

# 製品・材料の加熱発生ガス分析

## ～ニチアスにおける分析手法と有機ガスの分析事例～

研究開発本部 分析解析部

### 1. はじめに

当社は、「断つ・保つ」<sup>®</sup>の技術からなるさまざまな製品を取り扱っている。これらの製品の中には、断熱材をはじめ、加熱環境下で使用されるものも多い。製品使用時における周辺への影響や安全性を評価するためには、製品や材料を加熱した際に発生するガスの分析が重要となる。発生ガスを多角的に評価するため、当社では複数の手法を組み合わせた分析を行っている。

本稿では、当社が保有する製品・材料の加熱発生ガス分析の手法と、有機ガスの分析事例を紹介する。

### 2. 発生ガス分析の手法

製品や材料を加熱した際に発生するガスには、有機ガスのほか、腐食性のある無機ガス（イオン成分など）も含まれる。図1および表1に、当社が保有するガス分析手法と装置概略を示す<sup>1)～3)</sup>。

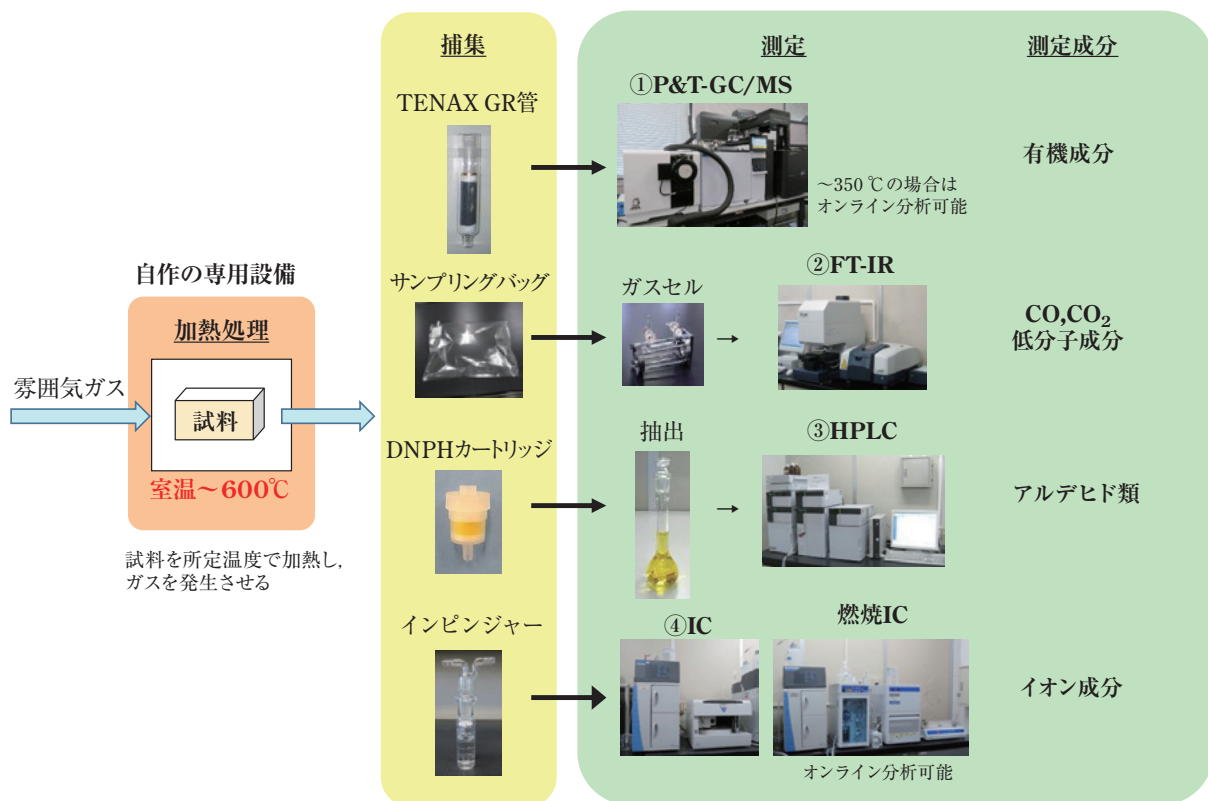


図1 加熱発生ガス分析の概略

表1 発生ガス分析の装置と概略

装置	装置詳細名称	主な測定成分	定量範囲
P&T-GC/MS	パージ&トラップーガスクロマトグラフ質量分析計	一般的な有機成分, 臭気成分	ppb ~ 0.1wt%
FT-IR	フーリエ変換赤外分光光度計	CO, CO <sub>2</sub> , その他低分子ガス成分	主に定性分析
HPLC	高速液体クロマトグラフ	アルデヒド類	ppm ~ wt%
燃焼IC	燃焼イオンクロマトグラフ	イオン成分	ppm ~ wt%
GC/FID	ガスクロマトグラフ/水素炎イオン化型検出器	有機成分	ppm ~ wt%
GC/TCD	ガスクロマトグラフ/熱伝導度検出器	H <sub>2</sub> , CO, CO <sub>2</sub> , その他ガス成分	ppm ~ wt%
EGA-MS	発生ガス質量分析計	一般的なガス成分	発生挙動分析

製品の使用環境によって懸念される成分が異なるため、複数の分析手法を保有することで、幅広い評価を可能としている。図1に示した手法について、以下に概要を示す。

①パージ&トラップーガスクロマトグラフ質量分析法 (P&T-GC/MS)

加熱脱着装置のP&TとGC/MSを連結したもので、有機ガスの定性および定量分析ができる。Buchem B.V.製 TENAX® GRなどの吸着剤を充てんした捕集管にガスを捕集し、分析することもできる。

②フーリエ変換赤外分光光度法 (FT-IR)

赤外吸収スペクトルのパターンにより物質の同定を行う手法である。各ピークの強度により、定量分析もできる。低分子ガスについては、捕集したガスをガスセルに充てんし、FT-IRで測定する。

③高速液体クロマトグラフ法 (HPLC)

液体試料中の成分を分離し、定性・定量分析ができる。アルデヒド類は、誘導体化試薬を含浸したカートリッジにガスを捕集し、その抽出液をHPLCにて測定する。

④イオンクロマトグラフ法 (IC)

水溶液中のイオン成分を分離・定量分析ができる。ガスを酸またはアルカリ吸収液に捕集した後、ICにて測定する。目的によって、燃焼イオンクロマトグラフにてオンライン分析することもある。

これら手法の中から、分析対象成分や目的に応じて適切な手法を選択する。

発生ガスの中でも、有機ガスは多種多様な成分

がある。そのため、有機ガスの測定は詳細な情報が得られるGC/MSを用いる。試料の加熱前処理にP&Tを適用すると、オンライン分析が可能となる。また、市販のP&T装置の上限温度(350℃程度)を超える高温(上限600℃)での評価にも対応できるよう、当社では自作の加熱設備を保有している。

有機ガスの分析手法としては、ほかにEGA-MS法(発生ガス質量分析法)も有している<sup>4)</sup>。EGA-MSは、図2に示すように、温度を調整できる熱分解装置と質量分析計(MS)を直結しており、試料を連続的に加熱し、温度上昇に伴って発生する有機ガス成分の挙動を測定することができる。これにより、各成分がどの温度域で放出されるかといった温度特性を把握することが可能である。

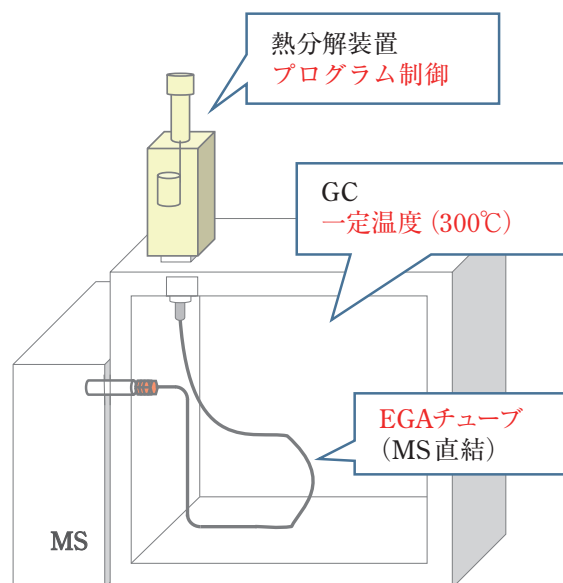


図2 EGA-MS法の概要

出典) フロンティア・ラボ株式会社  
マルチショット・パイロライザー EGA/PY-3030Dカタログより一部加筆

### 3. 有機ガスの分析事例

断熱材は、無機繊維や鉱物系材料など、さまざまな材料から構成されている。これらの材料の一つとしてシリカ系材料があり、親水性のものと疎水性を有するものに分類される。疎水性シリカは、親水性シリカを化学的に処理することによって製造され、その表面は疎水性を示す有機系官能基で覆われている。この表面官能基の加熱による変化の情報は、材料の特性として重要である。

ある疎水性シリカについて、加熱により有機ガスを脱離させ、その発生ガス成分を分析することで、表面官能基の情報が得られると考えた。そこ

で、オンライン分析ではできない350℃以上の高温加熱によるP&T-GC/MS（以降、高温P&T-GC/MS）およびEGA-MSを実施したので、その内容を紹介する。

高温P&T-GC/MSでは、空気中において試料を600℃で加熱処理し分析を実施した。図3にTICクロマトグラムを示す。分析の結果、エタノールおよびトリメチルシラノールが顕著に検出された。これらは疎水性シリカの表面官能基に由来する成分であると推測される。

次に、EGA-MSを実施した。試料は50℃から600℃まで昇温しながら測定した。図4には、全有機ガス成分に加え、高温P&T-GC/MSで特定し

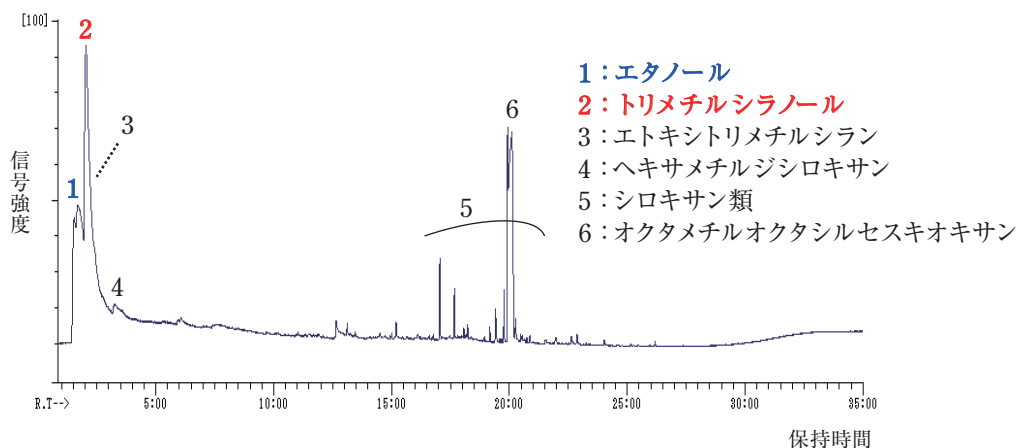


図3 疎水性シリカのTICクロマトグラム<sup>注)</sup> (加熱条件：600℃×30min, 空気中)

注) トータルイオンクロマトグラム (TICクロマトグラム) は、検出された全ての質量電荷数 (m/z) の合計強度を、保持時間に対してプロットしたものである。各ピークのマススペクトルを解析し、検出成分の定性を行う。

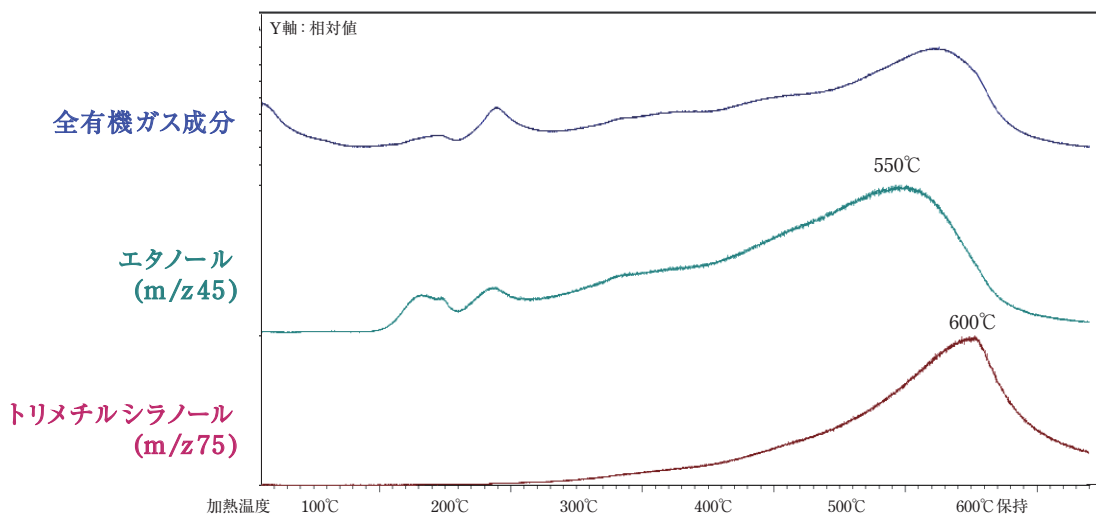


図4 疎水性シリカのEGA-MSサーモグラム (昇温条件：50-600℃ 20℃ /min, He中)

たエタノールおよびトリメチルシラノールに特徴的な質量電荷数 (m/z) に基づき、それぞれの成分のEGA-MSサーモグラムを示す。EGAサーモグラムから、ガスの発生が顕著になり始める温度域はおおよそ500℃付近であり、一般的な有機物の分解温度よりも高温であることが分かった。この結果より、エタノールおよびトリメチルシラノールは官能基の脱離に伴い発生したものと推定される。

高温P&T-GC/MSおよびEGA-MSの結果、図5のように、疎水性シリカの表面官能基はエトキシ基およびメチル基であると特定することができた。

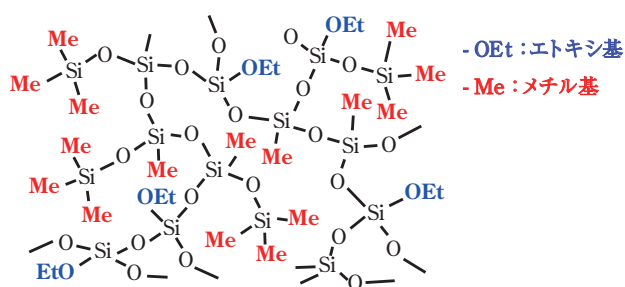


図5 疎水性シリカのイメージ図

## 4. おわりに

本稿では、当社が保有する加熱発生ガス分析手法について、事例を交えて紹介した。当社では、製品を安心してご使用いただけるよう、自社製品や材料に関するさまざまな分析に対応している。今後も分析手法の拡充を進め、各位にご満足いただける分析結果を提供していく所存である。

### 参考文献

- 1) 廣瀬. 高温加熱時の発生ガス分析. ニチアス技術時報. No.359, p. 21-24 (2012)
- 2) ニチアスの分析・解析技術. ニチアス技術時報. No.365, p. 9-11 (2014)
- 3) 「断つ・保つ」® 技術を支える分析～ニチアスの保有する分析技術の概要～. ニチアス技術時報. No.403, p. 16-19 (2023)
- 4) 尾上・廣瀬. 前処理法を用いたGC-MSによる分析. ニチアス技術時報. No.400, p. 10-15 (2023)

\*本稿の測定値は参考値であり、保証値ではございません。  
 \*「TENAX」はBuchem B.V. 社の登録商標です。  
 \*「断つ・保つ」はニチアス(株)の登録商標です。

ニチアスの半導体市場向け製品

# 「断つ・保つ」® 技術で ITの発展を支えます。

5G、AI、自動運転… ITの進化を支える半導体製造装置を  
ニチアスの半導体市場向け製品が支えています。

**薬液移送・貯蔵関連製品**

- 高純度薬液移送用チューブ  
ナフロン® PFA-UGチューブ
- ビードレス配管部品  
ナフロン® 溶着チューブ
- ふっ素樹脂製薬液貯蔵槽  
ナフロン® PTFE角槽
- ふっ素樹脂製薬液貯蔵タンク  
ナフロン® タンクライニング

**配管シール関連製品**

- シール材  
ブレイザー® ネクスト  
ブレイザー® Oリング-A

**その他関連製品**

- 配管加熱・保温用ジャケットヒーター  
プレノ® ヒーター
- 低濃度ガス除去用ケミカルフィルター  
ケミカルガード®

※®が付されている名称はニチアス(株)の登録商標です。

ニチアス