

分析事例の紹介

シュウ酸カルシウム水和物および硫酸カルシウム 2 水和物の発生ガス分析

キーワード

- ✓ 発生ガス分析
- ✓ 示差熱天秤/質量分析法
- ✓ TG-DTA/MS

装置

TG-DTA8122 (リガク)
GCMS-QP2010Plus (島津製作所)



はじめに

示差熱天秤/質量分析装置(TG-DTA/MS)を用いて、シュウ酸カルシウム水和物および硫酸カルシウム 2 水和物を加熱した際の発生ガスを分析した事例を紹介する。TG-DTA/MS は、温度上昇に伴う試料の重量変化、示差熱と発生ガスを同時測定する複合計測装置である。

実験

シュウ酸カルシウム水和物および硫酸カルシウム 2 水和物を、アルミニウムセルにそれぞれ 4.0 mg 秤量した。TG-DTA/MS の測定条件を以下に示す。

TG-DTA

- ・ 温度プログラム：室温 – 10 °C/min – 250 °C
- ・ 測定雰囲気：ヘリウム 200 ml/min
- ・ トランスファーライン温度：150 °C

GCMS

- ・ カラム：シリカキャピラリーチューブ, 1 m
- ・ 注入口・オープン温度：200°C
- ・ イオン源温度：230°C
- ・ スキャン範囲：10 – 100 m/z

結果

図 1 に、シュウ酸カルシウム水和物および硫酸カルシウム 2 水和物の TG-DTA/MS 測定結果を示す。シュウ酸カルシウム水和物はおよび硫酸カルシウム 2 水和物ともに、100°C付近で吸熱反応を伴った重量減少が観測された (図 1a,c)。また、重量減少と同

時に、水に由来した質量数 18 の発生ガスを確認した (図 1b,d)。これは、以下に示すシュウ酸カルシウム水和物および硫酸カルシウム 2 水和物の脱水反応に起因する。

- $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4 + \text{H}_2\text{O}$
- $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$

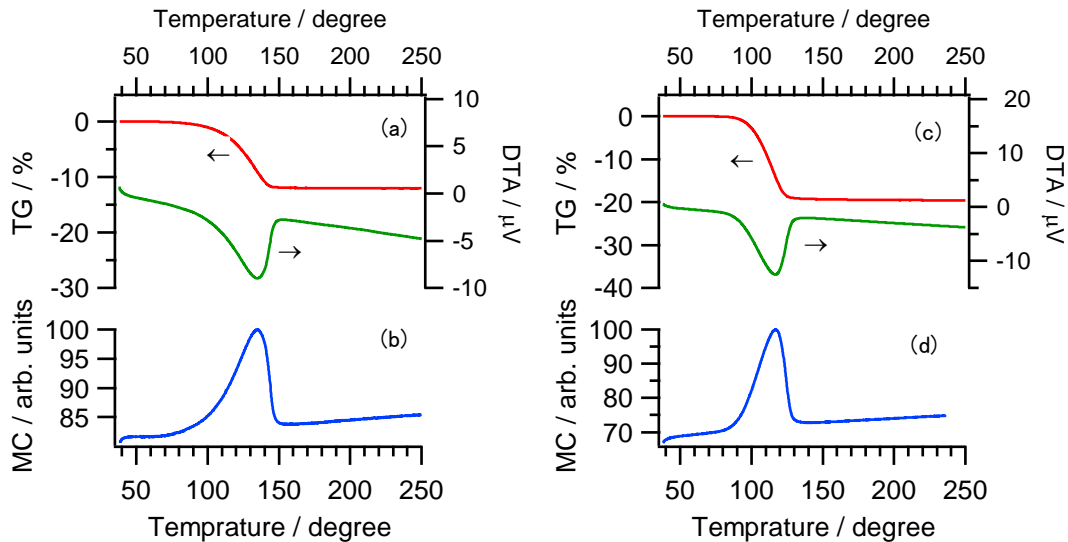


図1 シュウ酸カルシウム水和物(a,b)および硫酸カルシウム 2 水和物(c,d)およびにおける重量変化(TG, 赤線)、示差熱(DTA, 緑線)、質量数 18 のマスキロマトグラム(MC, 青線)の温度依存性。

まとめ

TG-DTA/MS を用いて、シュウ酸カルシウム水和物および硫酸カルシウム 2 水和物を加熱した際の発生ガス分析を紹介した。本装置は、本稿で紹介した TG-MS 法の他に、発生ガスを GC カラムで分離する TG-GCMS 法で分析することができる。

静岡理科大学 先端機器分析センター www.sist.ac.jp/kiki/

Advanced Instrumental Analysis Center,
Shizuoka Institute of Science and Technology



〒437-8555
静岡県袋井市豊沢2200-2
TEL : 0538-45-0175
E-mail : kiki@ob.sist.ac.jp