

分析事例の紹介

ポリエチレンフィルムの発生ガス分析

キーワード

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



はじめに

示差熱天秤/ガスクロマトグラフ質量分析装置(TG-DTA/GCMS)を用いて、ポリエチレンフィルムを 250 ℃まで加熱した際の発生ガスを分析した事例を紹介する。本装置には、示差熱天秤から直接質量分析装置に発生ガスを導入するダイレクトモードと、冷却トラップ後 GCMS 測定が可能なトラップモードがある。本稿では、トラップモードを用いて、ポリエチレンフィルムを 250 ℃まで加熱した際の発生ガスを定性分析した事例を紹介する。

実験

TG-DTA/GCMS の測定条件を以下に示す。

TG-DTA

- ・温度プログラム:室温 10 ℃/min 250 ℃
- ・測定雰囲気:ヘリウム
- ・トランスファーライン温度:350 ℃

GCMS

- ・カラム: ZB-5MS(長さ:30 m, 内径:0.25 mm, 膜厚:0.25 µm)
- ・注入口・オーブン温度:300 ℃
- ・温度プログラム: 40 ℃(1 min 保持)- 10 ℃/min 250 ℃(10 min 保持)
- ・イオン源温度:250 ℃
- ・スキャン範囲:40-400 m/z

結果

図1aにポリエチレンフィルムの TG 測定結果を示す。TG 曲線の変曲点から、ポリ



エチレンフィルムの分解温度が 447 ℃であることを算出した。250 ℃以下の温度領域に注目すると、0.1 %程度の僅かな重量減少が観測されており(図 1a 挿入図)、低温領域でも加熱劣化の進行とガスの発生が生じていると考えられる。ポリエチレンフィルムを 250 ℃まで加熱した際の発生ガスを、トラップモードを用いて GCMS 測定を行った結果を図 1b に示す。種々の炭化水素成分に加え、可塑剤・難燃剤として使用されるリン酸トリフェニルが検出された。

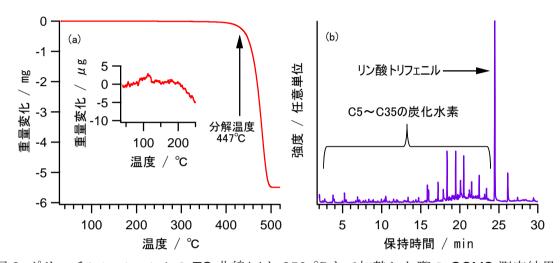


図 2 ポリエチレンフィルムの TG 曲線(a)と 250 ℃まで加熱した際の GCMS 測定結果 (b)。

まとめ

TG-DTA/GCMS を用いて、ポリエチレンフィルムを 250 ℃まで加熱した際の発生ガスを分析した事例を紹介した。トラップモードによる測定とライブラリ検索を行うことで、ダイレクトモードでは困難な発生ガスの同定を行うことができる。

静岡理工科大学 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@sist.ac.jp