

[rigaku.com](https://www.rigaku.com)で見る

B-TA2015 - TG-MSによるチタン酸バリウムからのCO₂発生量の定量

はじめに

代表的な誘電体材料であるチタン酸バリウムは積層セラミックコンデンサ等の様々な電子部品で利用されています。チタン酸バリウムの合成過程で炭酸塩が混入する場合があります、その炭酸塩の混入の程度を見積もるためにTG-MS測定によるCO₂発生量の定量を実施しました。

測定・解析例

チタン酸バリウム試薬を100mg、Pt容器に秤量し、He雰囲気中で室温～1100℃まで20℃/minで昇温しました。またCO₂定量用にシュウ酸カルシウム一水和物の脱炭酸を試料量を変化させて測定し、検量線を作成しました。なおMSのイオン化には電子イオン化（EI）を採用しました。

図1にTG及びCO₂（m/z44、黒線）及びH₂O（m/z18、青線）のイオンクロマトグラムを示しました。500℃以下ではH₂OとCO₂が、500℃以上ではCO₂が発生していることがわかりました。次に各減量に対応するCO₂発生量の定量を試みました。シュウ酸カルシウム一水和物を加熱した際の脱炭酸時のシグナル強度を図2に、そこから作成した検量線を図3に示しました。検量線は非常に良い線形性があることがわかり、これを使用して、チタン酸バリウムからのCO₂発生量を温度範囲①：0.01%、②：0.13%、③：0.01%というように定量することができました。

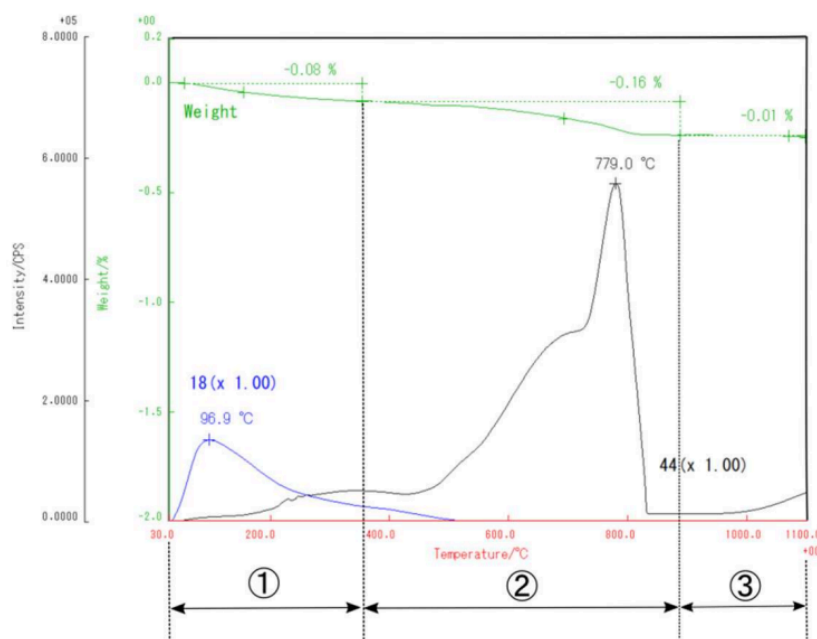


図1 チタン酸バリウムのTG及び発生ガスの温度プロファイル

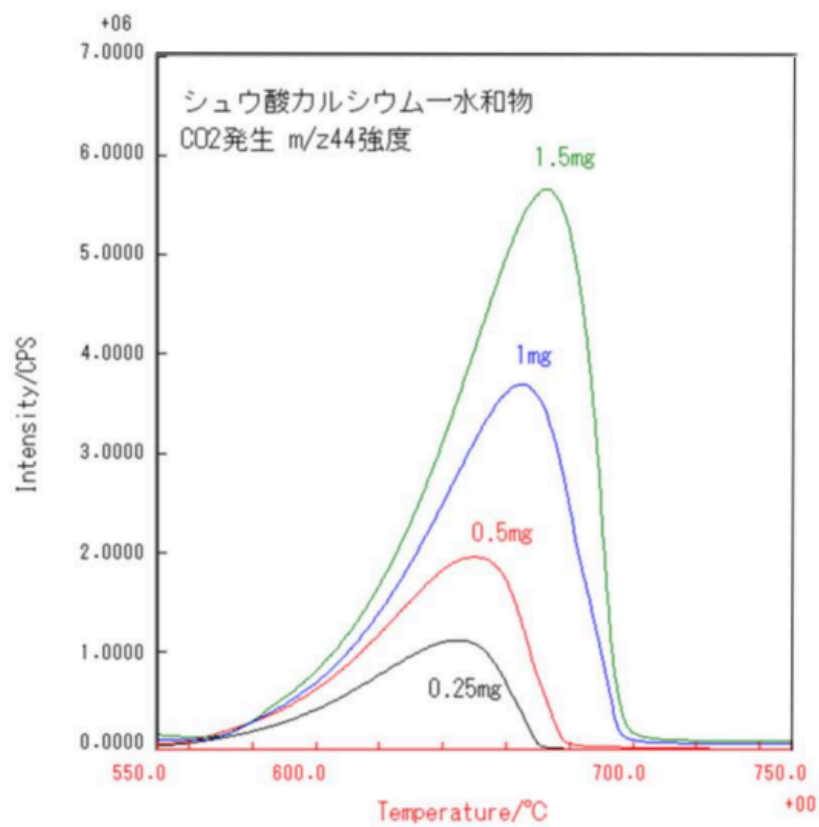


図2 シュウ酸カルシウム一水和物、CO₂発生温度プロファイル

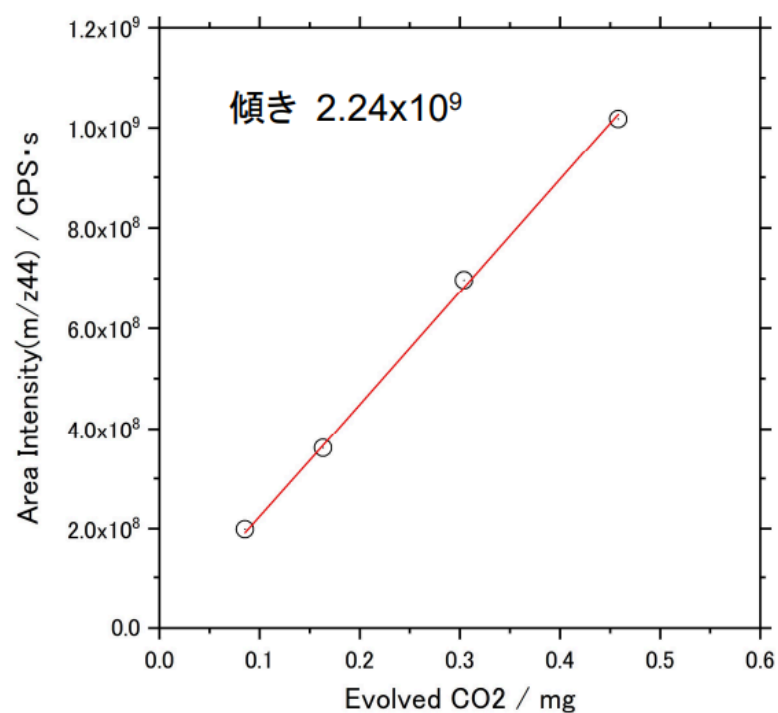
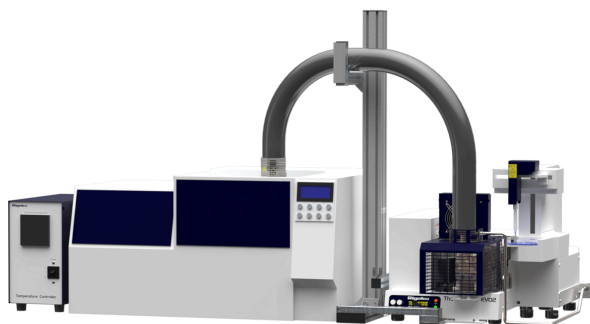


図3 CO₂の検量線

推奨装置・推奨ソフトウェア

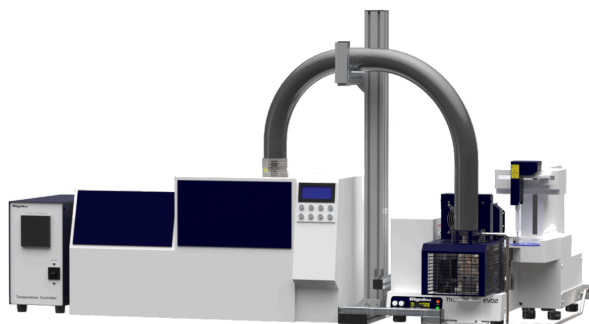
- Thermo Mass Photo、TG-DTA8122および1ch MS-IF、GC/MS
- Thermo plus EVO2ソフトウェア、3次元解析ソフトウェア

おすすめの製品



TG-DTA/GC-MS

示差熱天秤-ガスクロマトグラフィ質量分析測定システム
熱分析だけでは判断が困難な化学反応情報を、同時に高感度測定できる熱分析装置です。



試料観察TG-DTA/GC-MS

試料観察型示差熱天秤-ガスクロマトグラフィ質量分析測定システム
試料観察をしながらTG-GCMS測定