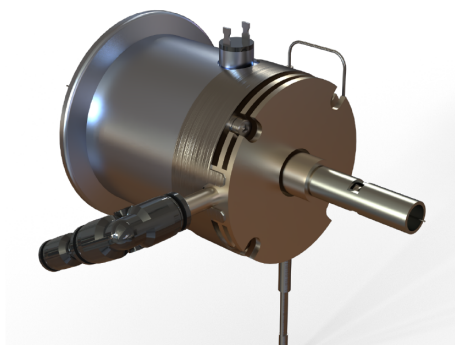


Thermo Mass Photo

キャピラリーインターフェースの製品紹介

—コールドポイントを無くした新型インターフェースで
高沸点ガスの検出を実現—



1. はじめに

熱分析は試料の物理的または化学的な熱変化をマクロに把握する手法として幅広い分野で用いられています。しかし、具体的にどのようなことが起きているのかといったミクロな情報を得るためには、他の手法と組み合わせた複合測定を行うことが必要となります。この複合分析の一手法が、示差熱天秤(TG-DTA)と質量分析法(MS)を組み合わせた示差熱天秤-質量分析(TG-DTA-MS)法で、リガクではTG-DTA-MS法の装置としてスキマーインターフェースを保有するThermo Mass Photo(示差熱天秤-光イオン化質量分析測定装置)を販売しております。

TG-DTA-MSは、TG-DTAの試料部より発生する気体をMSに精度良く導入するために、気体輸送のためのインターフェースが必要となります。

代表的なインターフェースとして、キャピラリー型とスキマー型の二種類のインターフェースがあります。従来のキャピラリー型は両装置間を1~2mの長さの細管(キャピラリー)で接続し、一定の温度で加熱する方式です。この方式は、キャピラリーと両装置間との接続部の温度を均一に加熱する必要がありますが、経路に長い上、接続部が複雑になるためコールドポイントが発生し、高沸点ガスが滞留しやすくなります。一方スキマー型は、ジェットセパレーター原理に基づく差動排気部を熱分析装置の電気炉内部に組み込んだ方式です。この方式は、大気圧の試料部から発生したガスをおよそ160mmという短い距離で真空雰囲

気にあるMSチャンバーに導入する事が可能な構造なのですが、MS側の接続部は加熱が難しい構造な為、経路は短いですがキャピラリー方式と同じようにコールドポイントが存在してしまいます。

今回、リガクではThermo Mass Photoの新しいインターフェースとして、コールドポイントが無いキャピラリーインターフェースの開発に成功し、高沸点のガスの検出が今まで以上に幅広くなりました。

2. 特長

2.1. 高沸点ガスの検出が可能な構造

コイル状にしたキャピラリーチューブを、ヒーターブロックに内包させることでコンパクトかつ効率的な加熱が可能なインターフェースを開発しました。設定

なぜ高沸点ガスの検出が可能か？

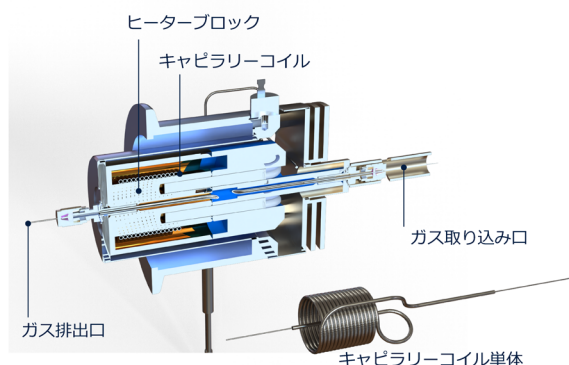


図1. キャピラリーインターフェース断面図。

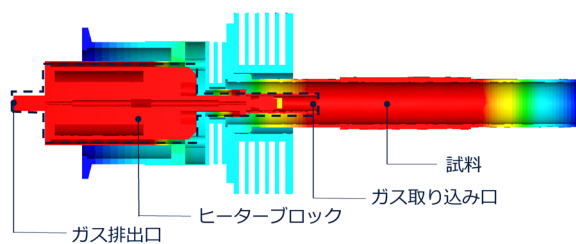


図2. シミュレーション図.

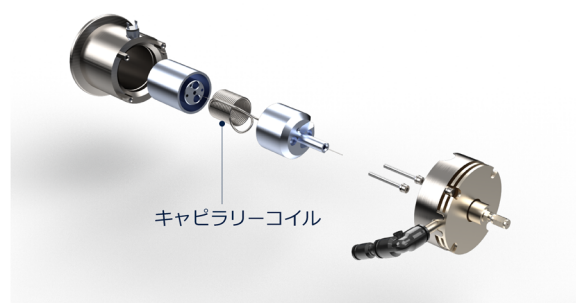


図3. キャピラリーコイルの交換図.

温度は350℃まで可能です。

最先端のシミュレーション技術を使いキャピラリーを内包するヒーターブロックを均一に加熱できる構造を実現したことで、ガスの取り込み口から排出口まで、ガスをキャピラリー内壁に凝固させることなくインターフェースを通過させる事が可能となりました。

2.2. スキマーインターフェースと交換可能

新開発のキャピラリーインターフェースは、スキマーインターフェースと交換可能な設計としているため、測定目的に応じてインターフェースの交換が可能です。前述のようにスキマーインターフェースはジェットセパレーター原理に基づいた構造であり、ガス取り込み口に入るキャリアガスに対する試料ガスの濃度より、排出口から出てくる試料ガスの濃度割合が大きくなる構造のため、沸点が低いガスについてはキャピラリーインターフェースに比べ感度が得られるメリットがあります。

2.3. 簡易なメンテナンス

キャピラリーは発生するガス種や使用頻度によって、ガスが固着し詰まる可能性があり、感度が悪くなった場合に交換が必要です。キャピラリー交換は、キャピラリーチューブをコイル状に成型したものを消耗品として用意しているので、お客様自身で簡単に交換する事が可能です。

3. 測定例

3.1. ポリカーボネート中のビスフェノールA

ポリカーボネート2 mgをHe雰囲気です室温～700℃

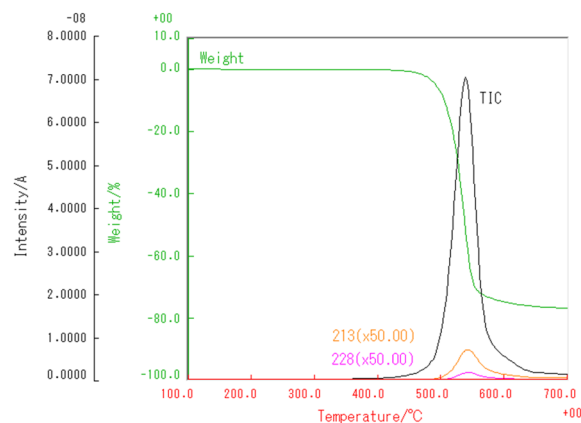


図4. ポリカーボネートのTGおよびMS結果.

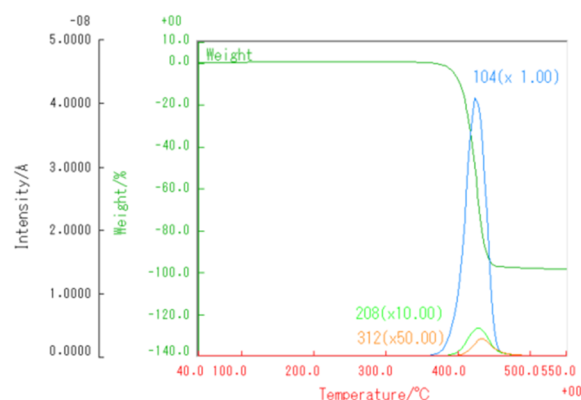


図5. ポリスチレンのTGおよびMS結果.

まで20℃/minで昇温し、電子イオン化法(EI)で測定した結果を図4に示します。TIC (total ion current) は発生ガス全体の挙動を示します。ビスフェノールAの主イオンであるm/z213,228の発生ピークが明瞭に検出されており、ポリカーボネートの熱分解時(500～600℃)にビスフェノールAが発生していることが確認できます。

3.2. ポリスチレンの2量体、3量体の検出

不活性雰囲気中でポリスチレンを加熱すると主にスチレンモノマーが発生しますが、それ以外にスチレンの2量体、3量体も発生することが分かっています。ポリスチレン2 mgをHe雰囲気です室温～550℃まで20℃/minで昇温し、EIで測定した結果を図5に示します。

主に発生するガスはスチレン(m/z 104)ですが2量体および3量体の分子イオンであるm/z 208,312もそれぞれ検出されました。

4. おわりに

Thermo Mass Photoに新しくインターフェースがラインアップされました。二種類のインターフェースになった事でそれぞれの特徴を活かした測定が可能となり今まで以上に幅広い分野でお使いいただけます。