アプリケーションノート　B-TA2018

rigaku.comで見る

B-TA2018 - 硫酸アンモニウムの発生ガス分析

はじめに

硫酸アンモニウムは代表的な窒素肥料の一つで、医薬品原料や食品・生化学分野など、用途は多岐にわたっています。硫酸アンモニウムを加熱することによりどのようなガスが発生するかを確認する為に発生ガス分析を行いました。イオン化法はEI法（電子イオン化法）とPI法（光イオン化法）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

硫酸アンモニウムをHe雰囲気で室温～500°Cまで20°C/minで昇温しました。
装置はThermoMass photoを用い、EIおよびPI法にて測定しました。
図1に、EIで主に検出したm/zのMSイオンサーモグラムを示します。

H2Oが発生すると、H2Oの分子イオンでああるm/z18とフラグメントイオンであるm/z17が検出されます。H2Oのスペクトル比率は通常、m/z18が4に対してm/z17が1となりますが、200～400°CではM/z17がその比率よりも大きい強度を示しています。これはNH3の分子イオンでもあるm/z17がNH3とH2Oの両成分が合わさったプロファイルを示しているとみられ、NH3とH2Oの同時発生が示唆されます。

また、300～400°CではM/z64も検出しており、SO2が発生していると考えられます。

次に、図2にPIで検出したm/zのMSイオンサーモグラムを示します。

PI結果をみるとm/z17のみが検出しており、200～300°Cで顕著な発生ピーク、300～400°Cでもう一つの発生ピークが確認できました。

PIでのm/z17のプロファイルはNH3のみを示しており、特に水が同時発生する系でNH3の発生挙動を確認するにはPI法が大変有効であることがわかります。

一方で、PIではH2OやSO2はイオン化されない為、m/z18、64は検出されていません。一般的に、無機ガスはイオン化エネルギーが高く、PIではイオン化しないものが多いため、無機ガスの検出を目的とした測定はEIが適しています。

このように、目的のガス種に応じてイオン化法を使い分ける、もしくは併用することで、より明確な発生ガス分析を行うことが出来るといえます。

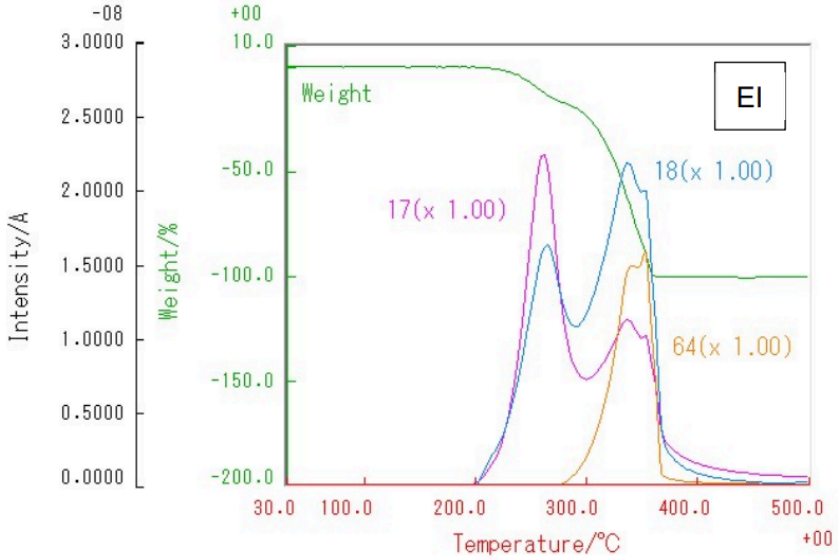


図1　TGおよびEIにおけるMSイオンサーモグラム（m/z17,18,64）

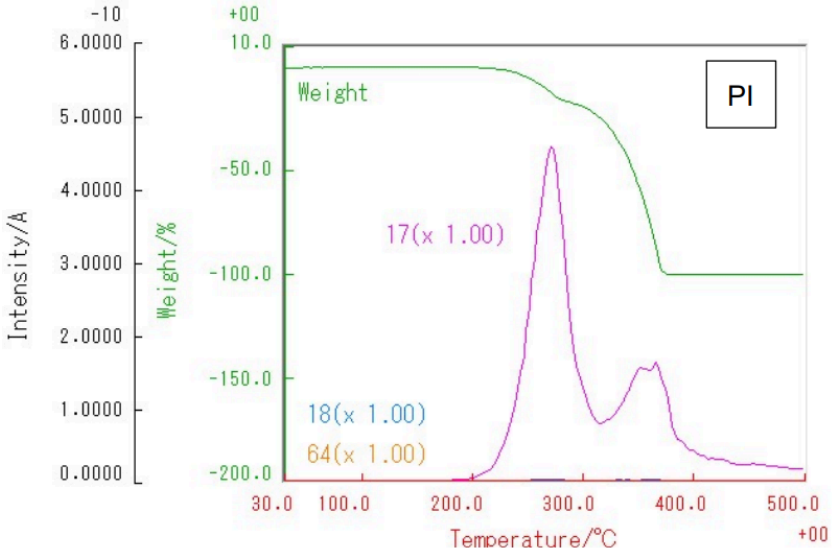
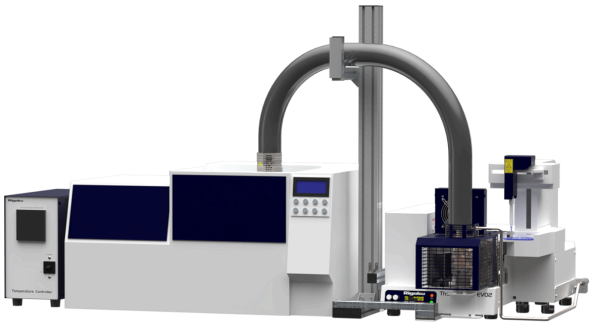


図2　TGおよびPIにおけるMSイオンサーモグラム（m/z17,18,64）

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

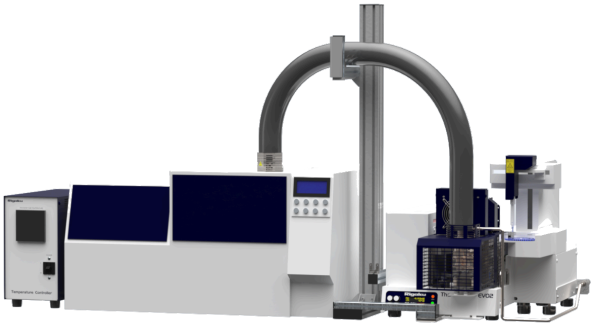


TG-DTA/GC-MS

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