<u>rigaku.comで見る</u>

B-TA2017 - PI法によるアンモニアガスの検出

はじめに

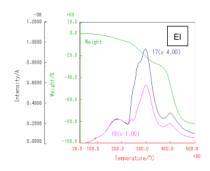
アンモニア(NH3)が発生する際に水(H2O)が同時発生した場合、一般的なイオン化法であるEI法(電子イオン化法)で測定するとNH3の分子イオンであるm/z17がH2Oのフラグメントイオンでもある為、NH3とH2Oが合わさったシグナルが検出され、切り分けが難しくなります。しかし、ソフトイオン化法であるPI法(光イオン化法)ではNH3の分子イオンのみを検出し、且つイオン化エネルギーの違いから、H2Oは検出されない(イオン化されない)ため、NH3の発生挙動を詳細に捉えることができます。

ここで、熱分解した際にH2OとNH3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を比較しました。

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。



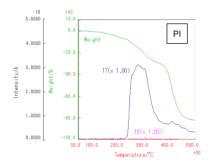


図1 TGおよびm/z17,18のMSイオンサーモグラム (左:EI、右:PI)

EIでは H_2 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。 $50\sim220$ °C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_2 Oのみが発生していると考えられます。これに対し220°C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_3 の発生が疑われます。しかしながら、m/z18の挙動から H_2 Oも発生していることがわかり、m/z17は NH_3 と H_2 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_3 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、NH₃はPIの光エネルギーよりもイオン化エネルギーが低いためイオン化されm/z17として検出されますが、H2O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 $_3$ 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 $_3$ 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



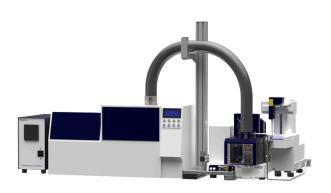


TG-DTA/GC-MS

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。

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。



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