

TG-FTIRによるポリエチレンテレフタレートの分析

Analysis of Polyethylene terephthalate by TG-FTIR

FTIRの複合分析手法として、比較的簡便に行えるのが熱重量測定装置(TG)と結合させたTG-FTIRです。TG-FTIRでは、温度変化に伴う試料の分解、蒸発などの質量変化がTG側で定量的に測定され、それに伴って発生する

ガスのスペクトルがFTIR側で測定されることにより定性分析も同時に行なうことができます。今回は試料としてポリエチレンテレフタレートを窒素および空気雰囲気中で分析した例をご紹介します。

S.Takeuchi

TG-FTIRシステムの構成

Composition of TG-FTIR

TG-FTIRの構成をFig.1に示しました。TGから排出されたガスは温調された導入パイプを通してFTIRの試料室に設置されたガスセルに導かれ、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、任意のスペクトルを取り出して定性を行なうことができます。

今回使用したガスセルは光路長10 cmのもので、内径も太いため検出器は標準検出器を用いました。

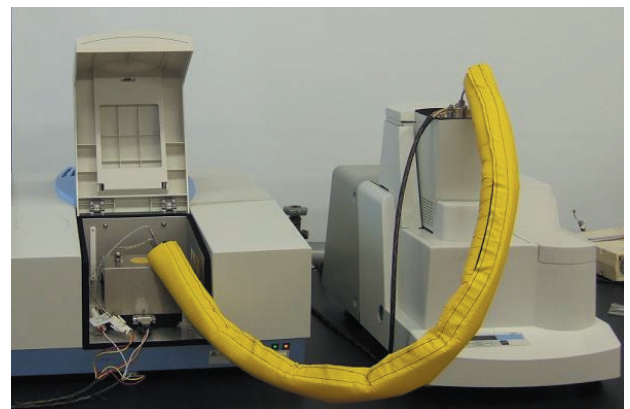


Fig.1 TG-FTIRシステムの外観
TG-FTIR System

ポリエチレンテレフタレートの分析

Analysis of PET

ポリエチレンテレフタレートを窒素および空気雰囲気中、20 /minで加熱したときのTGおよびTGの微分曲線(D-TG曲線)をFig.2, Fig.3に示しました。またそれぞれに対応するIRスペクトルを3D表示でFig.4, Fig.5に示しました。

Table 1 測定条件
Analytical Conditions

Resolution	: 4cm ⁻¹
Interval	: 30sec
Detector	: DLATGS
Cell Temperature	: 200°C

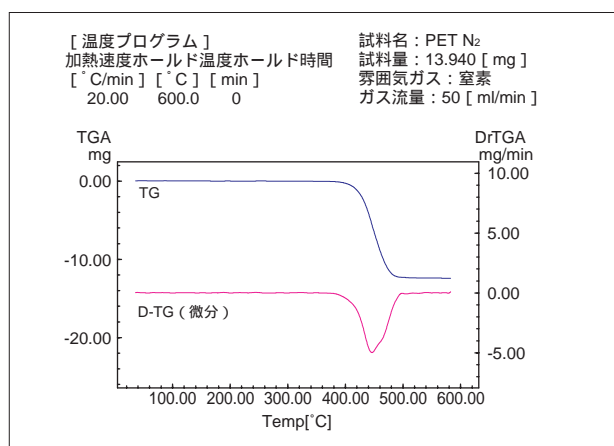


Fig.2 PETのTG D-TG曲線(窒素雰囲気)
TG and D-TG Curves of PET (in N₂ atmosphere)

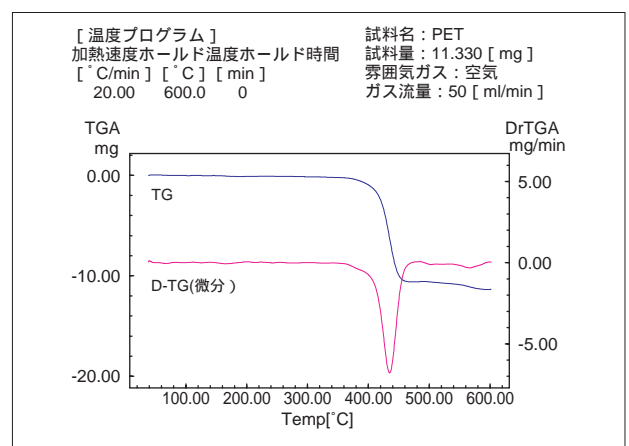


Fig.3 PETのTG D-TG曲線(空気雰囲気)
TG and D-TG Curves of PET (in Air atmosphere)

空気中での測定ではFig.3のD-TG曲線で440 , 570 付近に二つのピークが現れており, Fig.5のIRスペクトルにもこれに対応した吸収が確認できます。

Fig.6, Fig.7はCO₂およびカルボニル基の吸収波数である2361 cm⁻¹および1760 cm⁻¹付近の吸光度変化を時間軸に対してプロットしたIRクロマトグラムです。これにより発生ガスの状態が確認できます。このIRクロマトグラムを参考にFig.6の41番目のスペクトルを抽出したものを,

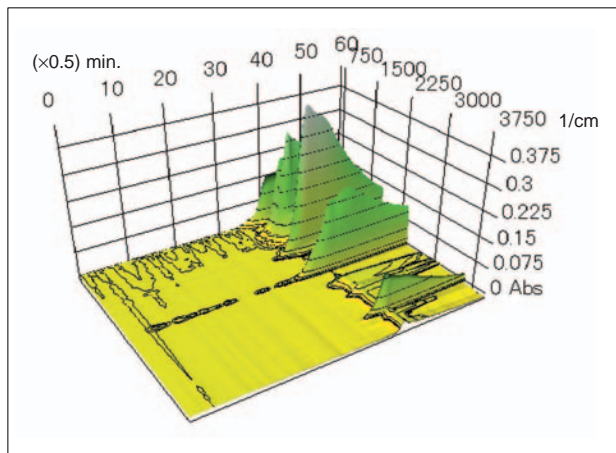


Fig.4 IRスペクトルの3D表示(窒素雰囲気中)
3D display of IR Spectra (in N₂ atmosphere)

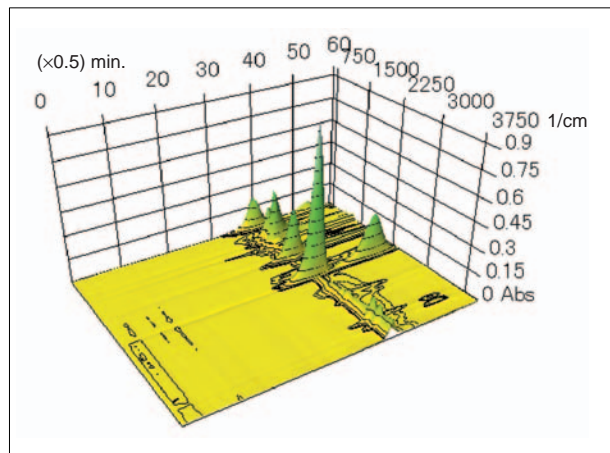


Fig.5 IRスペクトルの3D表示(空気雰囲気中)
3D display of IR Spectra (in Air atmosphere)

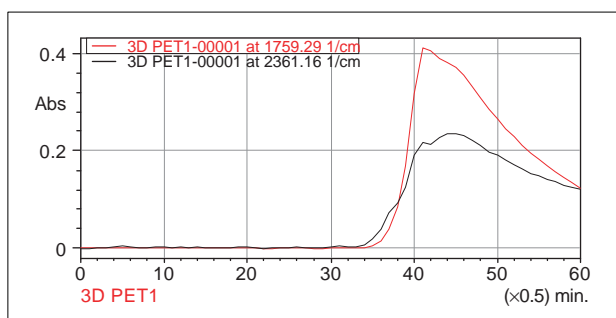


Fig.6 IRクロマトグラム(Fig.4から抽出)
IR Chromatograms extracted from Fig.4

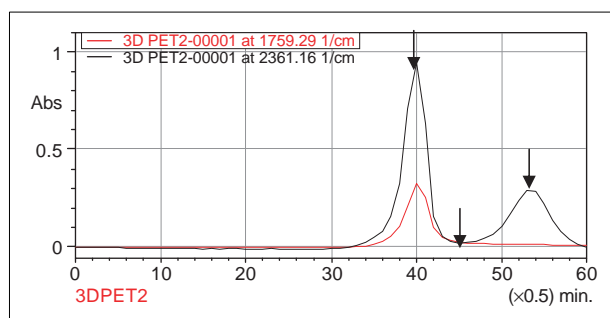


Fig.7 IRクロマトグラム(Fig.5から抽出)
IR Chromatograms extracted from Fig.5

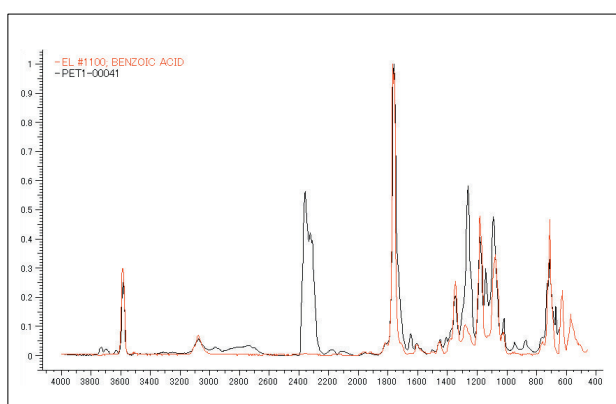


Fig.8 Fig.6より抽出したIRスペクトルと検索結果
IR Spectrum extracted from Fig.6 and Searched Spectrum

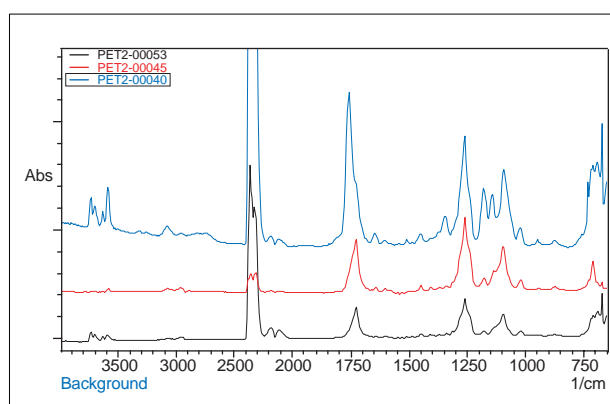


Fig.9 Fig.7より抽出したIRスペクトル
IR Spectra extracted from Fig.7

検索結果と重ねてFig.8に示しました。この結果より, 窒素中の測定では, CO₂のほか安息香酸が主成分であることが予想されます。

一方, 空気中の測定結果であるFig.7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。2回に分かれたCO₂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観測されます。