

TG-MS法によるギ酸ナトリウムの分析

関連製品: 質量分析計(MS)

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TGI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、ギ酸ナトリウム分析を行ったので紹介する。

実験

測定試料にはギ酸ナトリウムを使用し、電子天秤にて20mgを秤量した。装置の測定条件をTable1に示す。He中のH₂を測定するため、MSのイオン化エネルギーはHeはイオン化できないが、H₂はイオン化できる17eVに設定した。

Table 1. Measurement conditions

TG		MS	
Furnace temp.	60°C→20°C/min→1000°C	Ion source temp.	250°C
Transfer line temp.	350°C	Interface temp.	300°C
Atmosphere gas flow	He, 100mL/min	Ionization mode	El, 17eV
Split ratio	100:1	Ionization current	30μA
GC		Relative EM voltage	+200V
Oven temp.	350°C	Measurement mode	Scan
Column	Blank tube 5m x 0.25mm i.d.	Scan range	<i>m/z</i> 2~100

結果

ギ酸ナトリウム20mgの測定結果をFigure1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。260°C付近の吸熱反応はギ酸ナトリウムの融解(融点253°C)によるものである。430°C、570°C付近で重量変化と相関のあるTICクロマトグラムのピークが検出された。

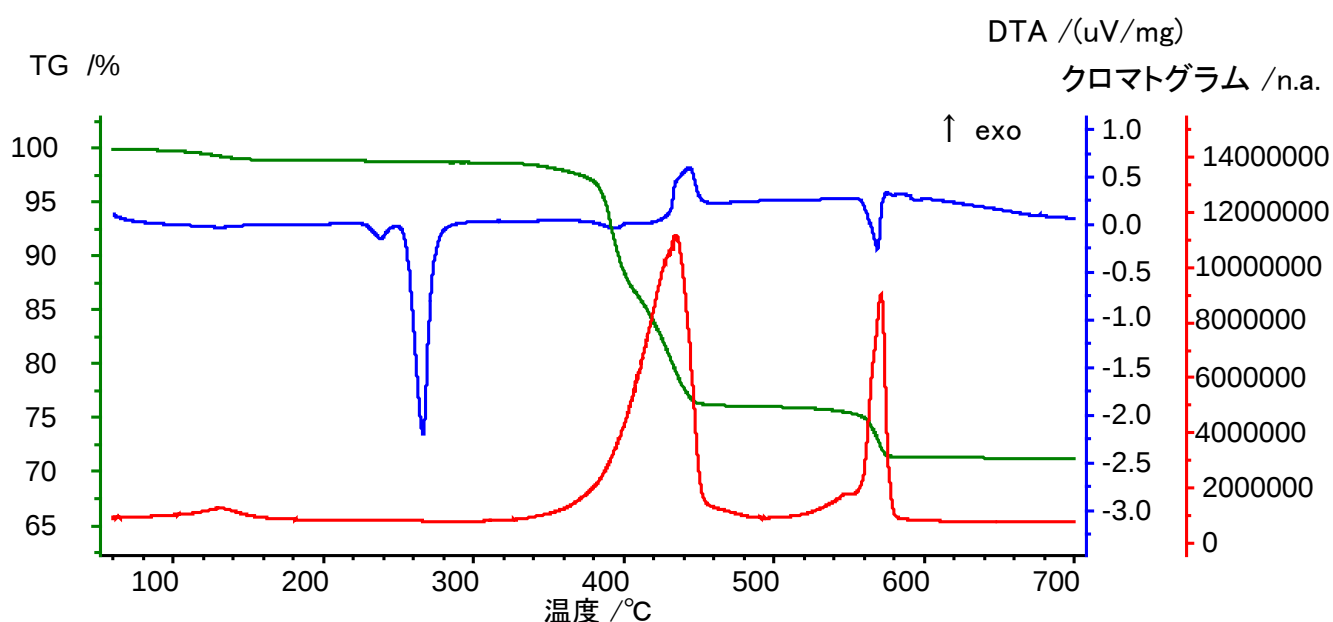


Figure1. TG /DTA curves and TIC chromatogram of Sodium formate

TICクロマトグラムおよび m/z 2、28、44のEICをFigure2に示す。

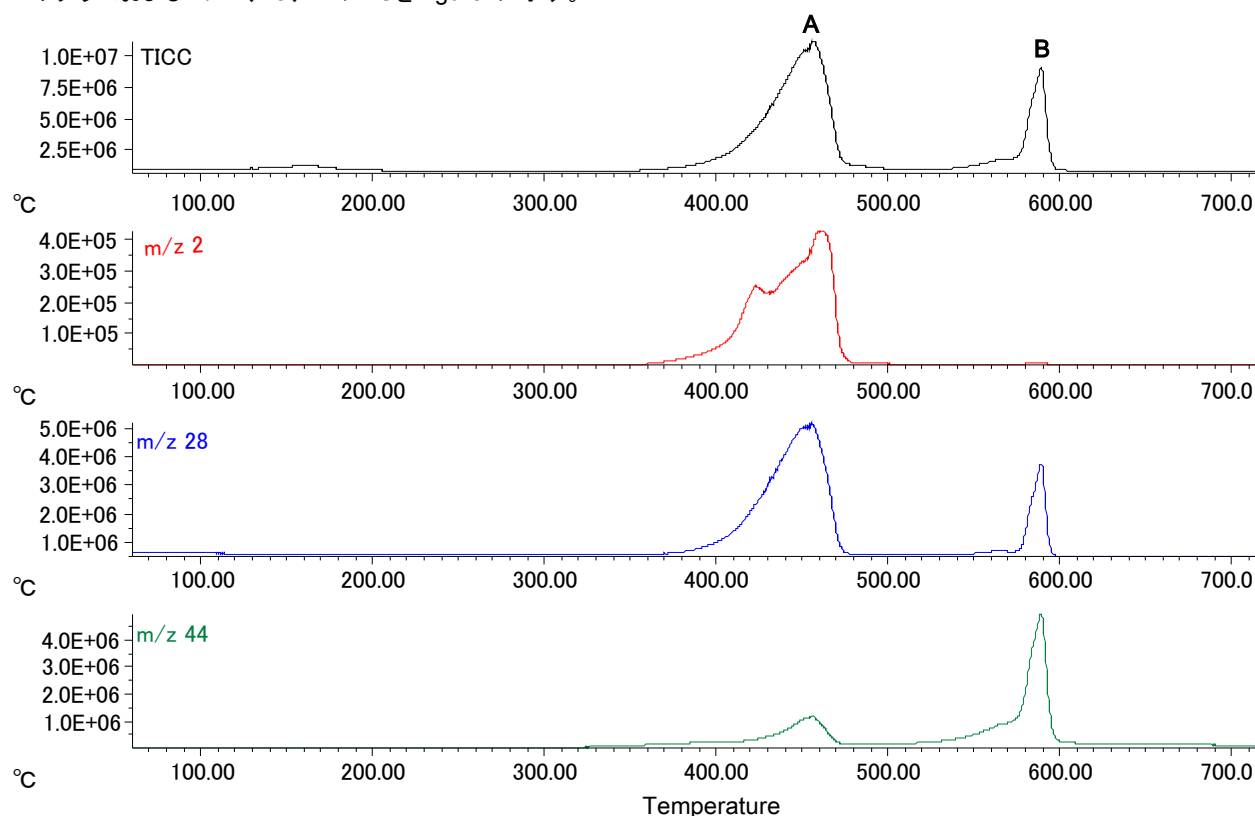


Figure2. TIC chromatogram and EIC of Sodium formate

ピークA、BのマスペクトルをFigure3に示す。Aは H_2 、 CO 、 CO_2 を、Bは CO 、 CO_2 を含むと推測される。

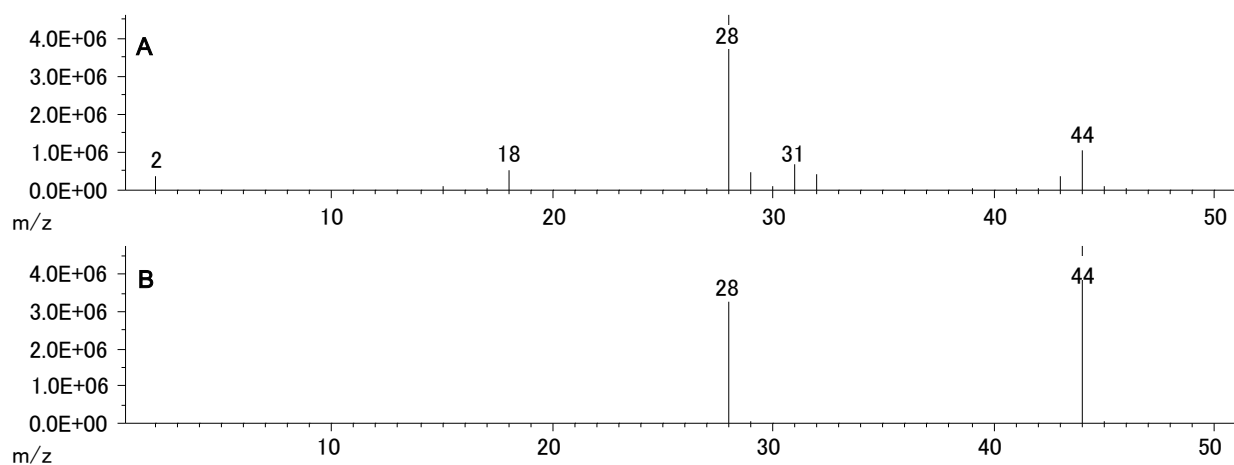


Figure3. Mass spectra of peak A and B

ギ酸ナトリウムの熱分解反応は以下の通りであり^[1]、上記の測定結果はこれに合致することが確認できた。

ピークA: $2HCOONa \rightarrow H_2 + CO + Na_2CO_3$

$H_2 + Na_2C_2O_4$

$2CO \rightarrow CO_2 + C$

ピークB: $Na_2C_2O_4 \rightarrow CO + Na_2CO_3$

$2CO \rightarrow CO_2 + C$

参考文献

[1] 完戸俊介、増田芳男、日本化学会誌, No1, p66~70(1976)

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。

