

[rigaku.com](http://rigaku.com)で見る

## B-TA2017 - PI法によるアンモニアガスの検出

### はじめに

アンモニア (NH<sub>3</sub>) が発生する際に水 (H<sub>2</sub>O) が同時発生した場合、一般的なイオン化法であるEI法 (電子イオン化法) で測定するとNH<sub>3</sub>の分子イオンであるm/z17がH<sub>2</sub>Oのフラグメントイオンでもある為、NH<sub>3</sub>とH<sub>2</sub>Oが合わさったシグナルが検出され、切り分けが難しくなります。しかし、ソフトイオン化法であるPI法 (光イオン化法) ではNH<sub>3</sub>の分子イオンのみを検出し、且つイオン化エネルギーの違いから、H<sub>2</sub>Oは検出されない (イオン化されない) ため、NH<sub>3</sub>の発生挙動を詳細に捉えることができます。

ここで、熱分解した際にH<sub>2</sub>OとNH<sub>3</sub>ガスが同じ温度域で発生するポリアクリルアミドをEIとPIの両方で測定し、両者のプロファイルと比較しました。

### 測定・解析例

ポリアクリルアミドをHe雰囲気中で室温～500℃まで20℃/minで昇温しました。装置はThermoMass photoを用いイオン化法はEIおよびPI法にて測定しました。

TG結果とm/z17,18のサーモグラムを図1に示します。

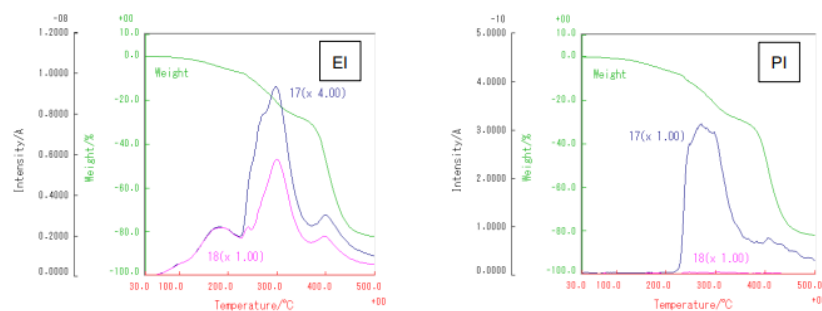


図1 TGおよびm/z17,18のMSイオンサーモグラム (左: EI、右: PI)

EIではH<sub>2</sub>Oのスペクトル比率は通常、m/z18が4に対してm/z17が1となります。ここで、図1のEI結果ではm/z17の表示倍率を4倍で表示しました。50～220℃付近まではm/z17,18プロファイルの一致がみられることからH<sub>2</sub>Oのみが発生していると考えられます。これに対し220℃以降はm/z18とm/z17の比率が異なっており、m/z17のスペクトルを持つNH<sub>3</sub>の発生が疑われます。しかしながら、m/z18の挙動からH<sub>2</sub>Oも発生していることがわかり、m/z17はNH<sub>3</sub>とH<sub>2</sub>Oの両成分が合わさったプロファイルとなります。したがってNH<sub>3</sub>のみの挙動はとらえづらくなります。

これに対し、PI結果をみるとm/z18は検出されておらず、250～350℃付近でm/z17の顕著な発生ピークが確認でき、500℃までは緩やかなガスの発生が続いています。PI法は真空紫外光を照射してその光エネルギーでイオン化する手法となり、NH<sub>3</sub>はPIの光エネルギーよりもイオン化エネルギーが低いイオン化されm/z17として検出されますが、H<sub>2</sub>Oは

PIの光エネルギーよりもイオン化エネルギーが高いためイオン化されず検出されません。つまり、PIの結果で見られるm/z17の挙動はNH<sub>3</sub>のみの発生挙動を表していることになり、EI法では判断しにくいNH<sub>3</sub>の発生挙動を明確に確認することができています。

今回のように、アンモニアの発生挙動を確認する際において、水が同時発生する系ではPI法による測定は大変有効であるといえます。

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



### STA/GC-MS

#### STA-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。



### ThermoMass Photo

#### 示差熱天秤-光イオン化質量分析測定装置

発生ガスを高精度に質量分析。分子を壊さずにそのまま計測できる熱分析装置です。