

TG-MS法によるシャープペンシル芯の分析

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、シャープペンシル芯の分析を行ったので紹介する。シャープペンシルの芯は黒鉛と樹脂の混合物を焼成した後、濃さと滑らかさを付与させるための油に浸して作製する。焼成の工程で樹脂は炭化するため、製品の段階では炭素と油のみの組成となっており、今回の分析では加熱したことで油由来の変化が確認できた。

実験

測定試料には市販のシャープペンシル芯を使用、全て0.5mm×60mmのもの1本で約25mgとなり、これを細かく折ってTGの試料カップに入れて測定した。最初にA社製の濃度違い(4H、HB、4B)で結果を比較、次にA社製の濃度HBについて製品グレード違いで比較、最後に濃度HBについてメーカー違い(4社)で比較を行った。装置の測定条件をTable1に示す。

Table 1. Measurement conditions

TG		MS	
Furnace temp.	60°C→20°C/min→1000°C	Ion source temp.	250°C
Transfer line temp.	Interface 500°C, Line 350°C	Interface temp.	300°C
Purge gas flow	He, 100mL/min	Ionization mode	EI, 70eV
GC		Ionization current	50μA
Oven temp.	300°C	Relative EM voltage	+200V
Column	Blank tube 2.5m x 0.25mm i.d.	Measurement mode	Scan
Column gas flow	He, 2mL/min	Scan range	<i>m/z</i> 10~500

結果

A社製の濃度HBについて、TG曲線およびTICクロマトグラムをFigure1に示す。300°C前後の12%の重量減少が油の気化に由来するものと考えられる。これと同時にTICクロマトグラム上にもピークを確認できた。

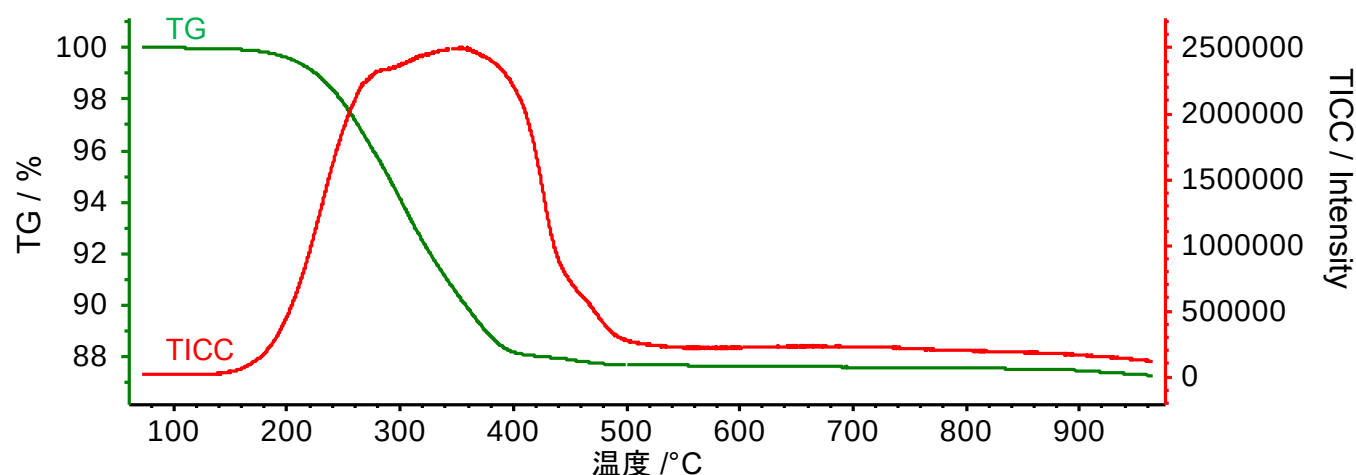


Figure1. TG curve and TIC chromatogram

TICクロマトグラム上のピークのマススペクトルをFigure2に示す。ライブラリーサーチの結果より、発生ガスは炭化水素系の油に由来するものと推測された。

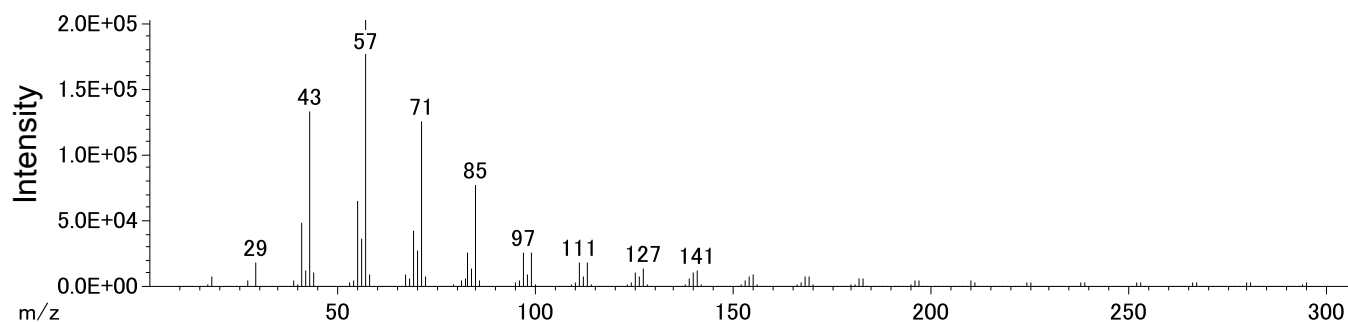


Figure2. Mass spectrum

次にA社製の濃度違いについて比較を行った。濃度は4H、HB、4Bの順に濃くなる。TG曲線をFigure3に、TICクロマトグラムをFigure4に示す。なお、TICクロマトグラム上のピークのマススペクトルは全てFigure2に示したものと同一であり、含まれている油の成分は同じと考えられる。濃度が濃くなるにつれて重量の減少量が2%、12%、15%と大きくなり、含有される油の量が多いことが示唆された。またTICクロマトグラム上のピーク強度もこれと相関を持つことが確認できた。

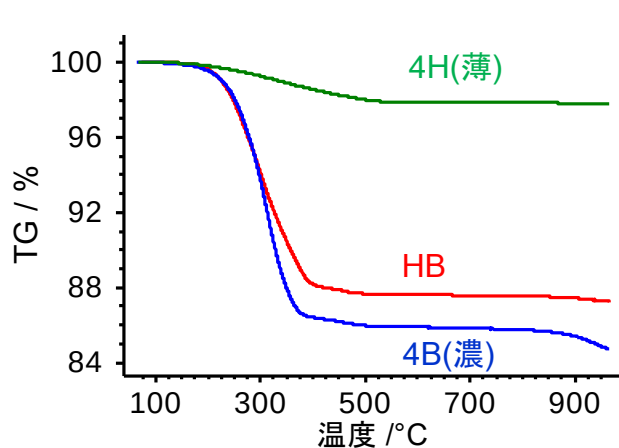


Figure3. TG curves

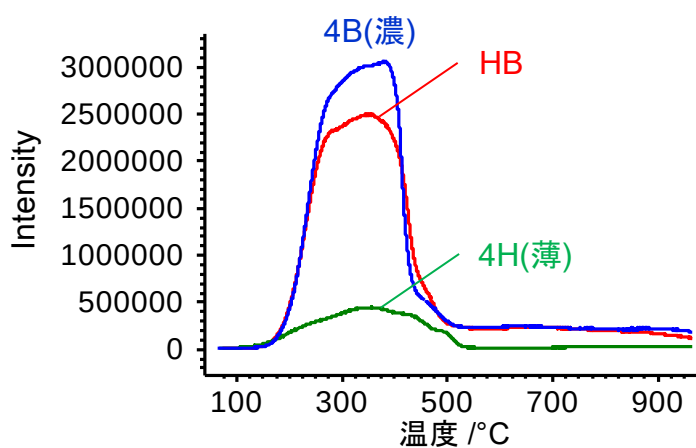


Figure4. TIC chromatograms

次にA社製の濃度HBの製品グレード違いについて比較を行った。グレードAの商品説明には、構造が強く折れづらいとの記載があり、価格もBに比べ高価であった。TG曲線をFigure5に、TICクロマトグラムをFigure6に示す。TICクロマトグラム上のピークのマススペクトルはいずれもFigure2に示したものと同一であり、含まれている油の成分は同じと考えられる。重量変化とTICクロマトグラム上のピーク強度はほぼ同じであり、グレードAとBで油の量にはそれほど違いがないと推測された。

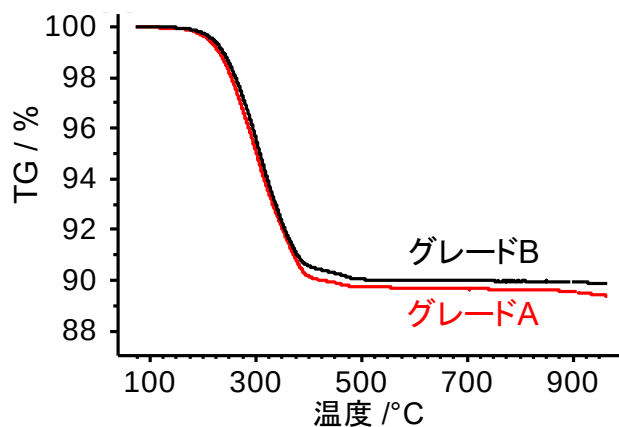


Figure5. TG curves

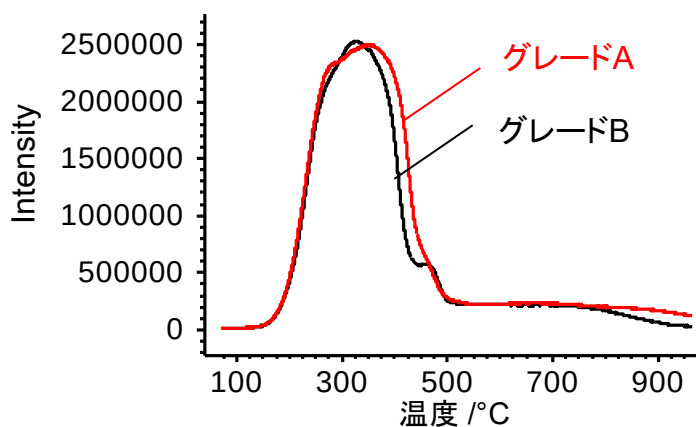


Figure6. TIC chromatograms

最後に濃度HBのメーカー違い(4社)について比較を行った。TG曲線をFigure7に、TICクロマトグラムをFigure8に、重量の減少量とTICクロマトグラム上のピーク面積値の一覧をTable2に示す。同じ濃度HBであっても、メーカーによって油の含有量は異なると思われる。

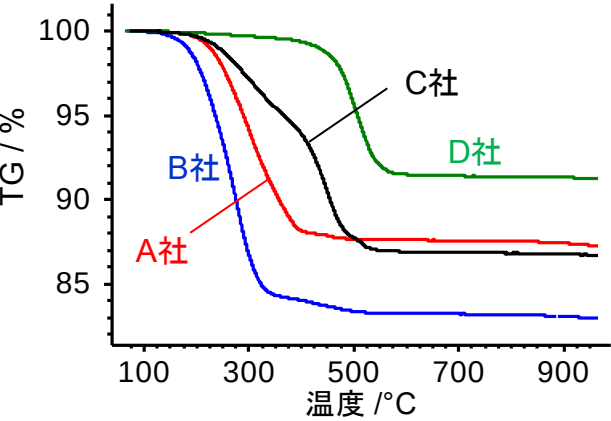


Figure7. TG curves

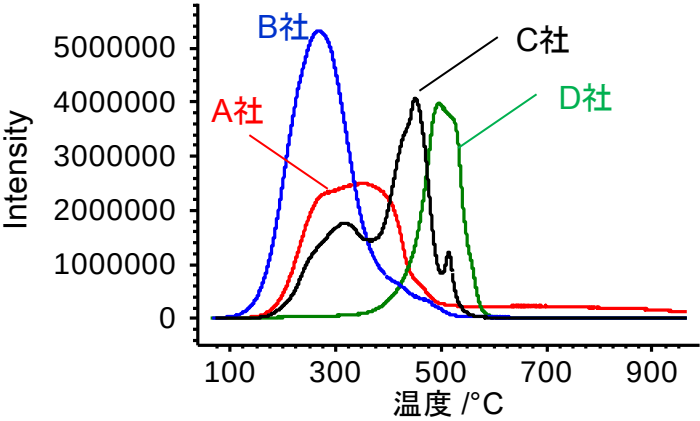


Figure8 TIC chromatograms

Table 2. Values of weight loss and TICC peak area

	Weight loss	TICC peak area
A社	12%	2.9E+09
B社	17%	4.7E+09
C社	13%	3.5E+09
D社	9%	2.2E+09

TICクロマトグラム上のピークのマススペクトルをFigure9に示す。A社とB社、C社とD社がそれぞれほぼ同じマススペクトルとなり、ライブラリーサーチの結果より、前者は炭化水素系の油、後者はシリコン系の油に由来するものと推測された。

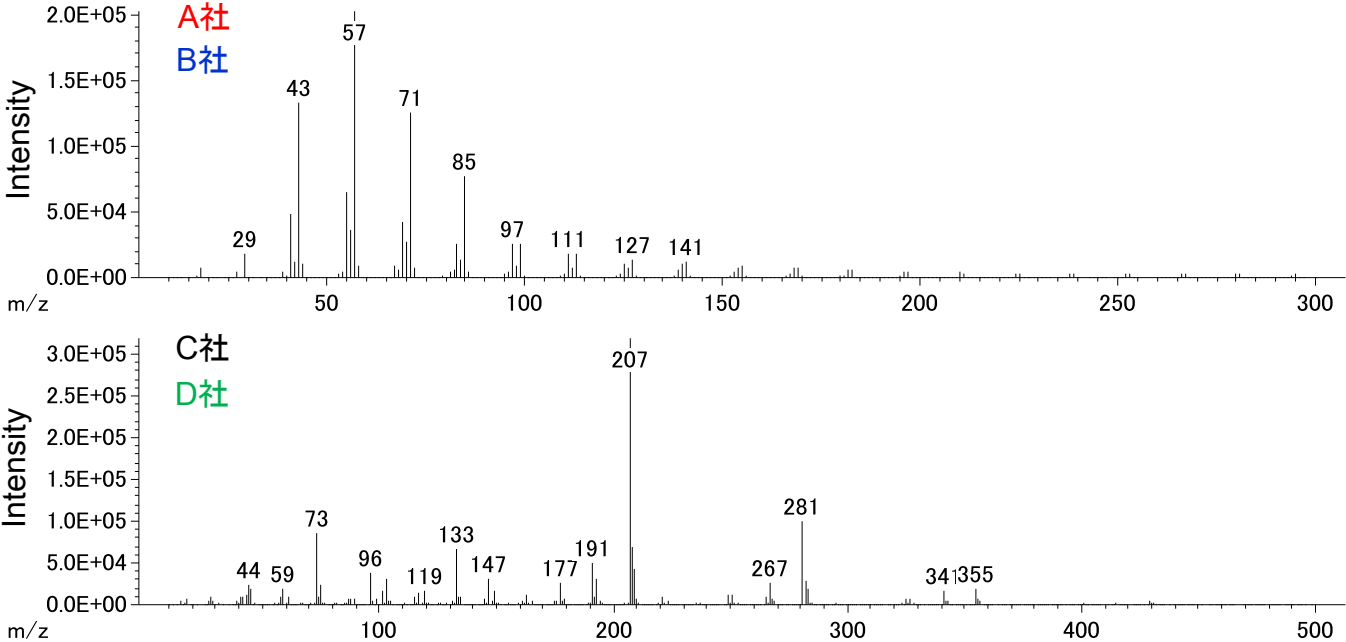


Figure9. Mass spectra