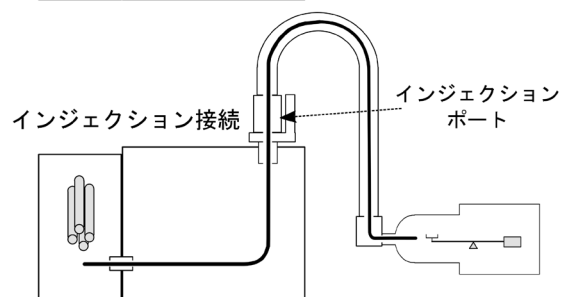
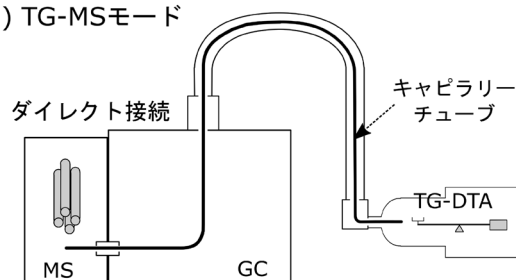
2.2. 2つの測定モード

弊社ではダイレクト接続とインジェクション接続の2種類のインターフェースを用意しています。図1に示したようにダイレクト接続はTG-MSモード専用、インジェクション接続はTG-MSとTG-GCMSの2種類の測定モードが選択できます。

TG-MSモードは発生ガスのリアルタイム分析を行う手法で、TG-DTAにて試料を加熱した際に発生したガスをそのまま直接、MSに導入して検出します。一方、TG-GCMSモードは、TG-DTAから発生したガス

を液体窒素で一旦冷却トラップします。その後トラップを外し、再加熱して発生したガス成分をキャピラリーカラムにて分離して各々のガスのマススペクトル

(a) TG-MSモード



(b) TG-GCMSモード

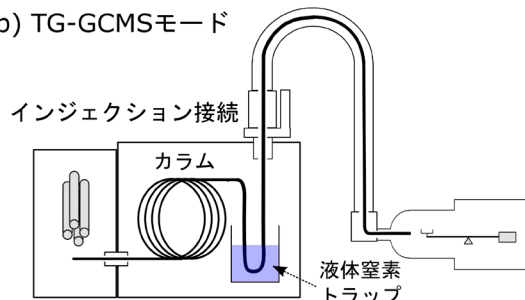


図1. (a) TG-MSモード、(b) TG-GCMSモード。

を検出します。この測定ではガスを捕集してしまうため、リアルタイムの分析は行えませんが、カラムを使うことで多成分のガスの詳細な定性分析が可能です。

2.3. 3次元表示・解析ソフトウェア

TG-DTAおよびMSの測定によって得られるマトリックスデータを3次元表示し、そこからマススペクトル等の2次元データを抽出できる直感的なデータ解析を実現しました。このソフトウェアは従来、一体型のTG-MSであるThermo Mass Photoのみの対応でしたが、TG-DTAとGC-MSデータをソフトウェア内で結合する機能を新たに追加することで、本システムでも使用できるようになりました。

TGおよびDTAのデータとMSデータを多重表示でき、またNIST-MSライブラリ検索ソフトウェア（オプション）と直接リンクして定性分析することも可能です。

2.4. オートサンプルチェンジャー

TG-DTAにオートサンプルチェンジャーを取り付けることで、TG-MS測定モードにおける無人での多試料の連続測定が可能となります。

3. 測定例

ポリアミック酸からポリイミドへの硬化挙動および

ポリイミドの分解過程を調べるために本システム（ダイレクト接続、TG-MSモード）を用いてポリアミック酸のTG-DTA/GC-MS測定を行いました。その結果を図2に示します。GC-MSのイオン化法は電子イオン化（EI）を使用しました。150℃からTGでは37%の減量が見られますが、GC-MSの結果から溶媒である2-メチルピロリドン（NMP）と脱水縮合によるイミド化に由来するH₂Oの発生が確認されます。また550℃からの26%の減量ではポリイミドが分解して発生したフェノール、アニリン、ベンズニトリル、ジベンゾフラン、フタルアニルが検出されました。このようにTGのみでは減量の温度、変化率の情報ですが、MSを加えることで反応の詳細が明らかになります。

4. おわりに

本システムは従来のシステムから測定および解析プロセスが大幅に改善されたため、今まで分析が困難であった高沸点ガスが発生する試料や複雑な分解挙動を示す試料についても対応できるようになり、またユーザーフレンドリーなデータ解析を実現しています。ポリマー、医薬品、無機化合物など様々な材料の分析にご利用いただけます。

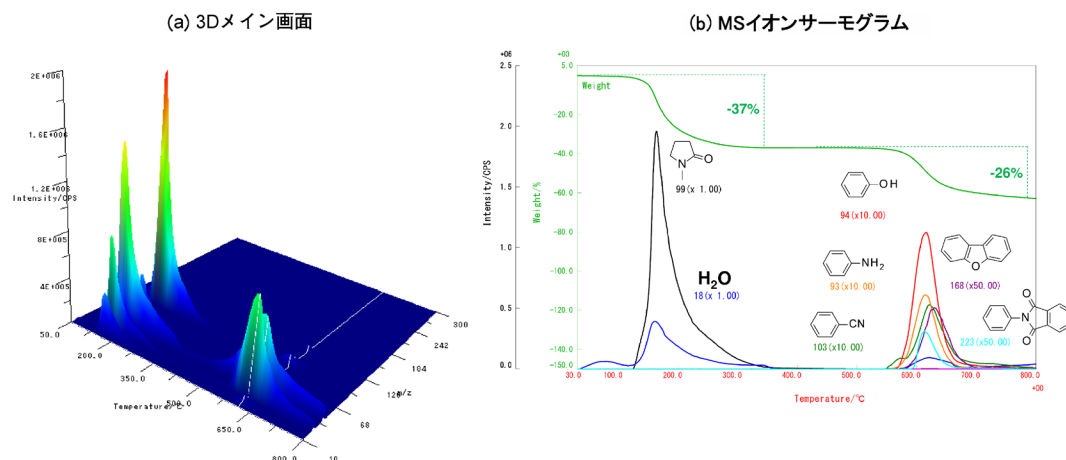


図2. ポリアミック酸のTG-DTA/GC-MS測定。
(a) 3Dメイン画面, (b) MSイオンサーモグラム。

表1. 仕様。

示差熱天秤部		Thermo plus EVO2 TG-DTA	
炉体, 温度範囲, 昇温速度		選択したTG-DTAに準ずる	
		ダイレクト接続	インジェクション接続
インターフェース	方式	キャピラリー型	
	測定モード	TG-MS	TG-MS, TG-GCMS
	トランスファーチューブ	内面不活性化処理キャピラリーチューブ	
	トランスファーチューブ温度	350℃	
	トラップ温度	—	−196℃（手動での液体窒素冷却）
	ダイレクトモードの感度	◎	○