

減圧下でのオンライン加熱発生ガス分析

各種材料において、大気圧と減圧環境下では吸着成分の脱離挙動、化合物の分解温度が異なる場合がある。従来のTPD-MS(昇温脱離-質量分析)では大気圧下での加熱発生ガス挙動を分析するが、今回、弊社の独自技術により、減圧を伴う製造プロセスや使用環境など実条件に合わせたTPD-MS測定が可能となった。

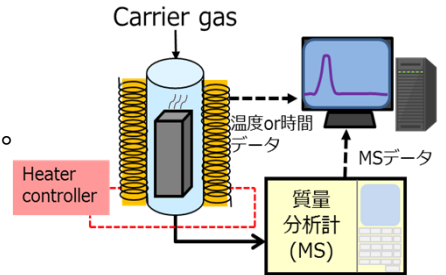
TPD-MS*について

* Temperature Programmed Desorption-Mass Spectrometry

加熱時の発生ガスを質量分析計によりリアルタイムで検出する。発生ガスの定性・定量に加えて発生速度の温度依存性も把握できる。

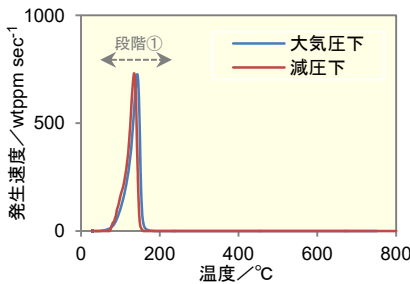
◎大きい試料も対応(〜10×10×20mm) ◎無機、有機ガスも同時検出可

➡ 通常、チャンバー内は大気圧(ヘリウムフロー)であるが減圧(約0.01MPa)下での測定が可能となった。

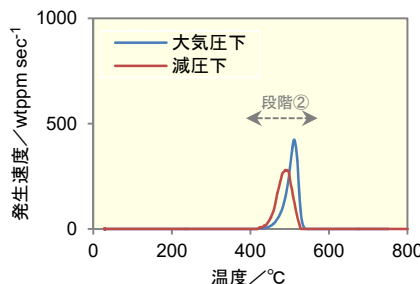


シュウ酸カルシウム・水和物の測定例

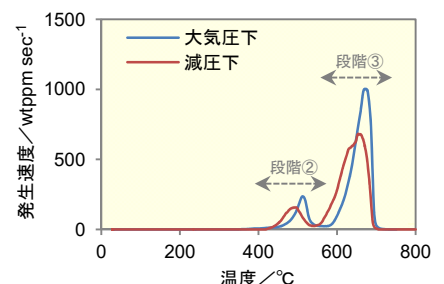
試料重量: 1~3mg 加熱条件: 室温 10°C/min > 800°C



◆H₂Oの発生速度曲線

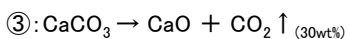
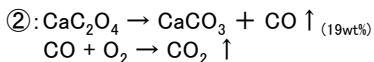


◆COの発生速度曲線



◆CO₂の発生速度曲線

3段階で熱分解



※括弧内は発生量(試料に対する重量%)の理論値

◆各段階での発生量(試料に対するwt%)

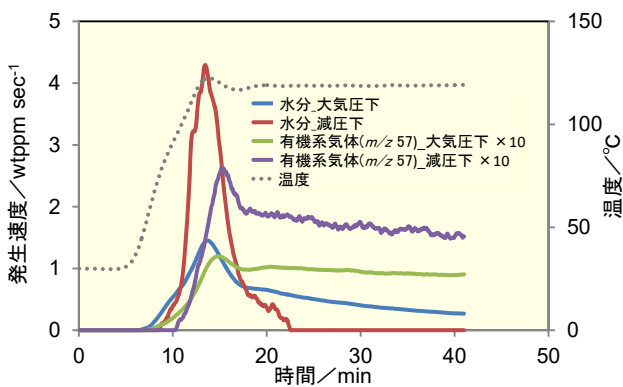
	大気圧	減圧
① H ₂ O	13	12
② CO+CO ₂	15	14
③ CO ₂	33	32

※標準物質の検量線から算出、COはCO₂の検量線を使用

- 圧力の違いによる発生量の差異は認められない
- 熱分解によるCO、CO₂の発生開始温度は減圧下の方が大気圧下よりも低い

減圧成型加工用ブチルゴムシーラントの測定例

試料重量: 約100mg 加熱条件: 室温 10°C/min > 120°C(30min hold)



◆発生速度曲線

◆発生量の概算値(試料に対するwtppm)

	大気圧下	減圧下
水分	1200	1200
有機系気体 (m/z 57)	180	320

- 発生水分の収束は減圧下の方が早い
- 有機系気体は減圧下では脱離しやすく、本測定時間範囲内での発生量も多い
- 別途実施のパーティアントラップGC/MS測定により有機系気体は主に炭素数16~32の脂肪族炭化水素群(残存成分)であることが分かった