

## TG-FTIRによる発生ガス分析

### Evolved Gas Analysis by TG-FTIR

#### はじめに

##### Introduction

TG-FTIRでは温度変化に伴う試料の蒸発、分解などの質量変化をTG側で定量的に測定し、それに伴って発生するガスのスペクトルをFTIR側で測定することにより定性分析も同時に行うことができます。なお成分の定性、微量添加剤の

分析、組成分析、未反応物質の分析、熱分解機構の解析等への応用が可能です。

ここではシュウ酸カルシウムとポリエチレンテレフタレート (PET) を測定した例をご紹介します。

A. Naganishi

#### TG-FTIRのシステム構成

##### Composition of TG-FTIR

試料加熱によってTGから発生したガスは保温パイプを通じてFTIR試料室に設置したガスセルへ導入、スペクトルが測定されます。ガスセルを通過する試料は赤外吸収の変化に応じてFTIR側でIRクロマトグラムとしてモニターされます。測定が終了した後に、時間(温度)ごとのスペクトルを取り出して定性を行うことが可能となります。



Fig.1 TG-FTIRシステム  
TG-FTIR System

#### シュウ酸カルシウムの分析

##### Analysis of $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

シュウ酸カルシウム一水和物を  $20^\circ\text{C}/\text{min}$  で加熱した時の、TG-DTA曲線をFig.2に示しました。Fig.3にはIRスペクトルを3Dで表示しました。またFig.4は $\text{CO}_2$ と $\text{H}_2\text{O}$ の吸収波数である  $2361\text{ cm}^{-1}$  と  $1508\text{ cm}^{-1}$  付近の吸光度変化をプロットしたIRクロマトグラムです。更に、Fig.5はFig.4の  $175^\circ\text{C}$ 、 $460^\circ\text{C}$ 、 $720^\circ\text{C}$  のスペクトルを抽出したものです。ここからFig.2の  $175^\circ\text{C}$  付近では $\text{H}_2\text{O}$ の蒸発が起こり、 $460^\circ\text{C}$  付近では、発生した $\text{CO}$ と酸化された $\text{CO}_2$ が観察され、 $720^\circ\text{C}$  付近では $\text{CO}_2$ が発生していることがわかります。

Table 1 測定条件  
Analytical Conditions

Heating rate	: $20^\circ\text{C}/\text{min}$
Atmosphere	: air
Resolution	: $8\text{ cm}^{-1}$
Interval	: 15 sec
Detector	: DLATGS
Cell Temperature	: 150

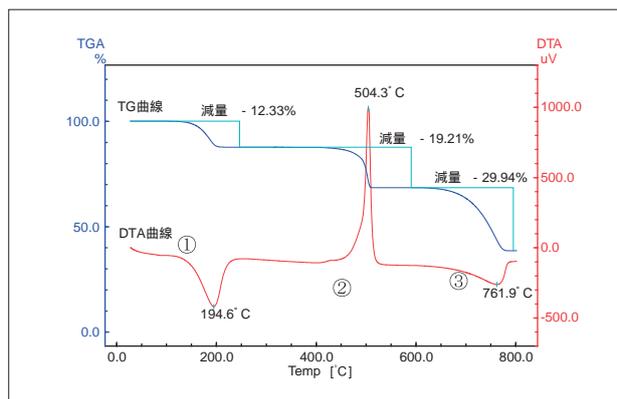


Fig.2 シュウ酸カルシウムのTG-DTA曲線 (空气中)  
TG-DTA Curves of  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  in Air

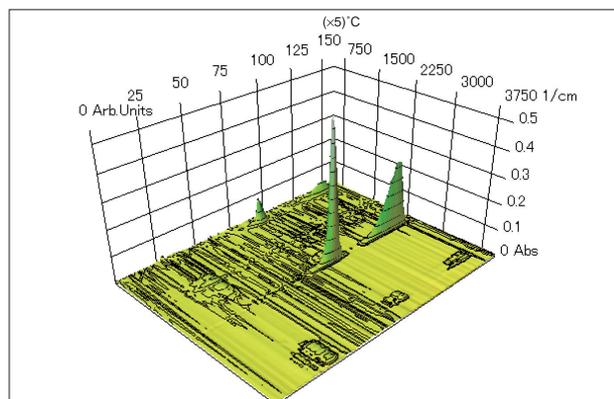


Fig.3 IRスペクトルの3D表示  
3D Display of IR Spectra

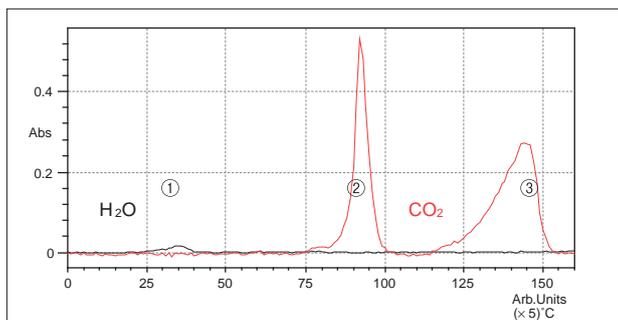


Fig.4 IRクロマトグラム(Fig.3から抽出)  
IR Chromatograms Extracted from Fig.3

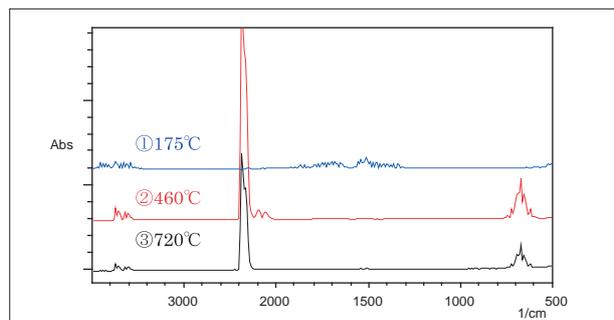


Fig.5 Fig.4より抽出したIRスペクトル  
IR Spectrum Extracted from Fig.4

## ポリエチレンテレフタレート (PET) の分析

### Analysis of PET

PETを空気雰囲気中、20 /minで加熱した時のTGおよびTGの微分曲線をFig.6に示しました。D-TG曲線で2つのピークが現れており、Fig.7で3D表示したIRスペクトルにもこれに対応した吸収が確認できます。またFig.8はCO<sub>2</sub>とカルボニル基の吸収波数である2361 cm<sup>-1</sup>と1760 cm<sup>-1</sup>付近のIRクロマトグラムです。このFig.8の から の矢印部分から抽出したスペクトルをFig.9に示しました。このIRスペクトル解析により2回に分かれたCO<sub>2</sub>の発生とは別に前半の安息香酸の急激な発生と緩やかなエステル化合物の発生が推定されます。

Table 2 測定条件  
Analytical Conditions

Heating rate	: 20 °C/min
Atmosphere	: air
Resolution	: 4 cm <sup>-1</sup>
Interval	: 30 sec
Detector	: DLATGS
Cell Temperature	: 200

\*Fig.6-9 : SHIMADZU (ASIA PACIFIC) PTE LTD.にて測定

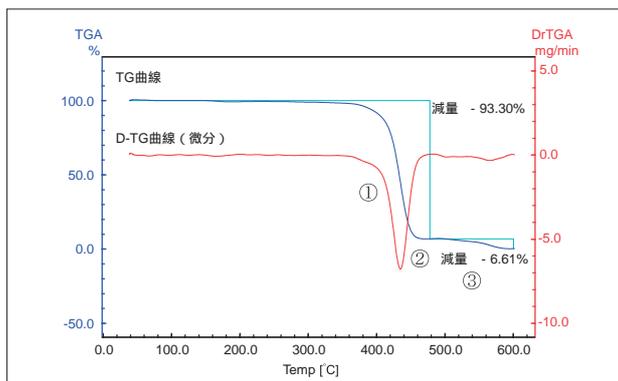


Fig.6 PETのTG, D-TG曲線 (空気中)  
TG and D-TG Curves of PET in Air

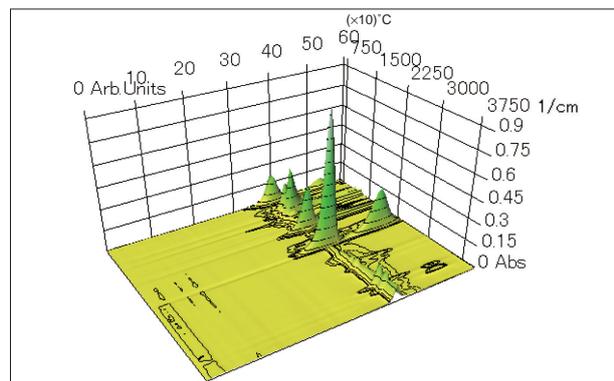


Fig.7 IRスペクトルの3D表示  
3D Display of IR Spectra

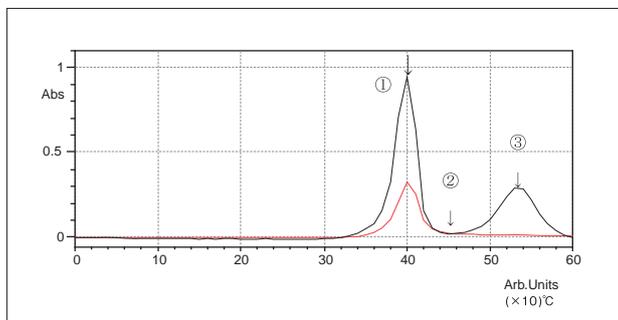


Fig.8 IRクロマトグラム(Fig.7から抽出)  
IR Chromatograms Extracted from Fig.7

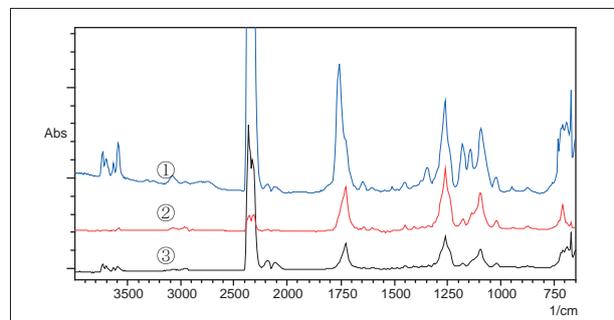


Fig.9 Fig.8より抽出したIRスペクトル  
IR Spectrum Extracted from Fig.8

初版発行：2009年3月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。