

TG-MSによるフッ素樹脂の定性分析 —TG-TOFMSシステムによる高質量域測定例のご紹介—

関連製品：質量分析計(MS)

【はじめに】

熱重量分析(Thermogravimetry: TG)は、試料加熱における重量変化を測定し試料の熱物性を得ることができる手法である。TGと質量分析計(MS)を接続することで、重量変化時に発生する有機物の定性分析を行うことが可能になる。TG MSとしては小型汎用機である四重極型質量分析計が用いられることが多いが、四重極型質量分析計の測定可能な質量範囲上限は m/z 1000程度のため、オリゴマー領域の合成高分子や、高分子量化合物の測定が行えない。

そこで今回、測定可能な質量範囲上限が広い飛行時間型質量分析計(TOFMS)を用い、TG-TOFMSによるフッ素樹脂の測定を試みた。

【測定条件】

今回使用したTG-TOFMS概観写真をFig.1に示す。

TGはNETZSCH社製 熱重量/示差熱同時分析装置STA2500Regulusを用い、TOFMSは日本電子製 飛行時間型質量分析計JMS-T200GCを用いた。今回の測定条件をTable1に示した。なお、GCオープンは恒温槽として用い、その温度は350°C固定とした。



Fig.1 TG-TOFMS system

【結果】

フッ素樹脂(5mg)のTG TOFMS測定結果をFig.2に示す。

TG曲線は500°C付近から重量減少を始め、600°Cで重量減少は停止した。550°C付近のマスペクトルを作成したところ、Fig.3に示すように、フッ素樹脂由来の繰り返し単位をもつ高質量イオンが多数観測された。テフロン樹脂由来のイオンは m/z 2500付近まで確認することができた。

Fig.2には、 m/z 1531、1831、2031、2393、2543のEICクロマトグラムを示しているが、各EICクロマトグラムのピーク位置とTG曲線が示す重量減少は一致していた。500°Cから600°Cの間で、フッ素樹脂の熱分解反応が生じ、それによって生成された熱分解生成物がイオン化されて検出されたと考えられる。

m/z 1600付近の拡大図をFig.3下段に示す。CF₂(50 Da)間隔でイオンが観測されており、またメインのシリーズからF₂(38 Da)の質量差に相当するシリーズも観測された。

【まとめ】

TG-TOFMSは測定可能な質量範囲が通常のTG-QMSよりも広く、オリゴマー領域の合成高分子の測定に使用できることが示された。

Table 1 Measurement condition

【TG-TOFMS condition】

System	JMS-T200GC (JEOL) STA2500Regulus(NETZSCH)
Furnace temp.	50°C→10°C/min→ 650°C
Transfer line temp.	400°C
Atmosphere gas flow	He, 100mL/min (open-split system)
Ionization mode	EI+: 70eV, 300μA
m/z range	m/z 35-3,200

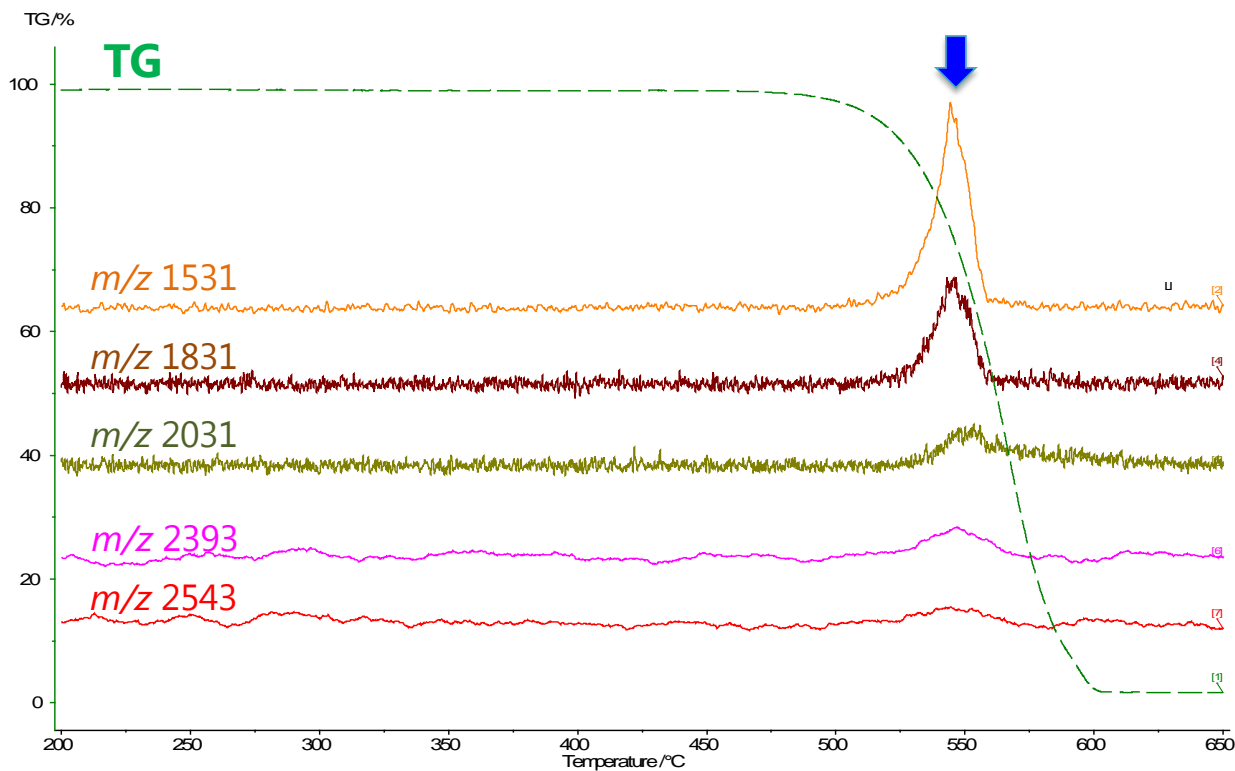


Fig.2 TG curve and EIC chromatograms for high m/z ion

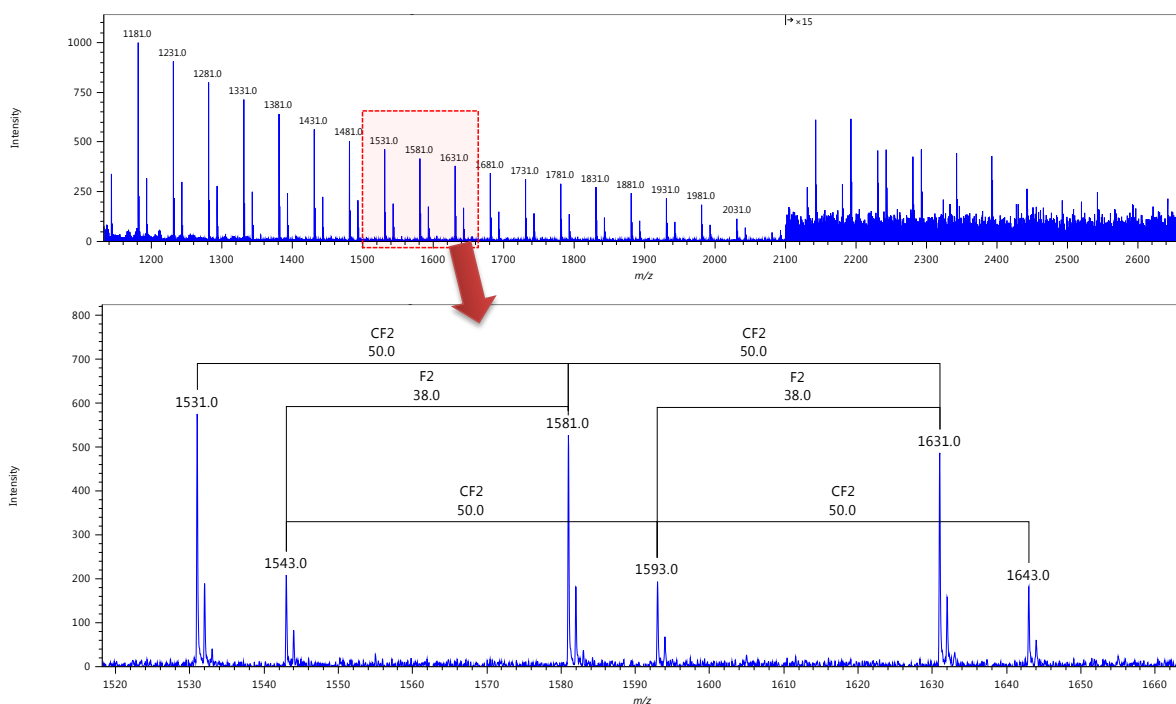


Fig.3 EI mass spectrum at 550°C

Copyright © 2018 JEOL Ltd.
 このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。

