

TG/MS法によるシュウ酸カルシウムの分析

関連製品: 質量分析計(MS)

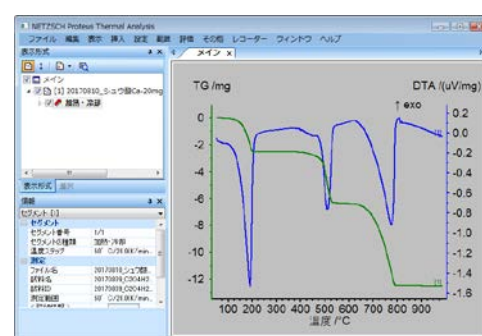
お問合せ先: 日本電子株式会社 グローバル営業推進本部 TEL:03-6262-3567

概要

熱重量分析 (Thermogravimetry : TG)は加熱による測定試料の重量変化を測定する手法である。TG/MS法ではTGにおける発生ガスを質量分析計(MS)に導入し、その定性解析を行う。今回はNETZSCH社製 熱重量/示差熱同時分析装置 STA 2500 Regulusと日本電子製 四重極型質量分析計JMS-Q1500GCを用い、シュウ酸カルシウムの分析を行ったので紹介する。

装置とソフトウェアの構成

TGの発生ガスはトランスファーラインを通り、GCに導入される。GCカラムにはキャピラリーブランチューブを用い、高温に保持することでガス成分を素通りさせ、MSに導入する。TGの昇温開始とMSの測定開始は同期しており、それぞれの測定データは横軸(時間)が共通となる。TGとMSはそれぞれ別のPCソフトウェアで測定動作を制御するが、解析ソフトウェア間ではデータのやり取りが可能で、TGの重量変化とMSによる発生ガスの定性解析を関連付けることが可能となっている。



TG / DTA analysis software (NETZSCH)

Import measurement data

MS analysis software (JEOL Ltd.)

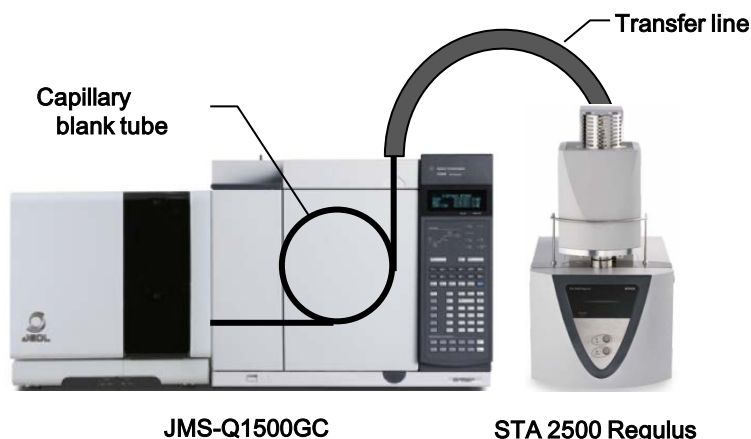
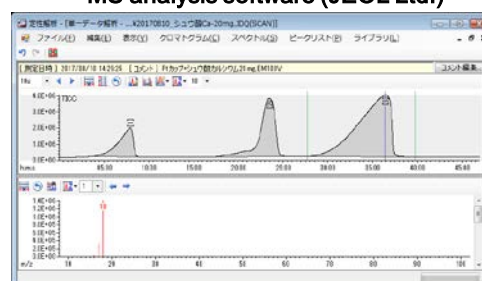


Figure1. Device and PC software connections

実験

測定試料にはシュウ酸カルシウム水和物を使用し、電子天秤にて5mg、20mgを秤量した。再現性確認のため試料量5mgでの測定は5回行った。TG及び、MS装置の測定条件をTable1に示す。

Table 1. Measurement conditions of TG/MS

TG		MS	
Furnace temp.	60°C→20°C/min→1000°C	Ion source temp.	250°C
Transfer line temp.	300°C	Interface temp.	300°C
Atmosphere gas flow	He, 100 mL/min	Ionization mode	EI, 70eV
Split ratio	100:1	Ionization current	50μA
GC		Relative EM voltage	+200V
Oven temp.	300°C	Measurement mode	Scan
Column	Capillary blank tube (metal) 5m x 0.25mm i.d.	Scan range	<i>m/z</i> 10~100

結果

シュウ酸カルシウム20mgの測定結果をFigure2に示す。緑色はTG曲線(=重量変化)、青色はDTA曲線(=発熱反応)、赤色はTICクロマトグラムを表す。TG/DTA曲線からは190℃、500℃、780℃付近で吸熱反応による重量減少が確認され、さらにTICクロマトグラムからは各重量減少と相関のある発生ガス由来のピークが検出された。

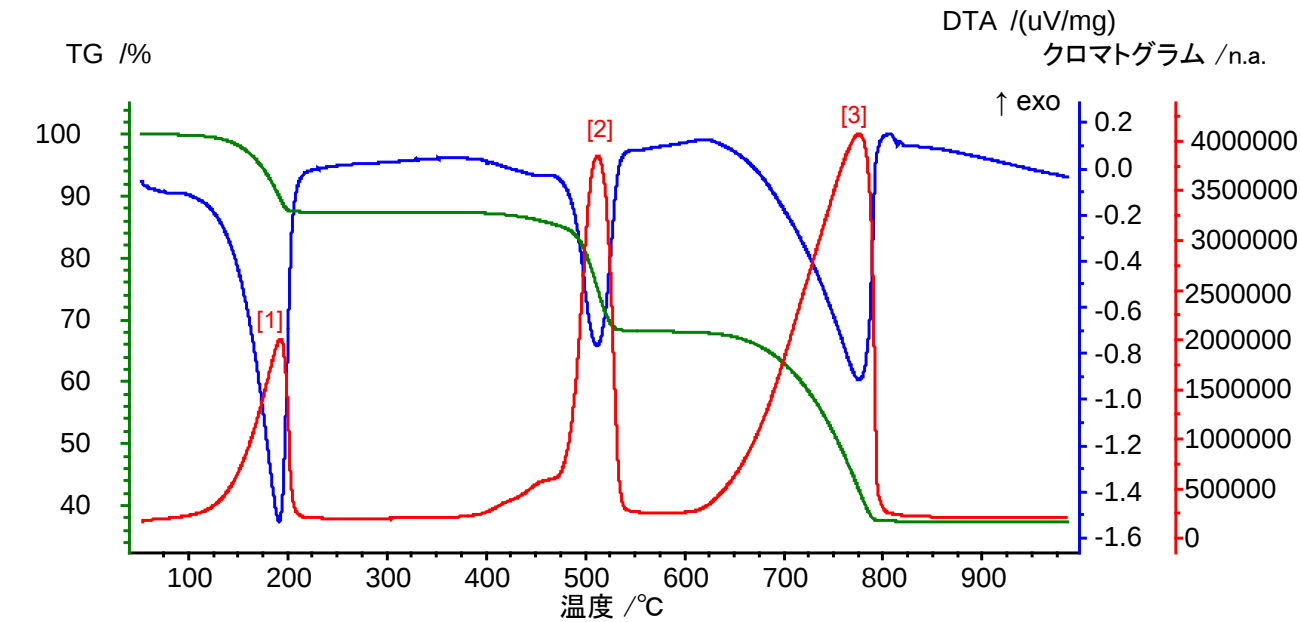


Figure2. TG /DTA curves and TIC chromatogram of Calcium oxalate

Figure2のTICクロマトグラム上のピーク[1]～[3]について、マススペクトルをFigure3に示す。マススペクトルより[1]はH₂O、[2]はCOとCO₂、[3]はCO₂であることが確認できた。

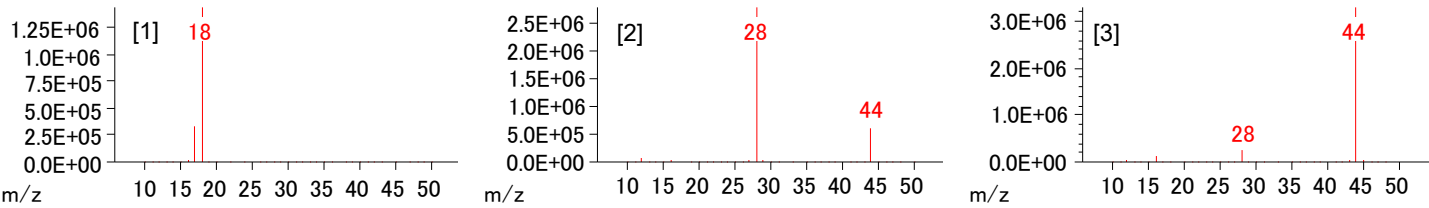
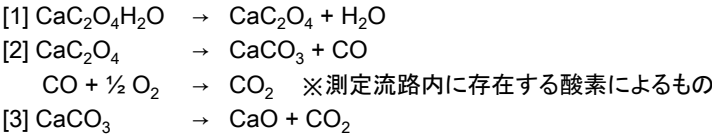


Figure3 Mass spectra of TICC peak

シュウ酸カルシウム水和物の熱分解反応は以下の通りであり、上記の測定結果はこれに合致することが確認できた。



再現性の確認

シュウ酸カルシウム5mg (n=5) 測定における抽出イオンクロマトグラムのピーク面積値(単位重量あたり)、およびその相対標準偏差をTable2に示す。相対標準偏差3%程度と良好な再現性が確認できた。

Table 2. Area of EIC peak

	抽出イオンクロマトグラムのピーク面積値		
	[1]H ₂ O (m/z 18)	[2]CO (m/z 28)	[3]CO ₂ (m/z 44)
1	72522896	140532864	384935646
2	74839998	144486163	393943250
3	73120172	142488903	385202014
4	73118409	141937036	385451041
5	69352941	135562682	367173088
相対標準偏差	2.8%	2.4%	2.6%