

采用多功能裂解器 解决分析中遇到的问题

- 聚合物
- 法证
- 能量
- 添加剂
- 涂层
- 橡胶
- 粘合剂
- 油墨
- 纸张与纤维
- 消费品
- 环境
- 耐气候性测试

A. 聚合物

- A-1 分析聚(甲基丙烯酸甲酯)链中的聚合试剂(p3)
- A-2 通过裂解-气相色谱分析完全聚合的聚(甲基丙烯酸甲酯)的端基基团 (p 4)
- A-3 聚对苯二甲酸丁二酯(PBT)单体组成分析 (p 5)
- A-4 聚缩醛(PA)的序列分布研究 (p 6)
- A-5 聚丙烯 (PP)中受阻胺光稳定剂 (HALS)的测定(p 7)
- A-6 聚碳酸酯中残留双酚A的测定 (p 8)
- A-7 衍生化裂解气相色谱测定聚碳酸酯的平均分子量 (p 9)
- A-8 聚酰亚胺加工过程中腐蚀性气体的分析 (p 10)
- A-9 一种重要的氨基多聚糖壳多糖的分析
- A-10 基于壳多糖混合体系的热分析 (p 12)

B. 法医

- B-1 对天然蜡进行衍生化裂解气相色谱分析得到的数据进行统计学分析 (p 13)
- B-2 未知纤维样品的快速司法鉴定(p 14)
- B-3 采用裂解气相色谱质谱法对植物纤维的简单区分 (p 15)
- B-4 采用裂解气相色谱质谱法对黑色圆珠笔墨水进行区分 (p 16)

C. 能量

- C-1 大豆油中多不饱和脂肪酸组成分析 (PUFA) (p 17)
- C-2 采用衍生化裂解气相色谱对浮游动物中脂肪的高灵敏测定(p 18)
- C-3 采用衍生化裂解气相色谱对海藻中脂肪酸组成的分析 (p 19)

D. 添加剂

- D-1 陶瓷复合材料的分析 (p 20)
- D-2 聚乙烯 (PE) 中二叔丁基对甲酚(BHT)的分析 (p 21)
- D-3 聚苯乙烯中添加剂的识别 (p 22)
- D-4 采用EGA-AED对聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBT)中阻燃剂的分析 (p 23)
- D-5 聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBT)中阻燃剂的分析 (p 24)

E. 涂层

- E-1 衍生化裂解气相色谱对天然树脂虫胶的分析 (p 25)
- E-2 紫外光固化丙烯酸树脂的网络分析 (p 26)
- E-3 加热食品包装膜释放气体分析 (p 27)
- E-4 聚偏二氯乙烯膜 (PVDC) 释放有毒气体 (p 28)
- E-5 采用EGA-GC/MS对食品包装膜(聚丙烯与尼龙)的分析(p 29)

F. 橡胶

- F-1 氰基丁二烯 (NBR) 橡胶中抗氧化剂的测定 (p 30)
- F-2 复合橡胶的分析 (p 31)
- F-3 异戊二烯-丁二烯-苯乙烯混合橡胶的组成成分分析 (p 32)
- F-4 采用添加剂谱库对橡胶中未知抗降解剂的识别 (p33)
- F-5 采用EAG谱库与EGA聚合物物质谱库对橡胶组成的分析 (p 34)

G. 粘合剂

- G-1 粘合剂组成分析 (EGA and F-Search) (p 35)
- G-2 粘合剂组成分析 (EGA and Heart-cut-GC/MS) (p 36)
- G-3 环氧树脂加工过程分析 (p 37)

H. 油墨

- H-1 打印机油墨的EGA-MS分析 (p 38)
- H-2 打印机油墨中心切割GC/MS分析(p 39)

I. 纸张与纤维

- I-1 纸张中烷基烯酮二聚体 (AKD) 的分析(p 40)
- I-2 丝绸光降解变化中化学结构的变化 (p 41)

J. 消费品

- J-1 烟草在空气与惰性气体条件下裂解谱图的对比 (p 42)
- J-2 矿物油中表面活性剂的分析 (p 43)
- J-3 两个地区蜂胶的区分 (p 44)

K. 环境

- K-1 聚丙烯 (PP) 颗粒中恶臭组分的分析 (p 45)
- K-2 废塑料中溴系阻燃剂的分析 (p 46)
- K-3 再回收聚丙烯中添加剂的分析 (p 47)
- K-4 聚氯乙烯 (PVC) 中邻苯二甲酸盐热解析温度的测定 (p 48)
- K-5 取样对对聚氯乙烯 (PVC) 中邻苯二甲酸盐热解析结果的影响 (p 49)

L. 耐气候性测试

- L-1 UV光固化树脂释放的挥发性物质分析 (p 50)
- L-2 聚碳酸酯在光/热/氧化条件下降解的研究(p 51)
- L-3 耐冲击性聚苯乙烯材料(HIPS)在光/热/氧化降解作用下的分析 (p 52)
- L-4 采用EGA-MS对耐冲击性聚苯乙烯材料 (HIPS) 在光/热/氧化降解作用下的分析 (p 53)

问题: 通过Py-GC可以分析聚(甲基丙烯酸甲酯)链中的聚合试剂吗?

分析: PMMA(聚甲基丙烯酸甲酯)样品经由两种方法制备: 有聚合试剂与无聚合试剂. 裂解器与配有氢火焰离子(FPD)子化检测器(FID)或火焰光度检测器(FPD)的气相色谱相连. 裂解图中的色谱峰采用配有EI源与CI源的GC-MS定性.

结论: 图1展示了聚甲基丙烯酸甲酯在有聚合试剂(a)与无的情况下, 460°C裂解温度下的裂解谱图. 因为在当温度提高到500°C时, PMMA发生裂解, 约大于90%的裂解产物为MMA单体. 从两个图对比我们可以看出, 裂解图吧中没有色谱峰A到色谱峰I, 因此, 可以被认为并进入到聚合物链中的聚合试剂.

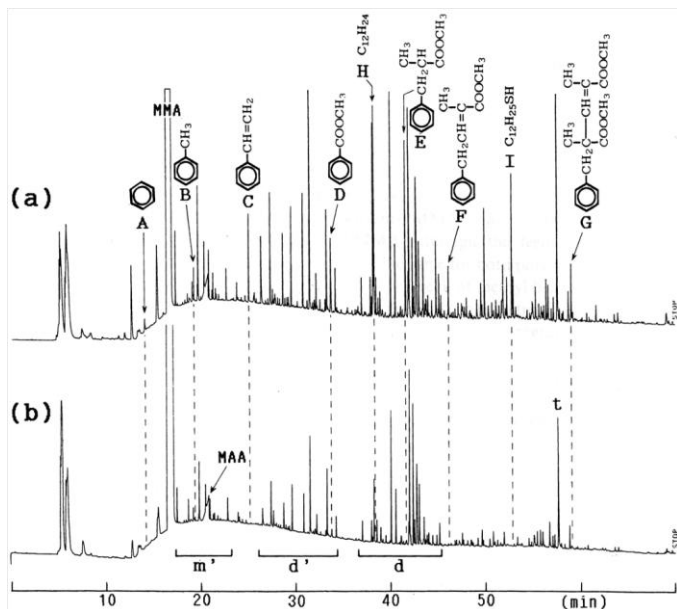


Fig. 1. 聚甲基丙烯酸甲酯的裂解图:

- (a) 含有0.3%过氧化苯甲酰与1.5%正十二硫醇的甲苯溶液
 (b) 无聚合试剂的热裂解谱图

问题: 通过裂解-气相色谱可以测定完全聚合的聚甲基丙烯酸酯 (PMMA) 的端基基团吗?

分析: 氮气条件下, 裂解-气相色谱在 460 °C 裂解条件下对 0.5mg 在含有 BPO 的甲苯中聚合的 PMMA 样品的分析.

结论: 图. 1 分别在含 0.3% BPO 引发剂的甲苯, 苯中聚合的 PMMA 与无引发剂下聚合的 PMMA 样品的裂解色谱图. 通常, 主要的裂解产物 (>95%) 是 MMA 单体. 裂解谱图中的色谱峰 (A 到 G) (a) 从谱图可以看出, 这些产物都含有苯环. 峰 B (甲苯), 峰 C (苯乙烯) 与 F 只有 (a) 中有. 因此, 这三种产品主要来源于并入链末端的溶剂碎片通过链转移到甲苯中.

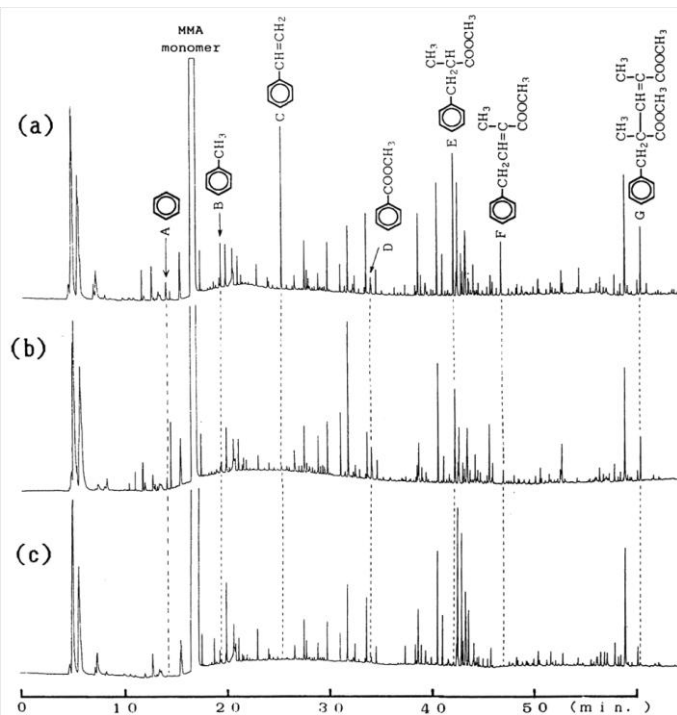


Fig. 1. PMMA样品在 460°C 条件下的裂解色谱图

- (a) 在甲苯中聚合
- (b) 在苯中聚合
- (c) 无引发剂聚合.

问题: 有没有简单的分析方法确定聚对苯二甲酸丁二醇酯 (PBT) 的单体构成?

分析: 当采用裂解气相色谱技术分析缩聚物如聚对苯二甲酸丁二醇酯 (PBT) 时, 在四甲基氢氧化铵 (TMAH) 存在下的反应裂解, 得出甲酯单元的构成。

结论: 图. 1 为 PBT 瞬时裂解色谱图

图2为在 TMAH 存在的条件下, 反应裂解的色谱图瞬时裂解技术得到了酯基分解与脱羧反应的产物, 但是没有单体。

而反应裂解给出 PBT 单体的构成对苯二甲酸的二甲衍生物与 1,4-丁二醇的二甲基衍生物。

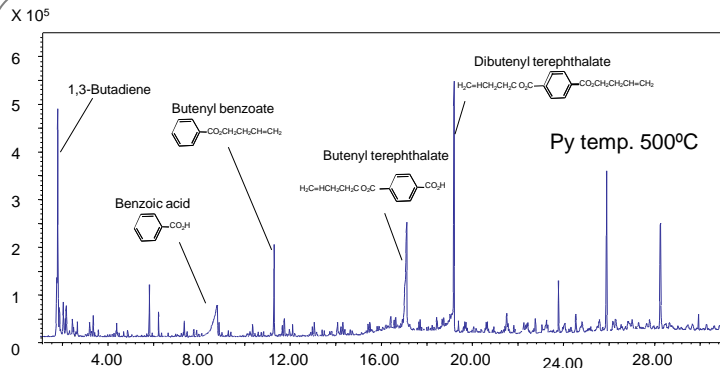


图 1. PBT 瞬时裂解色谱图

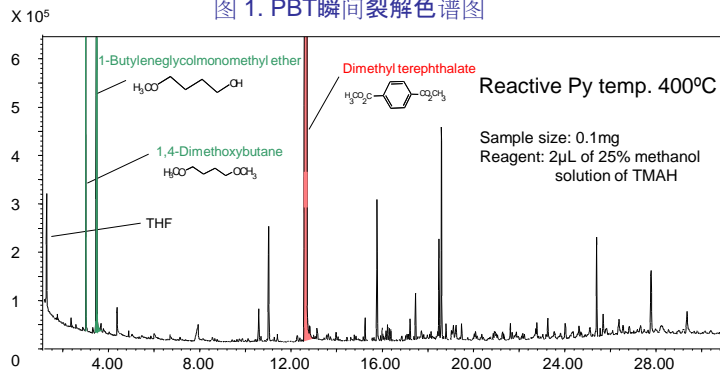


图2. 反应裂解色谱图

Carrier gas: He, Injection port pressure: 103kPa, Split ratio: 1/60,
Separation column: Ultra ALLOY⁺-5 (5% diphenyldimethylpolysiloxane)
L=30m, Id=0.25mm, df=0.25µm, GC oven temp: 38°C~300°C (20°C/min)

问题: 如何测定聚缩醛(PA)的单元序列分布?

分析: 分析多组分共聚物PA, 该共聚物PA 包含氧乙烯单元 [(-OCH₂CH₂-)(E)], 相对于主链的甲醛单元 [(-OCH₂-)(F)], 大概为1-9 mol%。首先将PA与催化剂硫酸钴(CoSO₄·7H₂O)混合冷冻粉碎, 称取的粉末样品放到样品杯中在400°C 中进行反应裂解-GC/MS分析。

结论: 图1为PA反应裂解-GC/MS色谱图。可以看到一系列的由E与F单元构成的环醚。这反应出了E单元在聚合物链中的序列分布。从这些环醚的相对强度, 可以估测E单元在聚合物中的含量以及分布。

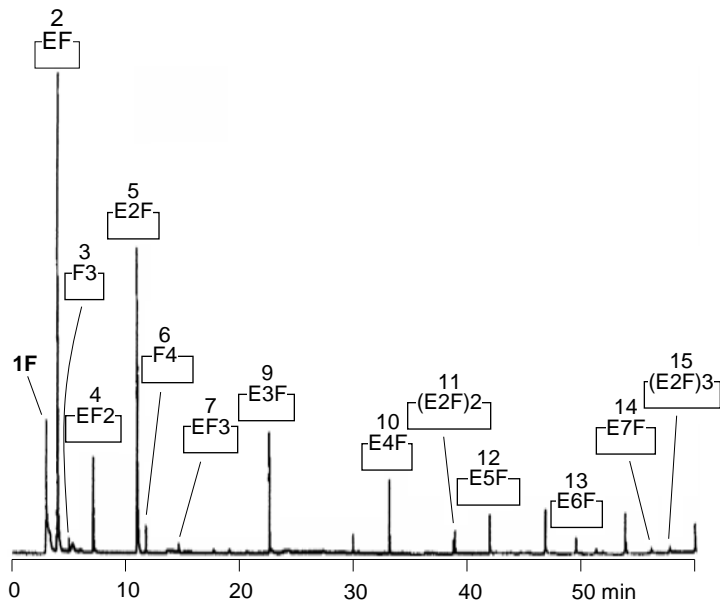


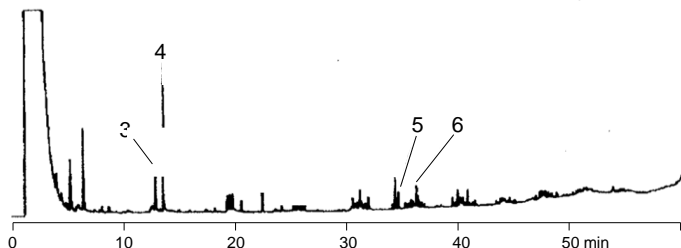
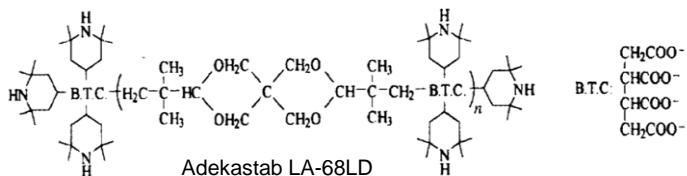
Fig. 1. 共聚甲醛的反应裂解色谱图

Pyrolysis temp.: 400°C, GC oven temp.: 50°C-(5°C/min)-300°C,
Carrier gas flow rate: 50 ml/min, Separation column: poly(methylphenylsiloxane)
L=50 m, id=0.25 mm, di= 0.25 μm, Column flow rate: 1.0 ml/min

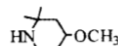
问题: 如何测定聚丙烯(PP)中受阻胺光稳定剂(HALS)?

分析: 高分子量的 HALS 光稳定剂Adekastab LA-68LD [MW=1900], 与抗氧化剂 Irganox 1010 和 irgafos 168 被加到PP 聚合物样品中. 加入 TMAH PP 经由反应热解析-GC分析 (RTD-GC).

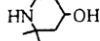
结论: 图1 为含有10,000 ppm HALS的PP在TMAH存在下, 在300°C得到的色谱图. 在这张色谱图中, HALS 反应产物哌啶 (3,4) 与螺环 (5,6) 可以被清楚的观察到, 而没有PP聚合物主链基质的影响. RSD 值小于5%。



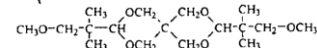
3



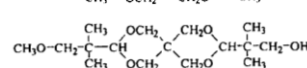
4



5



6



i, j

Peaks derived from Irgafos 168

k

Peaks derived from Irganox 1010

Fig. 1. 聚丙烯RTD-GC色谱图

问题: 有没有比较好的方法分析聚碳酸酯(PC)中的双酚A残留?

分析: 当用热解析(TD)-GC/MS 进行分析时, PC产品的分解会产生少量的双酚A残留, 使双酚A的测定变的异常困难。这里分析时, 将残留双酚A转变成热稳定的三甲基硅烷基衍生物。将10 mg PC 样品放在小瓶中, 随同一起加入700 μL 二氯甲烷, 300 μL N,O-bis(trimethylsilyl)acetamide (TMS-BA)。然后将小瓶在70°C 加热1小时。然后将10 μL 反应混合加入的样品杯中进行进行TD-GC/MS 分析。

结论: 反应方程式1 为双酚ATMS-衍生化反应图1为反应产物的TD-GC/MS 的色谱图。从反应1可以看出, 双酚A的两端都进行了TMS-衍生化。采用校准曲线法测定PC中双酚A的含量为 1,170 ppm, 重现性为良好 (RSD=4.7%, n=5)。



Scheme 1. TMS-derivatization of Bisphenol A

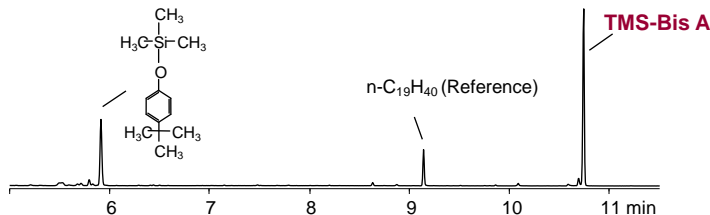


Fig. 1. Chromatogram of TMS-derivatized PC sample obtained by TD-GC/MS

Pyrolyzer furnace temp.: 100-300°C (100°C/min), GC oven temp.: 100-300°C (20°C/min, 5 min hold)
Separation column: Ultra ALLOY-5 (5% diphenyl 95% dimethylpolysiloxane, L=30 m, id.=0.25 mm, df=0.25 μm), Carrier gas flow rate: 1.0 mL/min, split ratio: 1/50

问题: 如何测定聚碳酸酯的平均分子量?

分析: 采用溶剂法合成的聚碳酸酯样品(PC)。称取约 50 μg 冷冻磨碎的PC样品, 在 1 μL 25wt% TMAH 甲醇溶液存在下, 在 400 $^{\circ}\text{C}$ 条件下进行Py-GC分析。

结论: 图 1 为PC样品在TMAH存在下, 于400 $^{\circ}\text{C}$ 高温的裂解图。在裂解图中, 可明显看到两个来源于PC样品端基与主链的色谱峰, *p*-*tert*-butylanisole (峰 A) 与 dimethylether of bisphenol-A (峰 B)。由于SM-PC 的两端都由 *p*-*tert*-butylphenoxy 基团进行封端, 样品(M_n)的平均分子量可以从峰值强度进行估测(方程式 1 与 2): 。DP为聚合程度, I_A 与 I_B 为峰A与峰B的强度, 因子10.2与15.4 是两种化合物在火焰离子化检测器中的有效碳原子数(ECN)。254与326是方程2分别是单体与两端基的分子量。

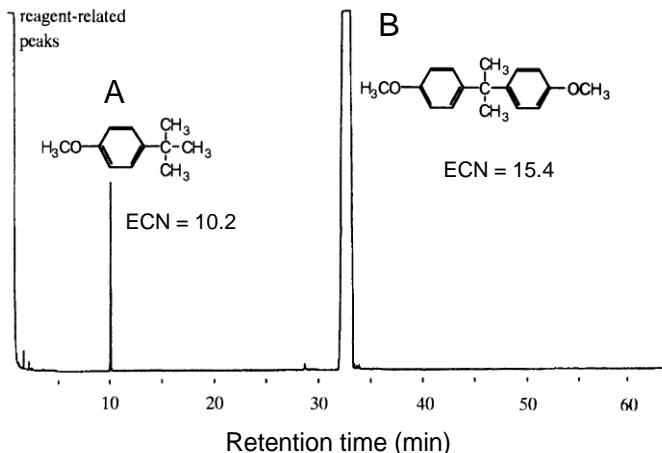


Fig. 1. Pyrograms of PC sample obtained at 400 $^{\circ}\text{C}$ in the presence of TMAH.

Pyrolysis temp. : 400 $^{\circ}\text{C}$, GC oven temp. : 50 $^{\circ}\text{C}$ - (4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$)-300 $^{\circ}\text{C}$
 Separation column : Poly(dimethylsiloxane), Length 25mm, 0.25mm i.d., Film thickness 0.25 μm
 Carrier gas flow : 50 ml/min, Column flow : 1.3 ml/min, Detector: FID

$$DP = \frac{I_B/15.4}{(I_A/10.2)/2} \quad (1)$$

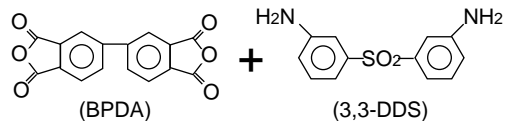
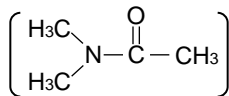
$$\overline{M}_n = DP \times 254 + 326 \quad (2)$$

问题: 如何测定聚酰亚胺固化过程中释放的气体?

分析: 将微克量的样品 (BPDA) 与 (3,3-DDS) 放入到样品杯中, 对混合物热聚合过程进行了 EGA 分析。

结论: 图1展示了聚酰亚胺聚合的两个步骤
图2展示了聚酰亚胺制备过程中释放气体分析图
结果表明在第一个加热过程中主要产生的是DMAA* 与 CO₂, SO₂ 与苯胺是在第二个加热过程中产生的。

*DMAA: dimethylacetamide



The first heating process
150 °C (30min)

The second heating process
120 °C → 450 °C (3 °C /min)

→ Polyamic acid → Polyimide is formed
Out-gases are evolved

Fig. 1. The synthetic process of polyimide

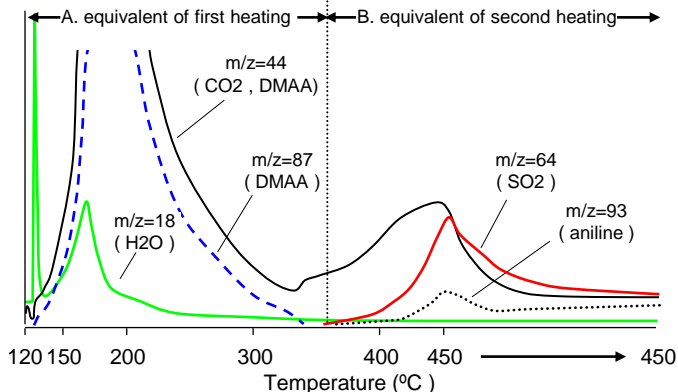


Fig. 2. Thermogram with mass chromatogram in the process of polyimide synthesis

问题: 壳多糖是一种重要的氨基多聚糖，在自然界中含量丰富，如何对它进行分析呢？

分析: 从市场上获得部分脱去乙酰基的壳多糖，壳多糖的去乙酰化(DA)平均程度经由 $^1\text{H NMR}$ 与配备有多功能裂解器的Py-GC进行分析(裂解温度：450°C, 载气：He)。The extent of ester group introduction was estimated by $^1\text{H NMR}$ and Py-GC.

结论: 聚合反应1(Fig. 1)。丙烯酸酯与ethyl acrylate to the D-葡萄糖胺残留在40°C 条件下反应结果如表1。残品酯基在磷酸盐缓冲溶液中发生水解而2 (Fig. 1) 在包含甲醇的溶剂中顺利获得(表1中的 No's. 1) 在包含甲醇的溶剂中顺利获得(表1中的 No's. 2与 3)。发现迈克尔加成只在1的氨基端发生。Degrees of substitution to the amino group of the 2s of the D-葡萄糖胺残留氨基被替代的程度(DS) 由 $^1\text{H NMR}$ 进行分析。基于 $-\text{NHCH}_2-$ 的DS 值进一步由Py-GC定量证实。Py-GC 是一种测定化学结构，无需考虑聚合物结构与物理性能的有力的方便实用的方法 (Table 1)。

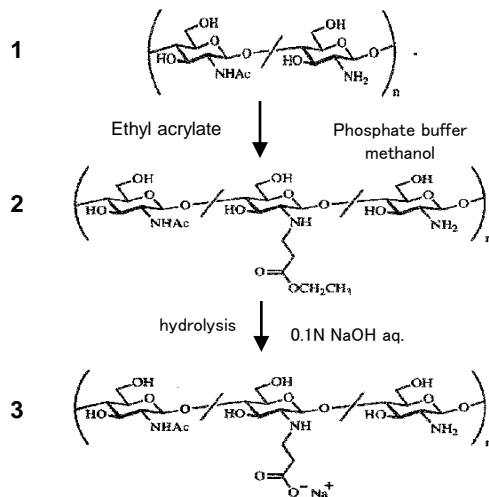


Fig. 1. Synthesis of N-selective ester functionalized chitin derivative and water-soluble carboxyethylchitin

Table 1. Synthesis of N-(2-ethoxycarbonylethyl)chitin (2) of partially deacetylated chitin (1) to ethyl acrylate

Run No.	1		Product polymer			
	mg	-NH ₂ of 1 mmol	Yield mg (%)	Degrees of substitution		
				$^1\text{H NMR}$ Based on $-\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$	$^1\text{H NMR}$ Based on $-\text{NHCH}_2-$	Py-GC
1	250	0.68	189 (-)	-	0.63	0.69
2	250	0.68	160 (52)	3.2	1.07	0.92
3	250	0.68	178 (59)	1.7	0.87	0.85
4	100	0.24	71 (-)	-	0.68	-

* Reaction condition: Temperature, 40°C; time, 240hr

问题: 有没有基于壳多糖, 多聚糖混合系统的热分析技术?

分析: EGA-MS 被应用于分析chitin-graft-poly(2-methyl-2-oxazoline)/PVA 混合体系。Chitin-graft-poly(2-methyl-2-oxazoline) 经由固定的步骤获得。

结论: 图1 为EGA-MS获得的chitin derivative/PVA 混合体系的EGA热解析图。PVA的 TIC 图显示两级降解。混合样品的热降解也表现了两大阶段, 反应了两个组成聚合物的降解。热降解产物经由EGA-MS 进行识别。Fig. 2 (a)在 240 to 340°C降解阶段被捕获到的产物的总离子流图 (b)为B(60/40) 在340 - 480°C产物的总离子流图。Fig. 2a中的主要产物如水, 不饱和芳醛 主要是在PVA脱水降解过程又紧接着从多烯链中断开产生的。另一方面, Fig. 2b展示了从壳多糖衍生物第二阶段降解的产物。

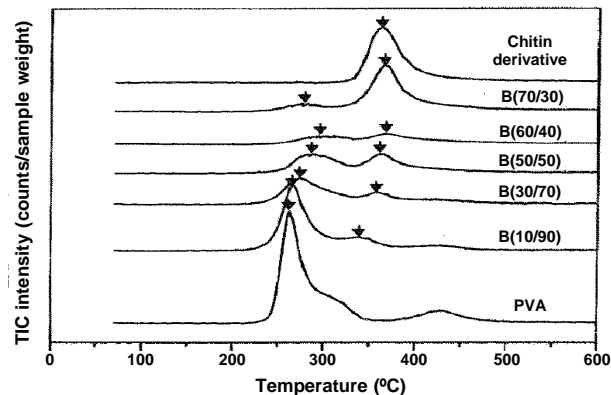


Fig. 1. EGA thermograms of chitin derivative/PVA blend samples obtained by EGA-MS

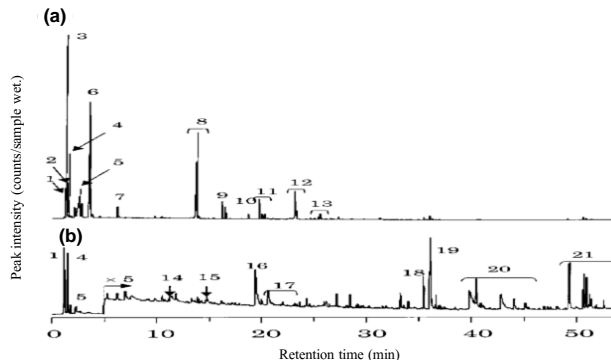


Fig. 2. TICs of degradation products generated from B(60/40) in temperature zones (a) 240- 340°C and (b) 340-480°C

问题: 有没有在有机碱存在下, 采用反应-Py-GC对天然蜡进行多元分析的例子?

分析: 两个系列的巴西棕榈蜡是从巴西两个不同生长阶段的棕榈树的叶子中收集到的。其中Y系列为幼叶中得到的, O系列为从老叶中得到的。冷冻粉碎的样品在25wt% TMAH (甲醇) 存在下, 在500°C The cryo-milled wax samples were subjected to 发生反应裂解。裂解结果由软件 Ein Sight (InfoMetrix) 进行主成分分析(PCA)。

结论: 裂解图中观测到一系列的酸与醇的甲基衍生物。根据峰值强度, 对化学组成进行了测定。对6个天然蜡样品, 33个化学组成数据进行主成分分析, 从而形象化的观测到这些蜡质样品的不同。Fig. 1 展示了天然蜡样品的第一主成分与第二主成分的得分。二维平面图可以很清晰的展示两个生长阶段树叶采集到的天然蜡的区别。

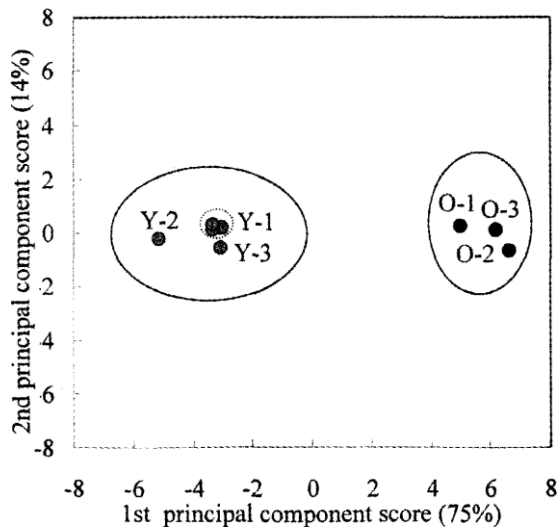


Fig. 1. Discriminative analysis among carnauba wax samples collected from leaves at different growth stage.

问题: 如何简便, 快速, 精准的识别未知纤维?

分析: 图1展示了用于研究的 21种纤维 样品。通过EGA分析得到这些样品的热解析图。然后在F-Search软件中创建每一个热解析图中的每一个主要峰的平均质谱图。这 21 种纤维基于溢出气体温度分布不同而区分 (如热解析图的峰型不同)。

结果: 21种的一种纤维被随机的选取作为“未知”样品。然后, 采用新建立的数据库对“未知”样品进行分析。在图2中显示了三种具有最高匹配度的候选选项。选项1与2匹配度超过80, 但是他们的质谱图很相像, 很难区分他们。选项1, 聚酯1与未知样的质谱图和热解析图非常相像。当给出的候选选项具有相似的热解析图与平均质谱图时, 大多可以采用Py-GC/MS进行区分。

• Natural fibers

Animal fibers...Wool, silk
Plant fibers...Cotton, hemp

• Synthetic fibers

Regenerated fibers...Cupra, rayon, polynosic
Semi-synthetic fibers...Acetate, diacetate, vinylon, promix
Synthetic fibers...Nylon 6, polyester (PET), polyester (blended), polypropylene, polyethylene, acrylic, polyvinyl chloride, polyvinylidene chloride, polychlal

Fig. 1. Fiber samples used in this study

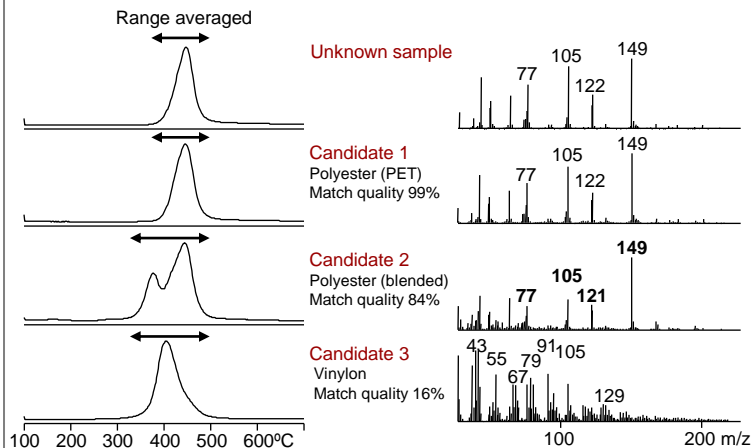


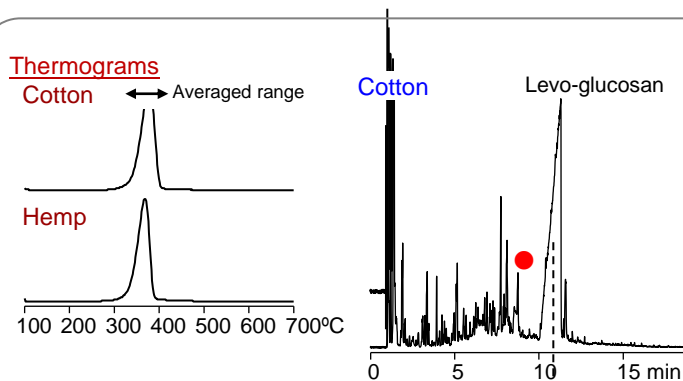
Fig. 2. Comparing EGA thermogram and average mass spectrum of “unknown” fiber with three search candidates with highest match qualities.

Pyrolyzer furnace temp.: 100 - 700°C (20°C/min), GC oven temp.: 300°C, EGA tube: deactivated metal tube L=2.5 m, i.d.=0.15 mm, Column flow rate: 1 mL/min; He, split ratio: 1/50, sample: 300 µg

问题: 如何采用简单的分析技术区分棉花与大麻?

分析: 采用EGA热解析图很难区分结构相同或相似的纤维样品。因此对棉花与大麻在 600°C条件下, 进行瞬时裂解分析。

结果: 图1 对比了棉花与大麻的EGA-MS对比分析结果。热解析图与主峰(300-400°C)的平均质谱图非常近似, 使识别变得非常困难。图2为得到的Py-GC/MS图。两张裂解图非常相似, 主峰都为左旋葡萄糖, 但是带有“标记的存在很大的不同。在大麻中发现一系列的来源于蜡质的色谱峰。从以上可以看出, Py-GC/MS裂解出具有相同主成分时, 区分主要在一些微小的差别上。



Average mass spectra

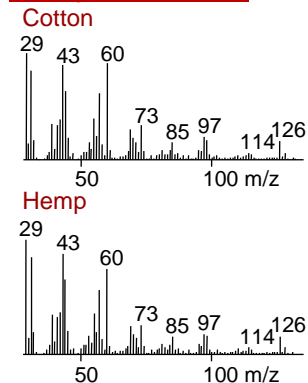
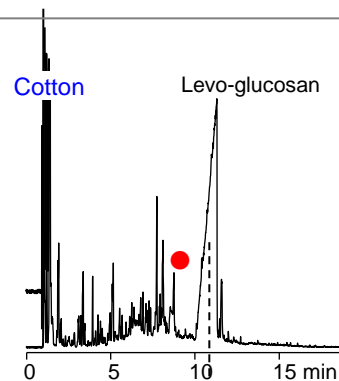


Fig. 1. Comparison of thermograms and averaged mass spectra

Py temp.: 100 - 700°C (20°C/min), GC oven temp.: 300°C
EGA tube: deactivated metal tube, L=2.5 m, i.d.=0.15 mm
Col. flow rate: 1 mL/min; He, split ratio: 1/50, sample: 300 µg



Hemp

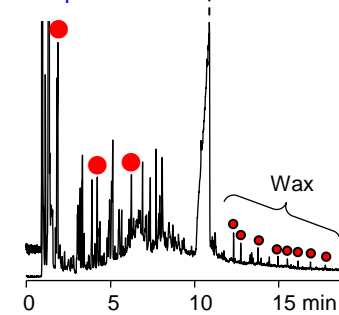


Fig. 2. Comparison of the pyrograms

Py temp.: 600°C, GC oven: 40 - 320°C (20°C/min, 6 min)
Sep. column: UA*-5 (5% diphenyl/95% dimethyl polysiloxane)
(L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm)
Carrier gas flow: 1 mL/min; He, split ratio: 1/50, sample: 100 µg

问题: 如何采用Py-GC/MS对黑色圆珠笔墨水进行识别？如果可以，请详细描述？

分析: 35种墨水的裂解图建立“墨水”数据库。每一种墨水在复写纸上划线。每种墨水样品在550°C的条件下进行裂解。INT-SUM质谱图用于构建“墨水”数据库。任选一种墨水作为未知样品，测试数据库的可行性。

结论: 图1为未知样品与数据库中四种墨水的裂解图。每种墨水的主要成分是溶剂如苯氧乙醇与二乙基苯胺。所有裂解7min前的洗脱物的质谱图，墨水A到墨水D具有相似，但发现7min后的小的色谱峰存在不同。这些来源于墨水中色素与添加剂的不同。由于产生于苯氧乙醇的离子峰 m/z 77, 94, 与138的存在，很难仅仅通过INT-SUM®质谱图进行墨水区分 (Fig. 2(a))。因此，对7min后的流出物建立INT-SUM®质谱图，现在，匹配度有很大的不同，未知墨水很容易的被识别为C。

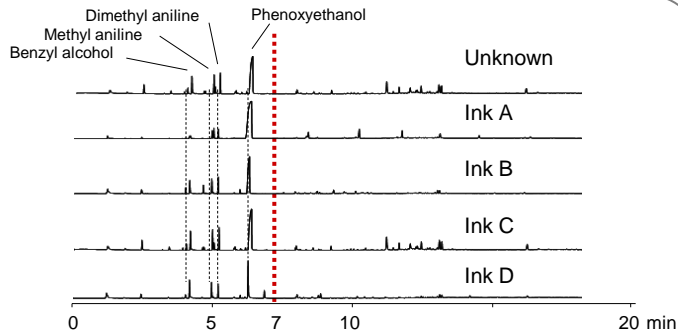


Fig. 1. Pyrograms of oil-based black ballpoint pen inks

Pyrolysis temp.: 550°C, GC oven: 40 - 300°C (20°C/min), Separation column: Ultra ALLOY*-5 (5% diphenyl 95% dimethylpolysiloxane), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm, Carrier gas: 1 mL/min, He, Split ratio: 1/50, sample: ca. 200 µg

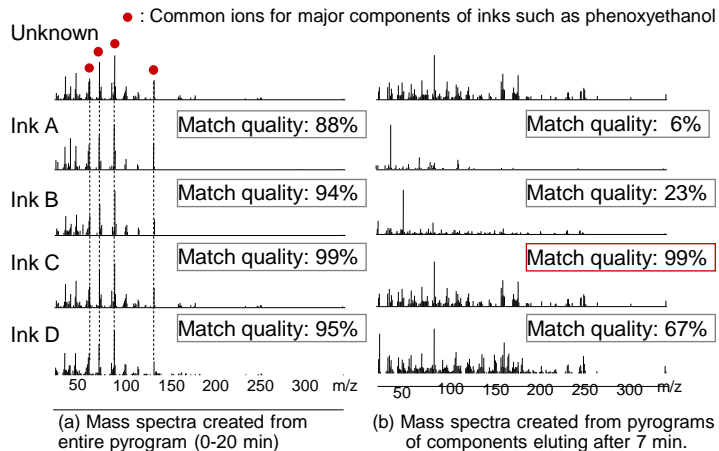


Fig. 2. Comparison of mass spectra created (a) from entire pyrogram and (b) from components eluting after 7 min.

问题: 有没有简单的方法测定油如大豆油中不饱和脂肪酸的组成?

分析: 在TMSH存在下, 进行水解与甲基化, 一步THM-GC分析是一种简便的测定油脂样品中不饱和脂肪酸的方法。下面是一个具体的例子。

结论: 图1为在(a) TMSH与(b) TMAH存在下, 一步THM-GC分析的典型色谱图。在TMAH存在下, 由于热异构化, 出现许多同分异构体如C18:2与C18:3。另一方面, 在(b) TMSH这种情况下, 这些单体很难被发现。表1总结了在TMSH与TMAH同时存在下, 通过一步THM-GC得到的大豆油中脂肪酸的化学组成。脂肪酸的组成与采用0.2 M的TMSH 甲基化离线GC的分析具有良好的一致性。

Fig. 1. Chromatogram of soybean oil obtained by one-step THM-GC at 350°C

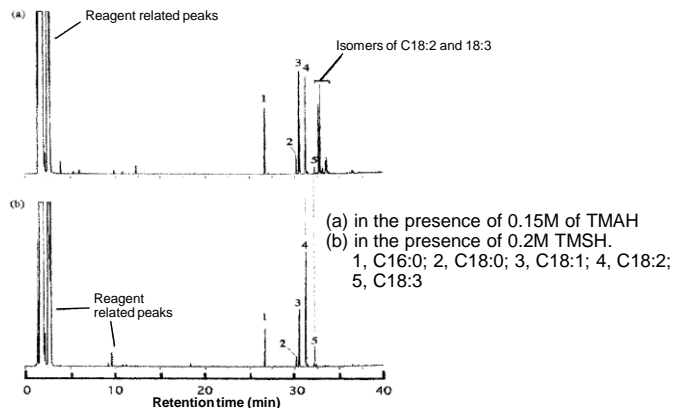


Table 1. Chemical composition and recovery of fatty acid components in soybean oil obtained by one-step THM-GC

	Fatty acid							Total
	16:0	18:0	18:1	18:2	18:3	Isomers of 18:2&18:3	18:2&18:3	
Offline method*	13.2	4.0	22.6	54.6	5.7	nd	100	
One step THM-GC								
THSH	0.2M	13.4(74.6)	3.7(76.5)	22.8(81.5)	54.8(80.6)	5.4(75.5)	nd	100
TMAH	0.05M	13.4(18.2)	3.6(17.3)	22.1(21.0)	55.2(19.2)	5.7(18.2)	nd	100
	0.1M	13.2(43.6)	3.7(42.2)	22.4(51.5)	48.2(37.7)	5.1(36.5)	7.4	100
	0.15M	13.3(83.5)	3.9(82.5)	23.2(99.6)	22.5(40.5)	1.1(22.1)	34.8	100

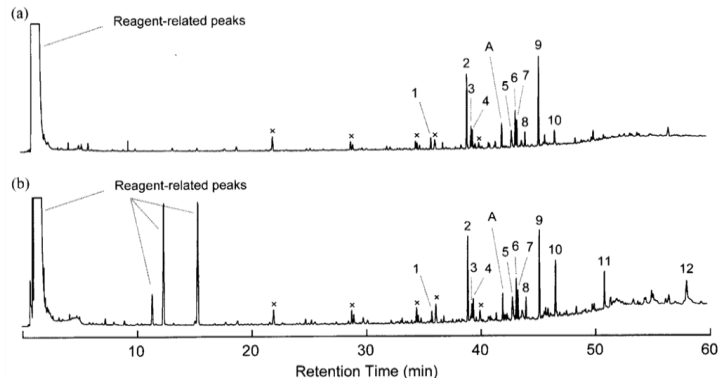
*Offline transmethylation by TMSH followed by GC measurement

Data in parenthesis: % recovery obtained from the observed molar peak intensity normalized by sample weight.

问题: 采用多功能裂解器如何分析浮游生物中的油脂成分?

分析: 实验室培养的蓝形藻作为浮游生物样本。TMSH的甲醇溶液与 TMAH的甲醇溶液作为衍生化试剂。在有机碱液条件下，干的浮游生物样本在400°C下进行裂解。

结论: 图1 为400°C下，分别在(a) TMAH 与 (b) TMSH 存在下的反应裂解谱图。两张裂解图中，观测到饱和的甲酯与不饱和的 C14 – 18(峰 1 – 10)脂肪酸。在裂解图(b) TMSH存在下观测到包含 5 和 6 个双键的EPA (峰 11) 与 DHA (峰 12)，而在(a) TMAH 存在下，由于它们的异构化或降解，没有这两个峰。结果表明，在TMSH下，更易检测到一系列的脂肪酸。



Peak 11: eicosapentaenoic acid (EPA; C20:5)

Peak 12: docosahexaenoic acid (DHA; C22:6)

Fig. 1. Chromatogram of zooplankton samples obtained by reactive Py-GC at 400°C in the presence of (a) TMAH and (b) TMSH.

Pyrolysis temp. : 400°C, GC oven temp. : 50°C-(5 °C/min)-240°C

Separation column : Ultra ALLOY-CW [poly(ethylene glycol)]

Length 30 m, 0.25 mm i.d., Film thickness 0.25 μm

Carrier gas flow : 50 ml/min, Column flow : 1.0 ml/min

问题： 什么是测定海藻中脂肪酸最好的方法？

分析： 称取0.2 mg 干的海藻到样品杯中，然后加入10 μ L 0.2M TMSH的甲醇溶液，然后放入350°C裂解炉中，然后样品在气体状态下迅速发生反应，通过GC/MS对甲基酸进行分离与分析。

结论： 通过提取离子色谱图单独的脂肪酸很容易被识别，同分异构体的分离与识别是色谱柱固定相的功能，脂肪酸的分布规律是区别海藻种类的一种主要的方法。

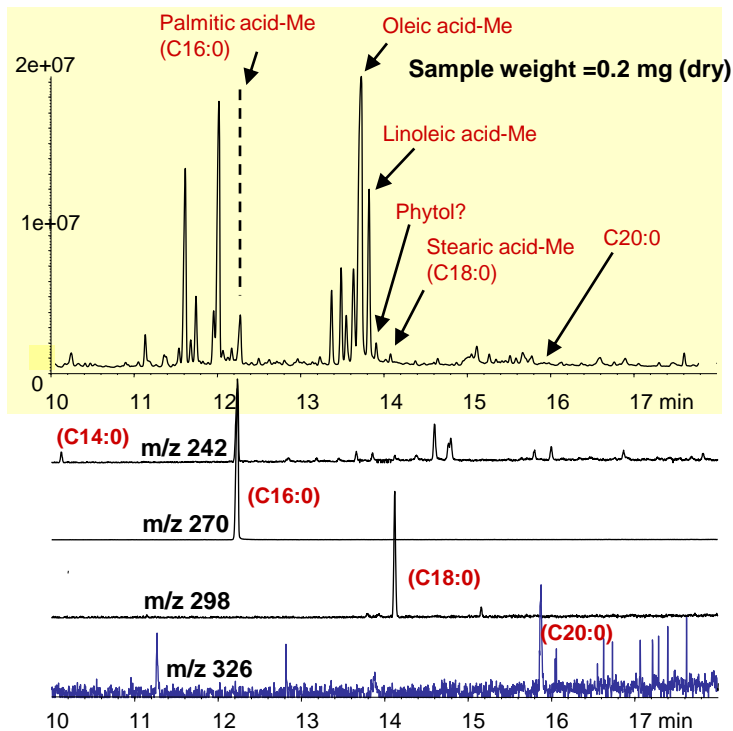


Fig. 1. Pyrogram of dried algae obtained by reactive Py-GC/MS

<Reactive pyrolysis conditions>

Pyrolyzer oven temp.: 350°C, separation column: UA-5 (MS/HT) L=30mm, id=0.25mm, df=0.25 μ m, GC oven temperature: 100–320°C at 10°C/min (10 min hold), He: 1.0 mL/min, split ratio: 1/40, sample weight: ca. 0.2mg (dry), 0.2M TMSH in methanol: 10 μ L

问题: 如何采用多功能裂解器分析陶瓷复合材料？

分析: 陶瓷复合材料采用图1中的分析条件对陶瓷复合材料进行分EGA-MS析, 热温度曲线中的峰采用EGA-MS数据库进行识别。

结论: 图1. 为复合材料的EGA色谱图, 以及EGA图中峰A, B, C, 与 D的平均质谱图。背景噪音 (BG) 已在平均质谱图中去除。Figs. 1a 与 1b展示了用F-Search 软件EGA-MS 谱库进行搜索的结果。峰C 与D 分别被识别为PBMA 与 PS。峰A 与 B由于 洗脱温度低, 应该是低沸点的化合物。通过普通的质谱库 (Wiely 275), 峰A被识别为邻苯二甲酸酯, 峰B为饱和烃类。谱库与质谱库相结合是测定未知聚合物组成的非常有用的方法。

Fig. 1a Library search result for peak C

Name	Qual
1. Poly(n-butyl methacrylate) (PBMA)	72
2. Poly(2-hydroxyethyl methacrylate) :	4
3. Higher methacrylate copolymer	2

Fig. 1b Library search result for peak D

Name	Qual
1. Polystyrene (PS)	90
2. Styrene-ethylene-butadiene-styrene-block copolymer	78
3. Modified poly(phenylene oxide)	64

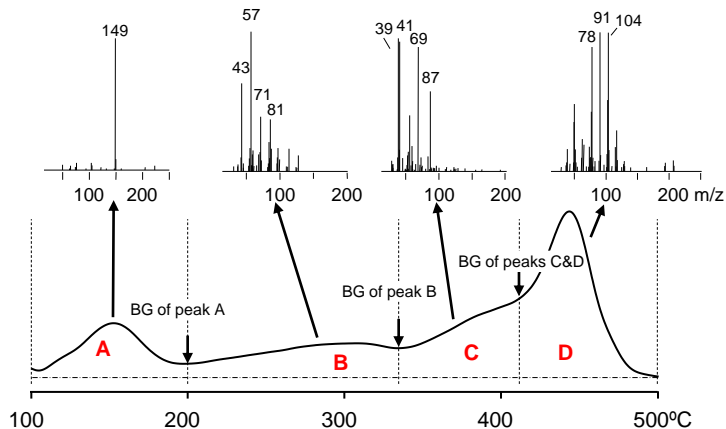


Fig. 1. EGA curve of ceramic composite material (Injection molding)

Pyrolyzer furnace temp: 100°C–500°C (20C/min), Carrier gas : He 50kPa, Split ratio: ca. 1/50
 EGA tube: id.=0.15 mm, L=2.5m (UADTM-2.5N), GC oven: 300°C, Injection port temp : 320°C,
 Sample: ca. 0.5 mg, Detector: MS (m/z=29-400, 0.1 scan/sec), PY-GC interface: 320°C (Auto)

问题: 如何测定聚合物的抗氧化剂而不受聚合物主链的影响?

分析: Fig. 1图展示了PE经常使用的添加剂首先, 在100~600°C范围内, 对样品进行EGA-MS分析测定样品的热性能。

结论: 图2展示了PE样品的EGA-MS热解析图, PE裂解图的总离子流色谱图中只有一个单独的峰, 提取离子色谱图, BHT的特征离子峰m/z 205 与在100-200°C范围内发现。从而确定PE中BHT热解析分析条件为100-200°C at 20°C/min, 保持3 min。

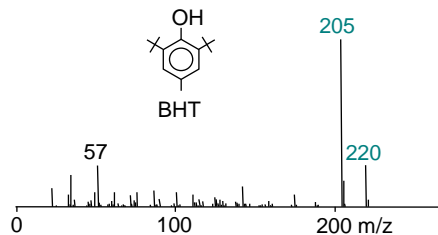


Fig. 1. Chemical structure of BHT and its mass spectrum

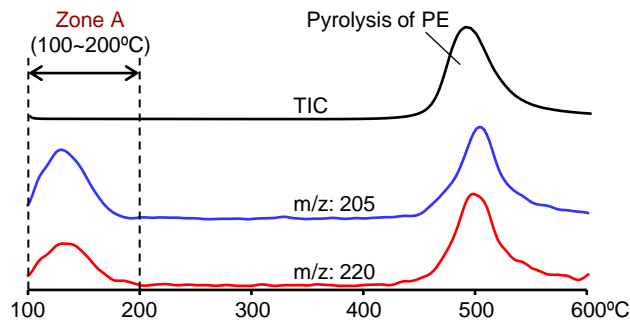


Fig. 2. Thermograms of a PE sample

Pyrolyzer furnace temp. : 100-600°C, (20°C/min),
Split ratio : 1/50, sample size : about 0.5mg, detector : MS

问题: 采用多功能裂解器如何识别聚苯乙烯PS中的添加剂？

分析: 将多功能裂解器EGA安装在GC/MS上，通过气放空接口将EGA与超合金毛细管分离柱接到MS上。50 μ L 20 mg/mL的二氯甲烷溶液加入到样品杯中，在分析前将溶剂挥发。采用F-Search 添加剂谱库软件对PS中未知化合物进行识别。数据库包含了358种添加剂色谱图与质谱图。

结论: 图. 1 EGA-MS释放气体分析图确定了挥发添加剂的热解析区间。在100-300°C区间采用TD-GC/MS进行分析。每个峰都尝试用F-Search软件进行识别。10种“添加剂”通过质谱匹配与保留指数的方法被识别。

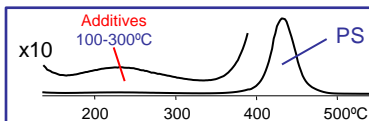


Fig. 1. EGA Thermogram of PS

Py furnace temp.: 100 - 700°C (20°C/min),
GC oven temp.: 300°C,
EGA tube: UADTM-2.5N(L=2.5 m, i.d. 0.15 mm),
column flow rate: 1 mL/min He, split ratio: 1/50,
sample: 0.1 mg

TD-GC/MS: total ion chromatogram

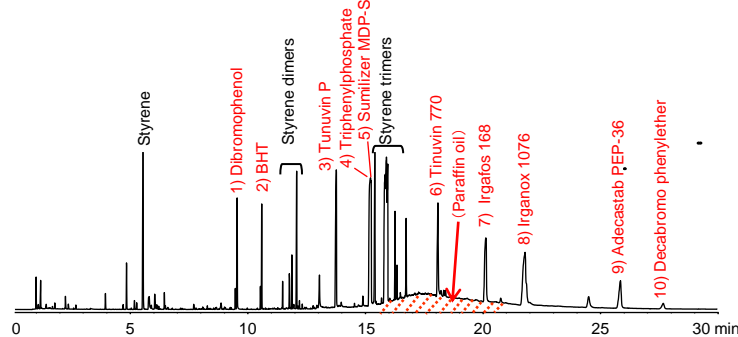


Fig. 2. Library search results

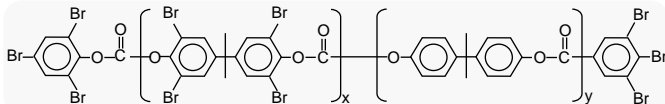
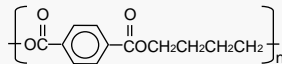
Pyrolyzer temp.: 100 - 300°C (20°C/min, 5 min), GC oven temp.: 40°C (2 min) - 320°C (20°C/min), separation column: Ultra ALLOY*-5 (5% diphenyl 95% dimethylpolysiloxane) (L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.05 μ m), column flow rate: 1 mL/min He, split ratio: 1/20, scan rate: 2 scans/sec, scan range: 29 - 810 (m/z), sample: 1 mg

问题: 采用多功能裂解器EGA模式分析聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBT)中阻燃剂的分析

分析: 这个例子是溴化聚碳酸酯(15%)与锑白(5%)为阻燃剂。采用多功能裂解器对PBT进行分析,如图1..

结论: 图2为PBT中阻燃剂Sb, Br与C的释放气体分析。由于 Sb_2O_3 的作用,溴化合物比易燃的气体如产生自PBT热解析的丁二烯与丁烯对苯二甲酸盐具有更低的洗脱温度。因此阻燃剂实在早期降解阻止PBT燃烧。如图,采用原子发射检测器(AED)检测到目标元素的洗脱,可洞悉阻燃剂的效果。

• Base polymer :
Polybutylene terephthalate (PBT), 80wt%



• Flame retardants :
1) Brominated polycarbonate, 15wt%
2) Antimony oxide (Sb_2O_3), 5wt%

Copolymer of tetra-bromo-bis-phenol A and bis-phenol A (2/1);
Average degree of polymerization = 3

Fig. 1. Base polymer and structure of flame retardant

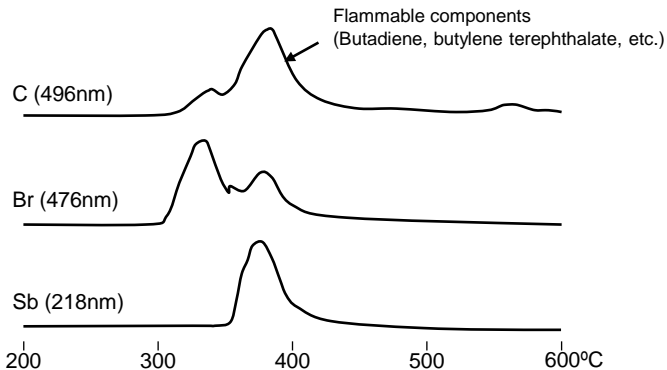


Fig. 2. Thermal decomposition of flame retardant PBT observed by evolved gas analysis (EGA)

(Detector : AED(Atomic Emission Detector), Atmosphere gas : He)

问题: 有没有好的方法测定PBT的热学特性?

分析: 裂解炉从60 程序升温至700°C, 释放出来的气体被捕集到气相色谱柱的柱头, 然后进行气相色谱分析。

结论: 图1 阻燃剂PBT的色谱图
除了PBT, 溴代酚类分解的产物, 也观测到了溴代PC与 SbBr₃热分解产物, 溴代PC与氧化亚锑的产物。图2为释放气体总离子流图与识别的A-E(图1)的质谱图。在350°C观测到二溴酚, 而可燃气, 溴化氢, 溴化锑在380°C检测到。因此, 采用MS进行释放气体分析时, 通过识别的目标组分可以对聚合物材料的热学性能有所了解。

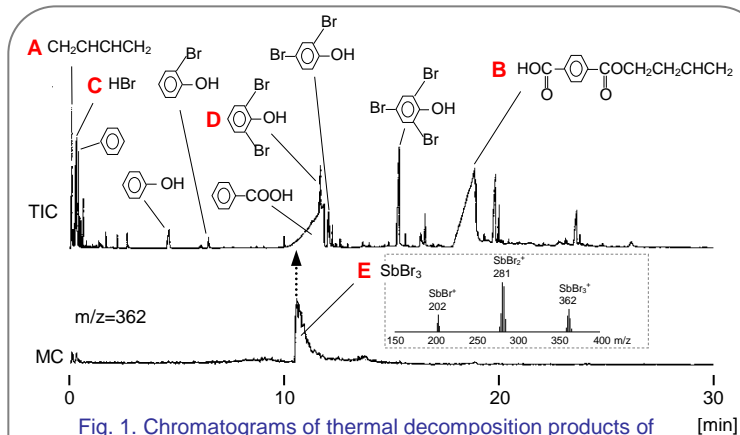


Fig. 1. Chromatograms of thermal decomposition products of flame retardant PBT

Components evolved in 60–700°C range in He were trapped in Liq. N₂, then analyzed by GC/MS

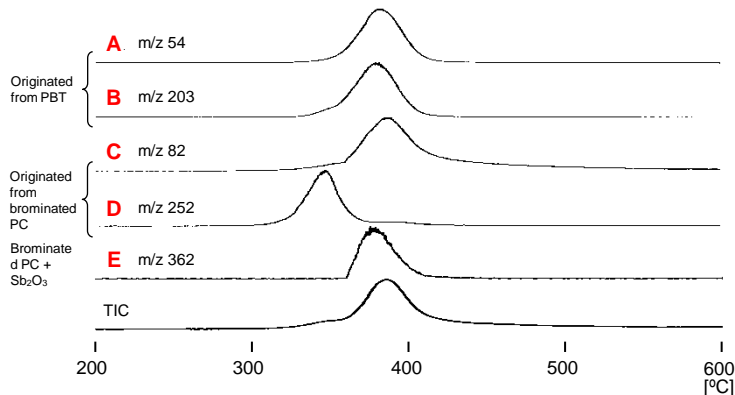


Fig. 2. EGA curves of flame retardant PBT by EGA-MS

问题:虫胶是一种在东南亚动物身上发现的热固树脂，有没有比较简便的方法对它进行分析

分析: 在TMAH的条件下对虫胶进行反应裂解气相色谱组分析。来自印度语泰国的虫胶共8个用于分析。先将样品冷冻磨碎成粉末(<60 mesh)，然后称取90 μ g与2 μ L的TMAH，在400 $^{\circ}$ C的条件下，进行裂解分析。

结论: 图1为印度虫胶在没有添加TMAH时，于400 $^{\circ}$ C条件下的裂解色谱图。图1a，只观测到强度较弱、峰型较宽萜烯酸与蜡质。而图1b，观测到一系列峰型尖锐的色谱峰虫胶成分的甲基衍生物色谱峰，具有更好的分辨率与更高的灵敏度。结果说明，这项技术可以简单快速的分析虫胶样品。

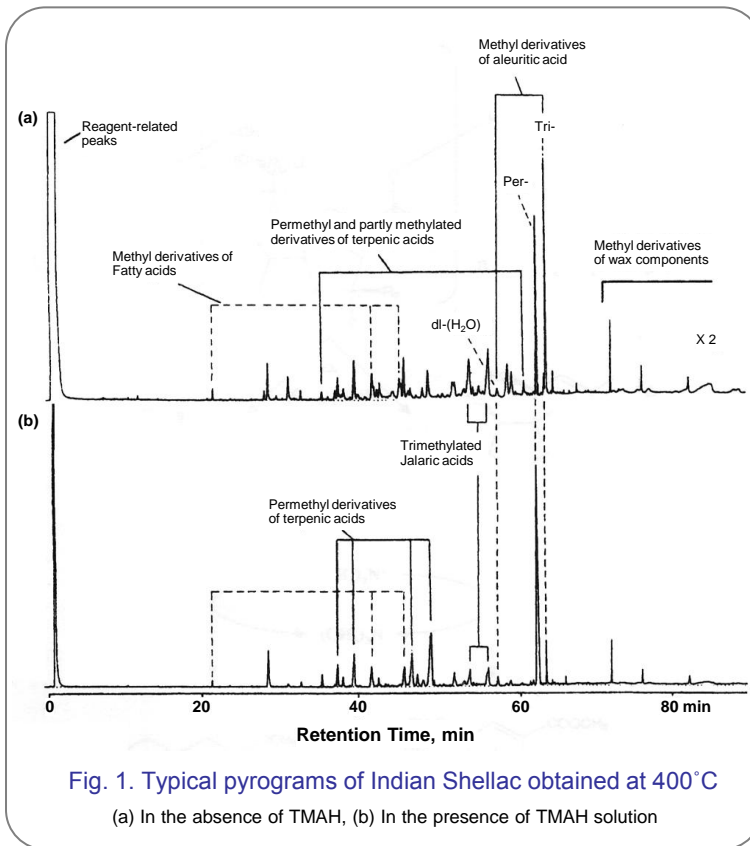


Fig. 1. Typical pyrograms of Indian Shellac obtained at 400 $^{\circ}$ C

(a) In the absence of TMAH, (b) In the presence of TMAH solution

问题: 如何测定紫外光固化丙烯酸树脂的结构？

分析: 准备100 μg聚乙二醇丙烯酸酯与与吗啉类光引发剂(IRGACURE 907)的粉末样品,在4 μLTMAH甲醇溶液(25%)存在下,在400°C进行反应裂解气相色谱分析。

结果: 图1为紫外光固化树脂的典型裂解色谱图。在裂解图中,观测到许多色谱峰很小但很明显的直接影响交联结构的多种丙烯酸甲酯(MA)低聚物,并伴有一系列乙二醇低聚物的甲基衍生物。在溶解后丙烯酸酯交联时产生于主链的衍生物(Scheme 1)。不同MA单元的相对峰强度使分析者能够确定包含在光固化树脂中的网络交联的主链长度分布。

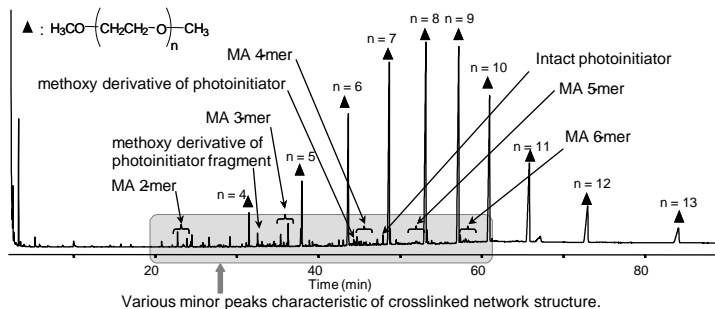
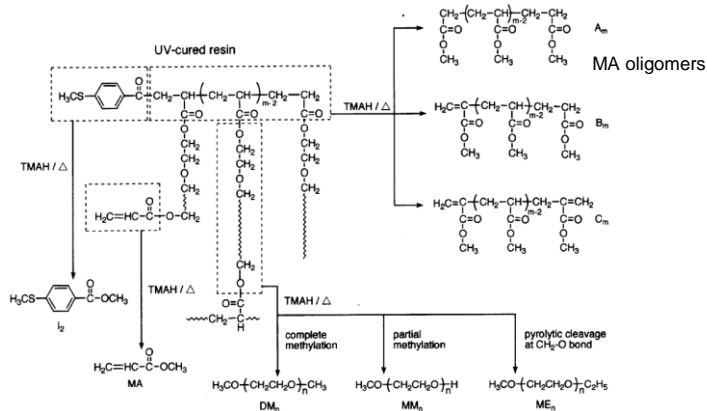


图. 1. 典型裂解图.

裂解温度: 400°C, GC 炉温: 35°C (6 min)-(5 °C/min)-340°C
分离柱: Poly(5% diphenyldimethylsiloxane), L=30 m, id=0.25 mm, df=0.25 μm



Scheme 1. Formation pathway of typical products of UV-cured resin after reactive pyrolysis

问题: 如何测定高温条件下食品包装膜释放出来的气体？

分析: 采用多功能裂解器，将不同种类的食品包装膜在100°C下解析10min

结果: 表 1 展示了食品包装膜的高分子材料以及包装上注明的有机添加剂

图1 (TD)-GC/MS释放气体分析色谱图

释放出来的气体先由微喷冷阱收集起来，然后进行GC-MS分析并定量，每种化合物的量大概为100 ppm或更少。

表 1. 食品包装膜中的添加剂

高分子材料	包装上标注的有机添加剂
PVDC	脂肪酸衍生物，环氧化植物油
PVC	氯化脂肪酸酯，环氧化植物油
PE	无
PP+Nylon	不饱和烃，脂肪酸衍生物

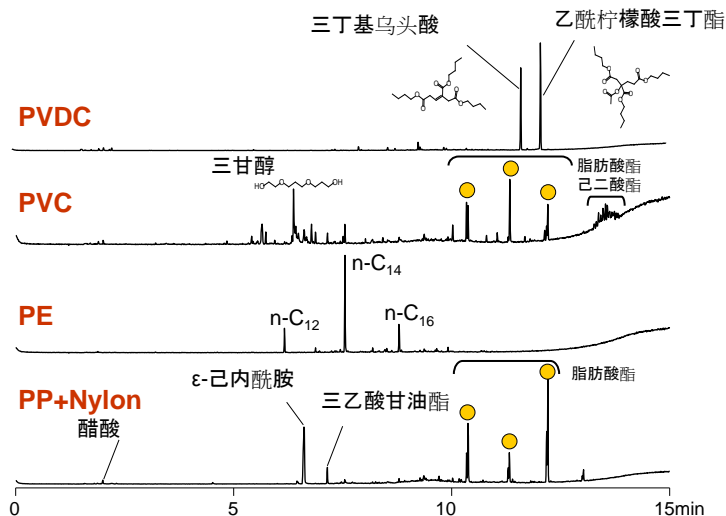


图 1. 食品包装膜在100°C下10min释放气体色谱图

热解析温度: 100°C, 载气: He, 冷阱: 10 min, 分离柱: Ultra ALLOY*-5, GC 炉温: 40°C-320°C (20°C/min), MS 扫描区间: m/z=29-400

问题: 是否有一种简单的方法分析食品包装膜释放出的有毒化合物？

分析: 将一块聚偏二氯乙烯PVDC薄膜(0.25平方米,0.5毫克)放置在样品杯中,采用EGA-MS方法和中心切割EGA-GC / MS方法进行分析。

结果: 首先采用EGA-MS方法分析,获得一张热谱图(见图1),根据图1的温度区间分为A区、B区和C区三个温度区间。再采用中心切割EGA-GC / MS技术方法,对每个区域分别进行分析,每个区域内所含有的添加剂和裂解产物,如图2所示。

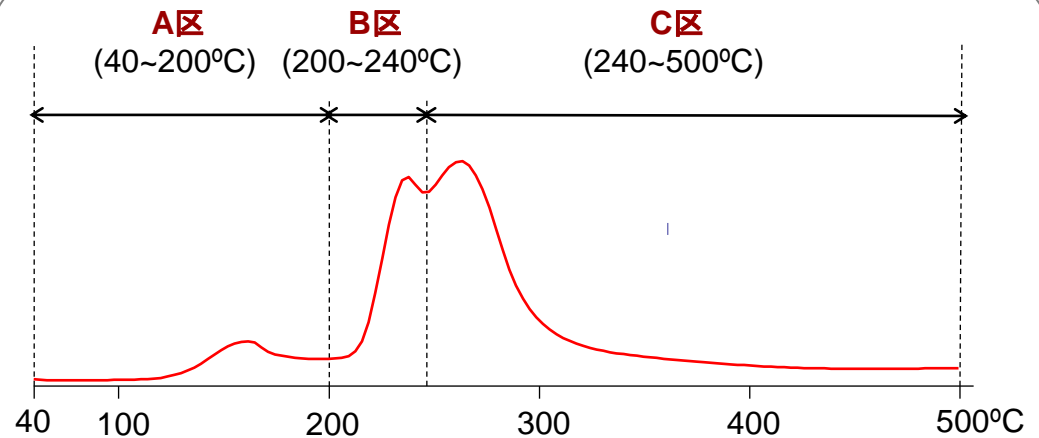


图1 食品包装膜的EGA热谱图(EGA-MS方法)

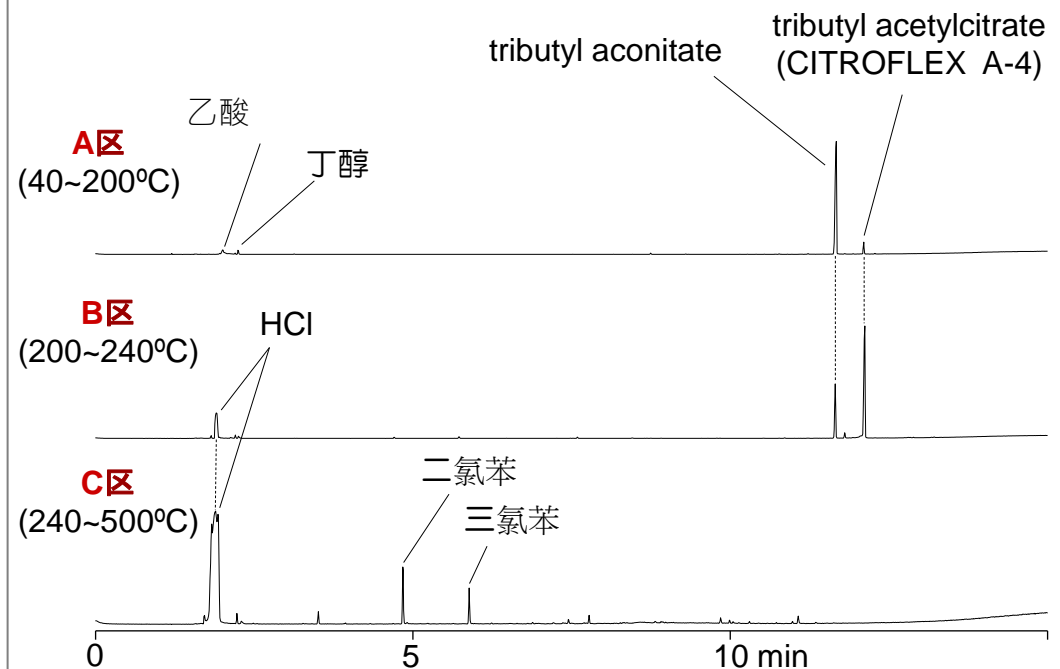


图2 A区-C区的色谱图(中心切割-EGA-GC/MS方法)

问题: 食品加热时, 包装薄膜(聚丙烯+尼龙)中的一些易挥发物质会释放出来, 如何有效地分析这些易挥发物质?

分析: 多功能裂解器可以有效分析这些易挥发物质。首先, 采用EGA-MS技术, 裂解炉内温度设置为程序升温40°C-600°C, 升温速率30°C/min, 获得包装薄膜(聚丙烯+尼龙)的EGA热谱图, 见图1。然后, 在有冷凝捕集的条件下, 采用热脱附TD-GC/MS方法, 对图1中的A区和B区进行单独分析, 见图2。

结果: 数据表明, 在A区发现了易挥发性的乙酸、脂肪酸及其衍生物等塑化剂。在B区观察到C6、C9、C12和C15的烯烃化合物, 这些都是由聚丙烯、ε-己内酰胺、尼龙6的单体裂解获得的裂解产物。

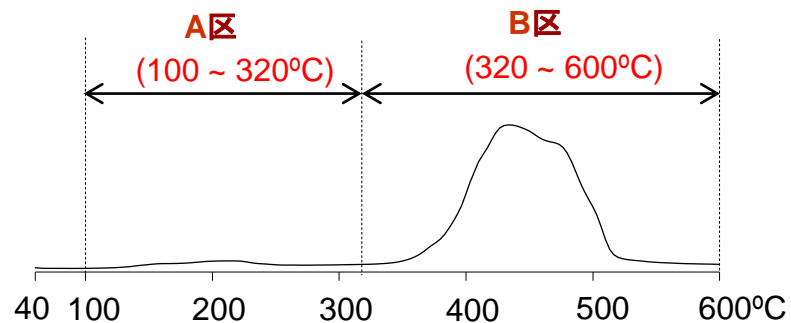


图1. 聚丙烯+尼龙的EGA热谱图(EGA-MS方法)

裂解炉温度: 40~600°C (30°C/min), carrier gas: He,
去活性金属毛细分离柱(length: 2.5m, id: 0.15mm)

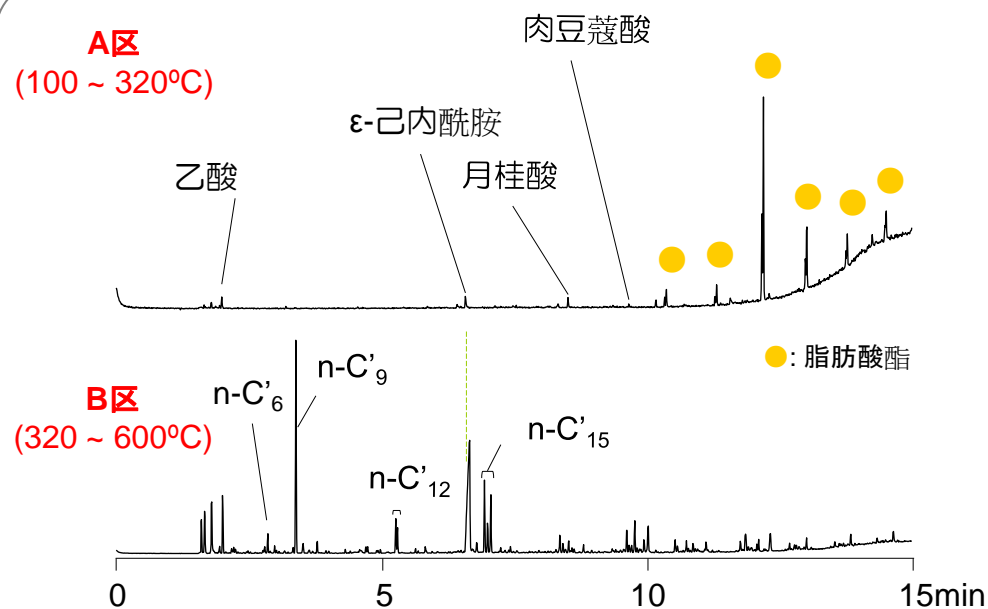


图2. A区-B区聚丙烯+尼龙的色谱图(TD-GC/MS方法)

分离柱: Ultra ALLOY-5, 30M-0.25F,
GC oven temp: 40°C (1min hold) ~ 320°C (20°C/min)

问题: 定量分析橡胶中添加剂的最好方法是什么？

分析: 一块重约1毫克的丁腈橡胶(NBR) 放置在一个样品杯内, 使用热脱附TD-GC / MS方法和EGA方法分析。

结果: NBR 样品的EGA热谱图中含有多种类型的添加剂, 见图1, A区里是热脱附出来的易挥发组分。图2是用(TD)-GC/MS 方法获得的A区组分的色谱图, 表1显示两种抗氧化剂相对峰强度的重现性, 其RSD低于 2 %。

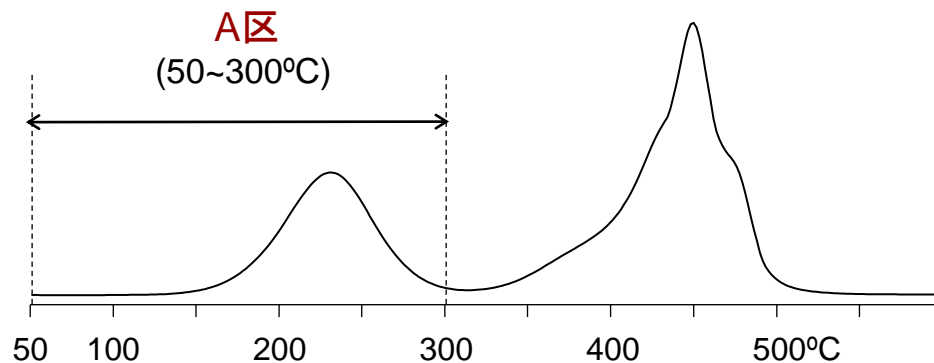


图1 NBR的EGA热谱图

表 1 NBR中添加剂重现性
面积比(vs 内标)

TD: 50~300°C

内标(ISTD)

n	NOCRAC 810-NA	NOCRAC 6C
1	0.113	0.139
2	0.118	0.140
3	0.119	0.144
4	0.122	0.143
5	0.124	0.140
6	0.123	0.144
7	0.123	0.144
8	0.124	0.143
Aver.	0.122	0.143
RSD	1.98 %	1.27 %

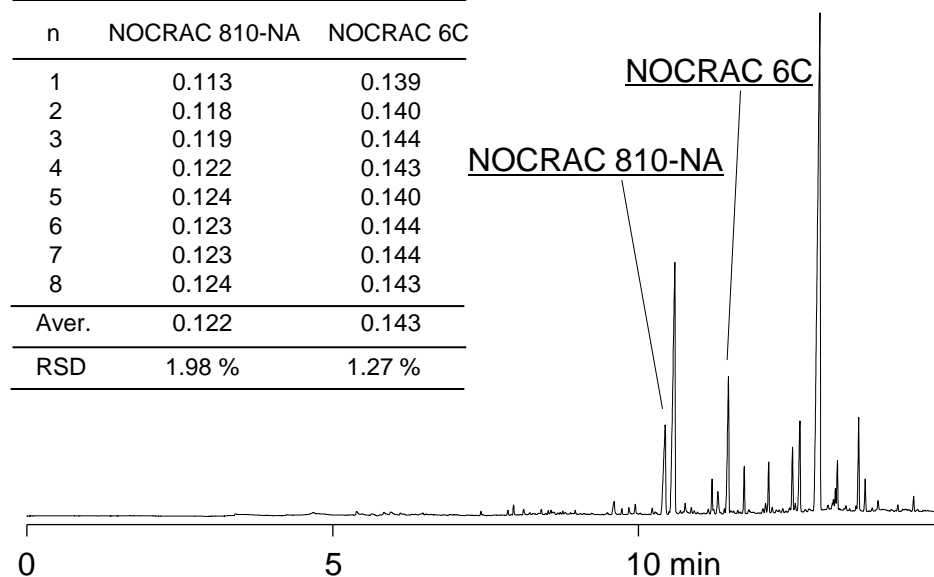


图 2. A区的色谱图 (TD)-GC/MS 方法

NOCRAC810-NA: N-Phenyl-N'-isopropyl-p-phenylenediamine
NOCRAC 6C: N-Phenyl-N'-(1,3-dimethylbutyl)-p-phenylenediamine

问题: 如何使用多击裂解器分析复合橡胶？能够获得复合橡胶的哪些信息？

分析: 使用多击裂解器里的双击模式TD-PY-GC/MS, 根据图1的EGA热谱图获得的温度信息, 来设定双击模式TD-PY-GC/MS的温度条件。

结果: 图1显示复合橡胶的EGA的热谱图, 在100~300°C区域内观察到的微峰是从复合橡胶中热脱附出来的添加剂; 在300~500°C区域内观察到的较宽泛的峰是橡胶的热裂解产物。

根据EGA图提供的温度信息, 选定第一阶段的热脱附TD-GC/MS的裂解炉温度条件为100°C-300°C (20°C/min), 色谱图见图2a。图2a显示的添加剂有环硅氧烷(D3 ~ D6) (来源于硅偶联剂)、苯并噻唑(硫化促进剂)、高级脂肪酸(硫化剂)和蜡(抗氧化剂)。

第二阶段的瞬间裂解温度条件设定为550°C, 结果显示见图2b。图2b观察到的裂解产物有异戊二烯、柠檬烯, 这主要是天然橡胶的主要组成部分。

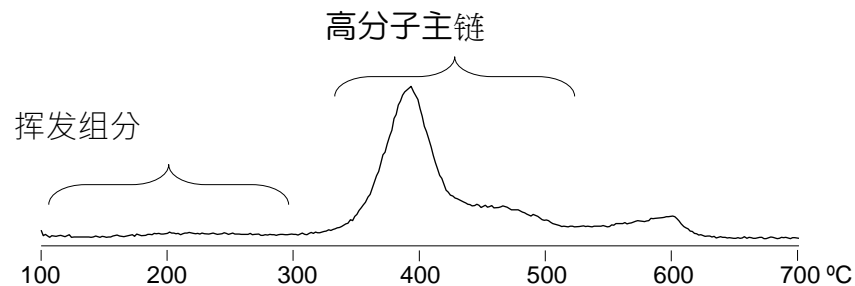
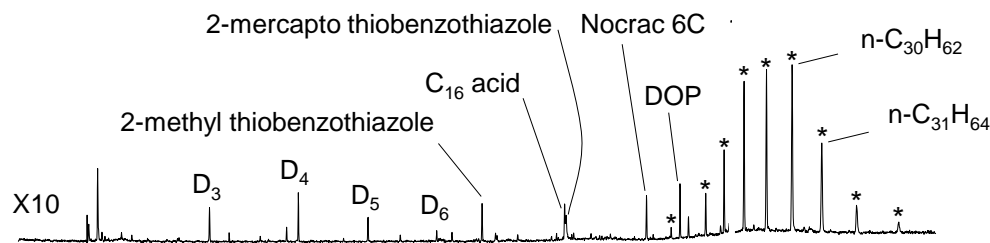


图 1. 复合橡胶的释放气体曲线图 (EGA热谱图)

裂解炉温度.: 100~700°C (20°C/min), Carrier gas : He 50kPa, Split ratio : ca. 1/20
EGA 毛细柱: 0.15mm id, 2.5m (UADTM-2.5N), GC 柱温箱温度.: 300°C
进样口温度.: 320°C, Sample : ca. 5µg, 检测器: MS (m/z=29-400)

a. 热脱附色谱图(100~300°C, (20°C/min))



b. 裂解色谱图 (550°C)

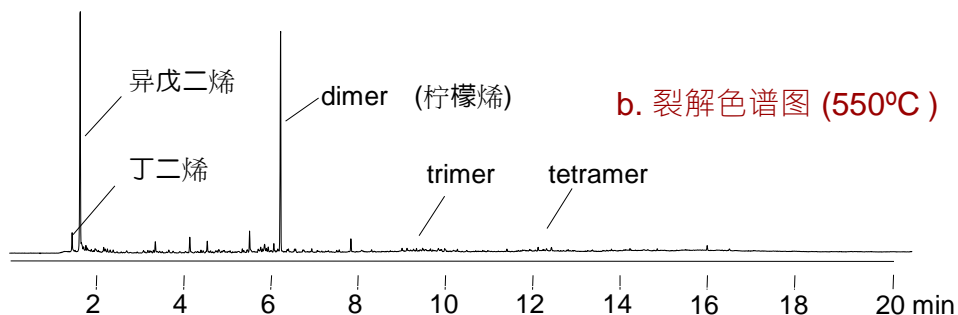


图2. 双击模式TD-PY-GC/MS分析复合

柱流量: 1ml/min (fixed flow rate), Split ratio : 1/20
分离柱: Ultra ALLOY+-5 (5% diphenyl polysiloxane), 30m, 0.25mm id, Df: 0.25µm
GC 柱温箱温度.: 40~300°C (20°C/min), 样品: 5µg, 检测器: MS (m/z=29-400, 2 scans/sec)

问题: 分析混合橡胶样品聚丁二烯(PB)-聚异戊二烯(PI)-聚苯乙烯(PS)的化学成分, 有简单的方法吗?

分析: 大约200 μ g橡胶混合物(聚丁二烯(PB)-聚异戊二烯(PI)-聚苯乙烯(PS)), 装在样品杯里进行550 $^{\circ}$ C裂解。

结果: 图1, 显示混合橡胶样品的裂解色谱图, 主要的裂解产物是每种成分的单体, 有丁二烯、异戊二烯、苯乙烯。
混合橡胶中PB的质量混合比例与相对特定峰的峰值强度(丁二烯)的相对峰面积有良好的线性关系, 相关系数大于0.99, 其校准曲线如图2所示。使用该校准曲线, 可以保证定量分析的准确性在3%以内。

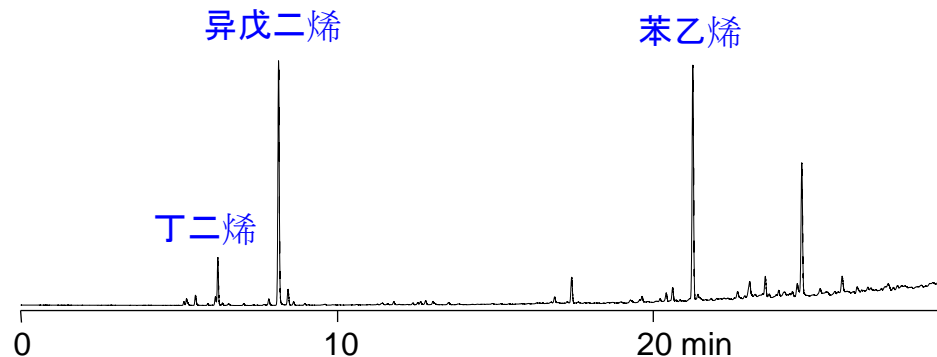


图1. 混合橡胶的裂解色谱图

裂解温度.: 550 $^{\circ}$ C, 检测器r: FID, 样品: 标准样品A
分离柱: Ultra ALLOY+-5 (5%二苯95%二甲聚硅氧烷)
柱长: 60m, id: 0.25 mm, 膜厚: 1.0 μ m
GC 柱温箱温度.: 50 $^{\circ}$ C (7 min hold) – 280 $^{\circ}$ C (10 $^{\circ}$ C/min), carrier gas: He
进样口压力: 175 kPa, split ratio: 1/60, 样品: ca. 200 μ g

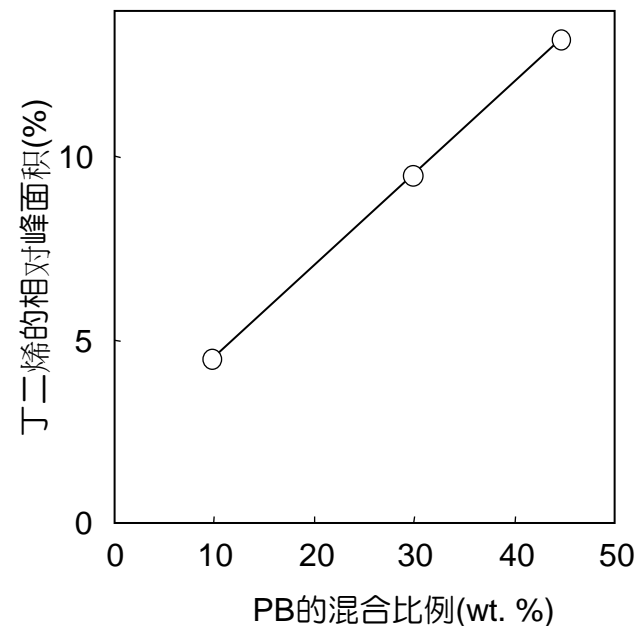


图2. 混合橡胶中PB的标准曲线

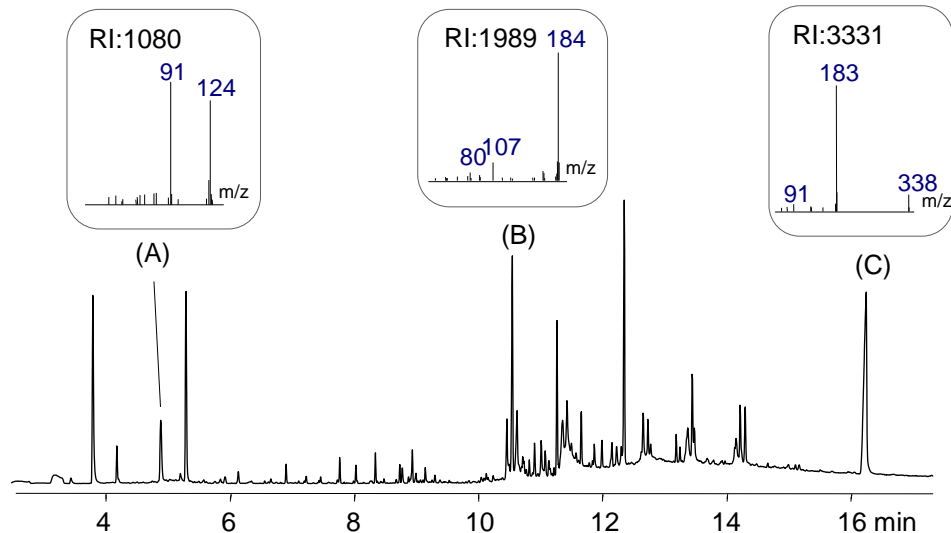
问题: 有没有专业的搜索谱图库来识别橡胶中未知的抗降解剂?

分析: F-Search专业的添加剂质谱库(质谱库搜索引擎)中包含市场上能够获得的32种典型的抗降解剂。该添加剂谱图库是通过(TD)-GC/MS方法分析标准物质的, 获得样品的主要峰的质谱信息、色谱信息、化学名称和保留指数。通过该添加剂谱图库, 即可识别橡胶中未知的抗降解剂, 含量大约1%。

结果: 图1(a)是通过(TD)-GC/MS方法获得橡胶样品中未知抗降解剂的色谱图, 其中峰A、峰B和峰C这三个主要峰的质谱图如图1(a)所示。通过已经获得的质谱图跟添加剂质谱库里质谱图的相似性和保留指数(RI)的比较, 来识别这三个主要峰。如图1(b)所示, 通过识别, 最终确定橡胶中未知的抗降解剂是

p-(*p*-甲苯磺酰氨)二苯胺。

(a) 未知橡胶样品中挥发组分的色谱图



(b) 添加剂质谱库中保存的

p-(*p*-甲苯磺酰氨)二苯胺的色谱图

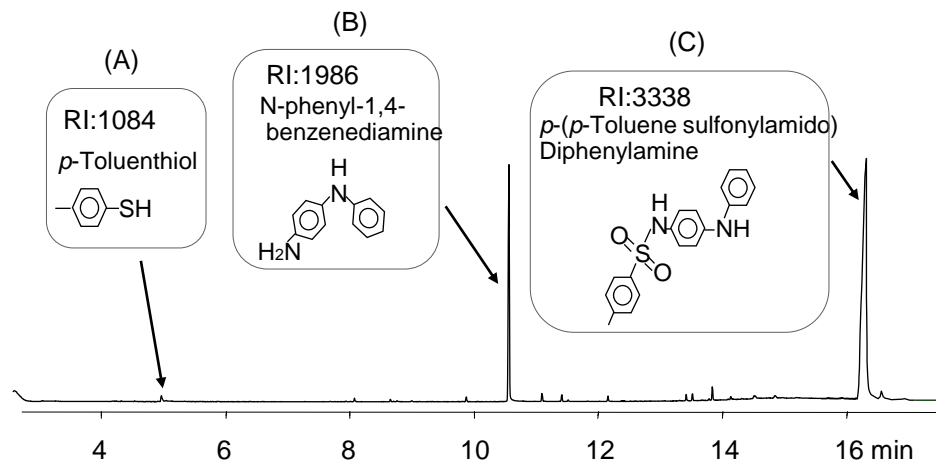


图1. 橡胶样品的色谱图 ((TD)-GC/MS 方法)

问题: 分析橡胶中未知成分,有什么好方法?

分析: 多功能热裂解器中采用的 EGA-MS技术,是结合了释放气体分析EGA技术和质谱MS技术这两种技术,该新技术对于未知聚合物样品做一初步分析是非常有用的工具。

结果: 右边是橡胶中一个未知化合物成分的分析图解,图1是该样品的 EGA 热谱图,其中含有峰A和峰B的平均质谱图。峰A被认为是低温条件下热脱附出来的添加剂,想要获得峰A的具体成分,就需要通过GC / MS来获得样品的进一步信息;峰B是橡胶中聚合物热裂解产物。通过EGA-MS质谱库搜索峰B的成分,结果如表1所示,聚乙叉降冰片烯橡胶和丁腈橡胶聚合物成为其候选物质。EGA-MS质谱库可以提供添加剂样品的重量、热脱附温度等信息,这对于未知材料作为初步研究的技术是相当有用的。

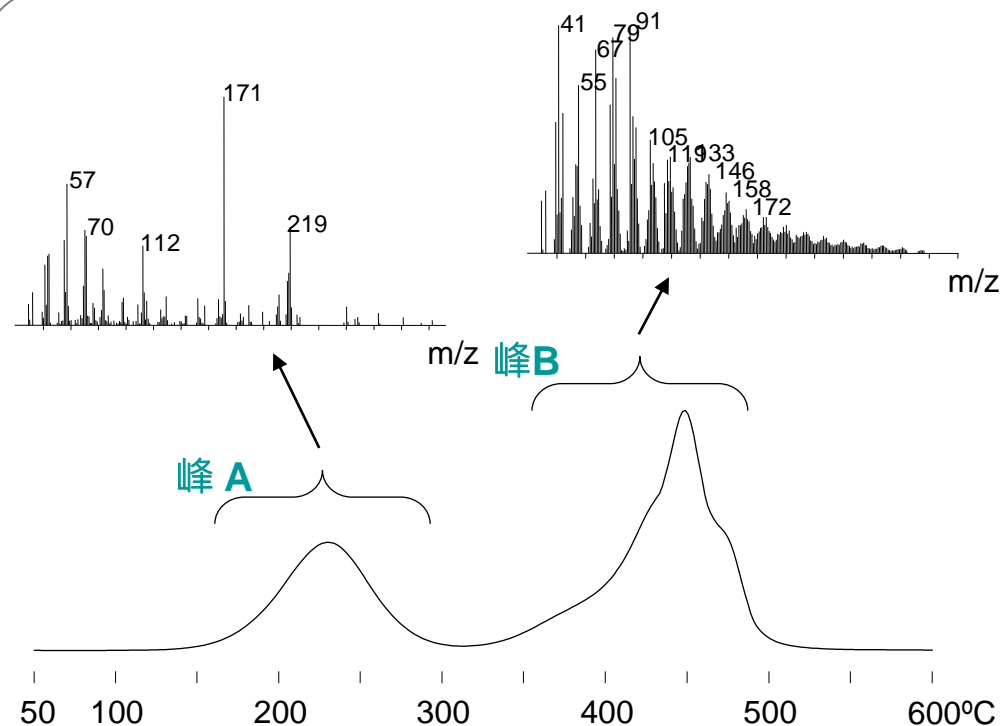


图1. 橡胶的 EGA 热谱图和平均质谱图

裂解炉温度.:50~600°C (10°C/min), Carrier gas : He 60ml/min, Split ratio :ca.1/50
EGA tube : id=0.15 mm, L=2.5 m (UADTM-2.5N), 柱温箱温度. : 300°C
样品 :ca. 0.5 mg, MS scan range: m/z=29-400, Scan speed: 0.1 scans/sec
PY-GC interface temp.: 320°C (AUTO mode)

表1. 峰B的谱图库搜索结果

Name	Match Qual
1. Polynorbornene	49
2. Polynorbornene	43
3. Acrylonitrile-butadiene rubber (NBR)*	43

* It was further analyzed by Py-GC/MS and was identified to be NBR.

问题: 举例说明, 如何分析粘合剂的组成?

分析: 使用多击热裂解仪和气质联用仪, 用EGA-MS质谱库对释放气体分析和热裂解产物进行检索, 这种检索技术对于未知物质的是非常有效的。

结论: 这个例子是分析粘合剂中的未知成分。图1所示的是粘合剂的EGA热谱图及三个峰的平均质谱图(峰B和峰C分别扣除背景(BG))。峰A被认为来自于低沸点物质, 其平均质谱图如图1(a)所示。通过Wiley275谱库对于峰B进行检索, 确认是醋酸。通过EGA-MS质谱库对于C峰进行检索, 结果发现各种乙烯基聚合物, 如表1所示。因为B峰含有醋酸, 判定该材料应该包含醋酸乙烯。如这个例子所示, 对于未知的物质成分的分析, EGA-MS技术和质谱库作为数据库主要检索技术是极其有用的。

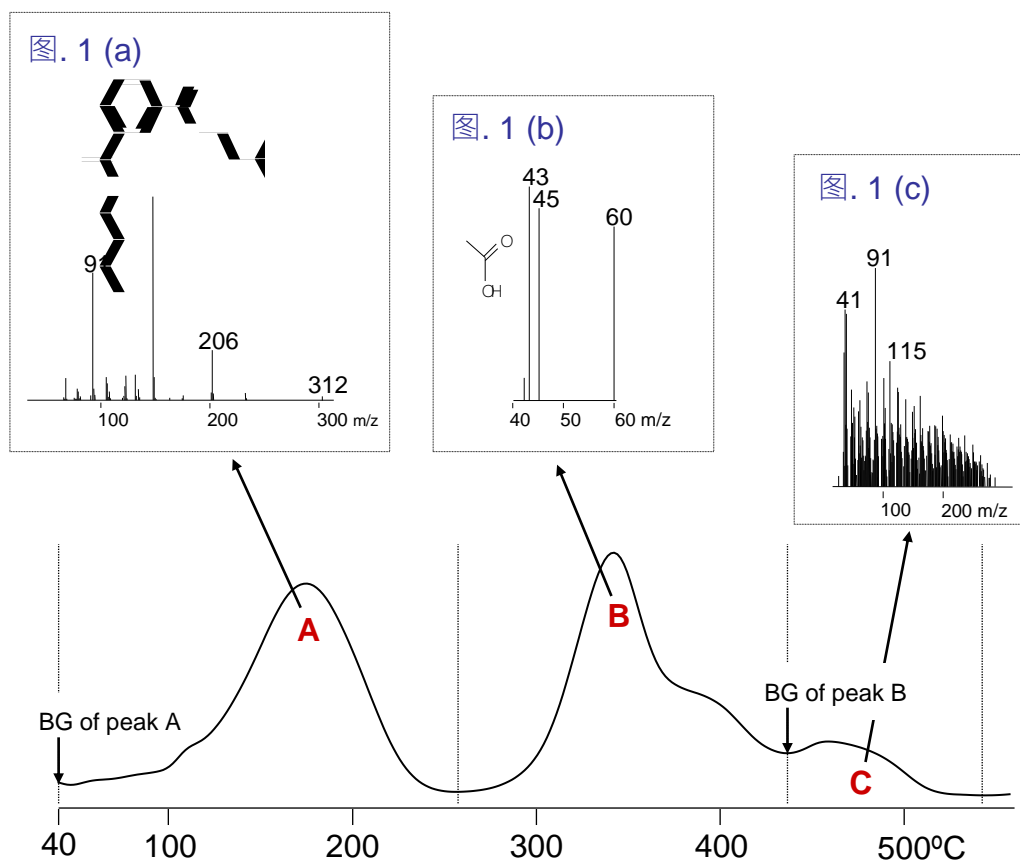


图1 粘合剂的EGA热谱图

裂解炉温度:100oC ~ 600 ° C(20 ° C /分钟),载气:He 50 kpa, 分流比:ca. 1/50,EGA毛细管:0.15毫米id,2.5米(uatm - 2.5 - n), GC烤箱温度:300 ° C等温,注射温度:320 ° C,Amt. 示例:1.0毫克, 检测器:MS(0.1 m / z = 29 - 400,扫描/秒,PY-GC界面温度:320 ° C (自动模式))

表1. C峰的谱图库搜索结果

Name	Qual.(%)
1. Poly (vinyl chloride) ; PVC:	62
2. Poly (vinyl acetate) ; PVAc	60
3. Poly (vinyl alcohol) ; PVA	43

问题: 如何使用多击热裂解分析粘合剂的组成成份?

分析: 如何确定EGA热谱图上的每个峰对应的成分? EGA-MS技术是非常有效的。让在这个技术中, 一个温度区内的成分被引入到GC色谱柱, 瞬间被微喷射低温冷阱捕集到柱头, 再使用选择性进样器进行中心切割-GC / MS进行分离鉴定。

结论: 粘合剂的EGA热谱图中有三个物质峰A峰, B峰和C峰, 见图1。A-C三个温度区的色谱图见图2显示, 峰A观察到邻苯二甲酸酯, 峰B观察到乙酸、乙酸丁酯、丙烯酸丁酯。乙酸来自于聚醋酸乙烯酯(PVAc)热解, 聚丙烯酸丁酯的热分解产物是丙烯酸丁酯。C峰是多种芳香族化合物, 来源于多烯结构的聚合物的热分解。

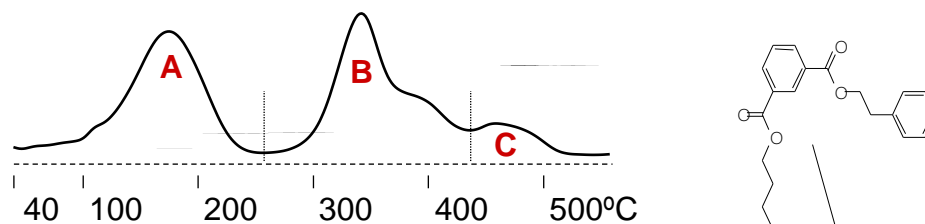


图1. 粘合剂的EGA热谱图

See the previous page for analytical conditions

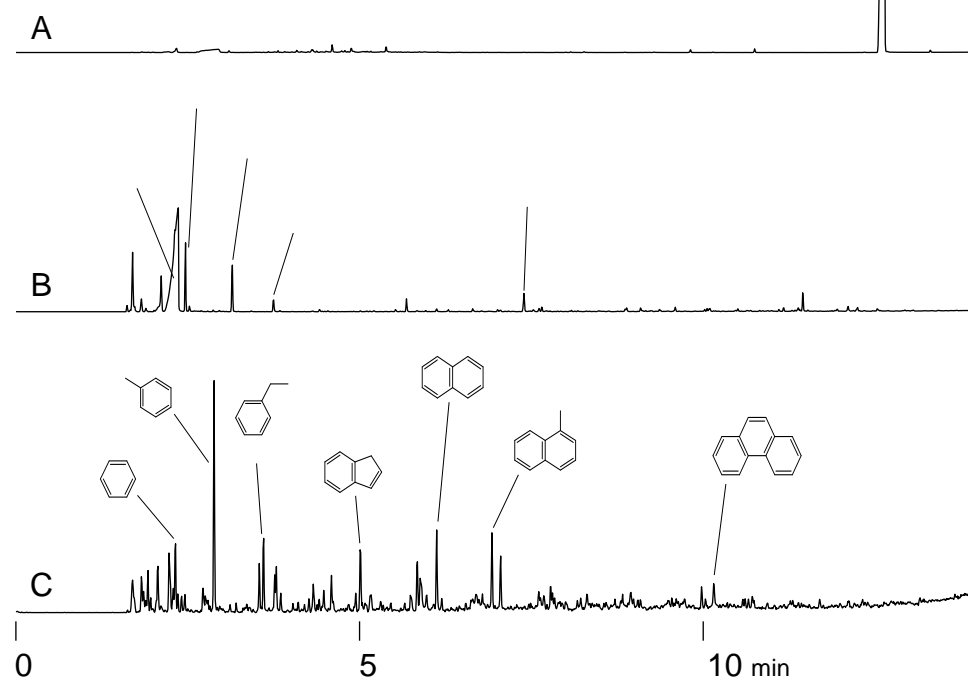


图2. A-C三区的色谱图

Pyrolysis temp.: 40°C~600°C (20°C/min), Column flow rate: 1ml/min, Split ratio: 1/50
 Separation column : Ultra ALLOY+-5 (5% diphenyl polysiloxane), 30m, 0.25mm id, df=0.25µm
 GC oven temp.: 40°C~320°C (20°C/min), Sample: 0.8mg,
 Detector: MS (m/z=29-400, 2scans/sec)

问题: 如何使用Py-GC技术研究环氧树脂的固化过程?

分析: 样品:双酚A二缩水甘油醚(DGEBA、 $M_n \approx 340$)预聚物与不同数量的1-苯基-2-甲基咪唑(1 b2mz)在180 °C下处理3小时再进行590 °C的Py-GC。

结论: 图1显示了双酚A二缩水甘油醚(DGEBA)环氧树脂和各种数量的1-苯基-2-甲基咪唑在180 °C下处理3小时的典型的热裂解色谱图。观察到的峰值强度和添加催化剂的数量之间的关系,如图2所示。发现环氧团体的裂解物的收益率减少与固化程度的增加有关,而各种酚类、预聚物骨架的特点增加了。观察到的结果是由DSC测量Tg值的推导。

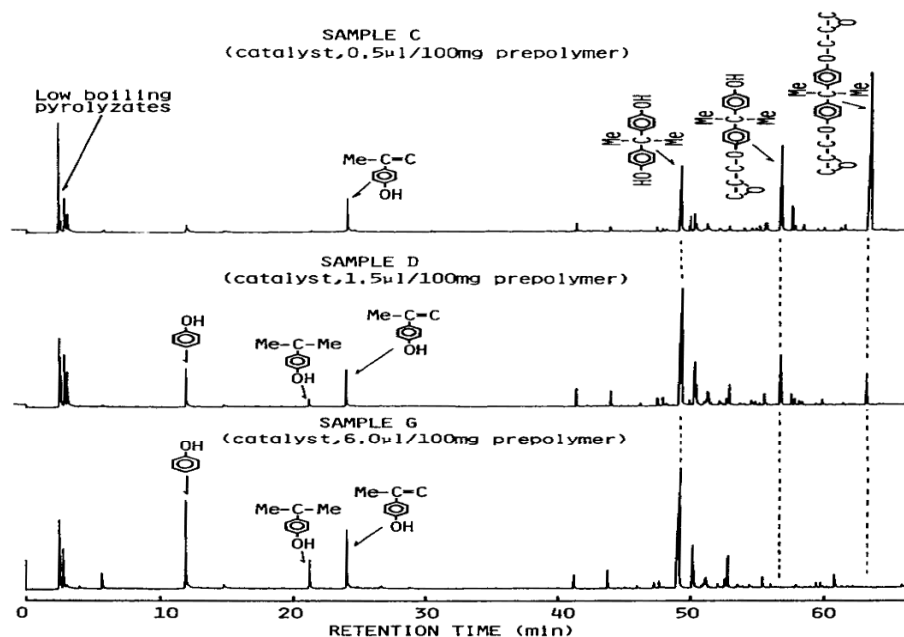


图1. High-resolution pyrograms of epoxy resins cured with various amounts of imidazole catalyst at 180°C for 3h.

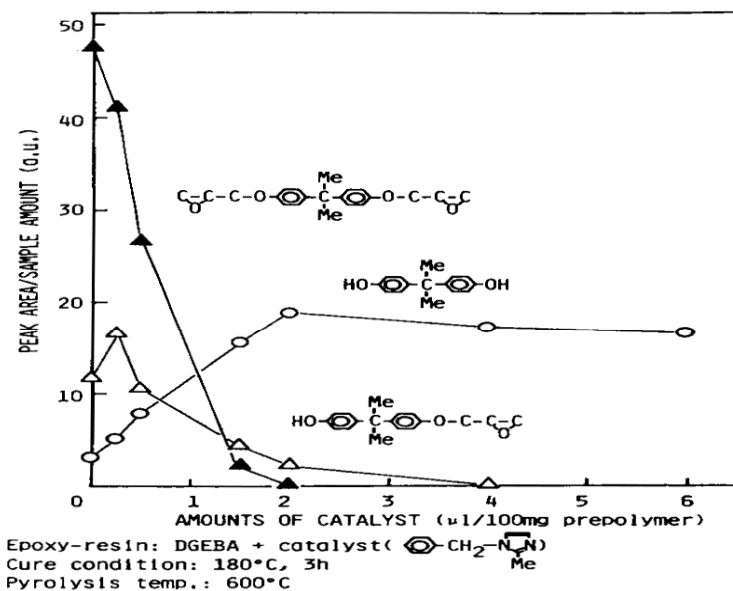


图. 2. Changes of characteristic products from epoxy resins as a function of catalyst amount.

问题: 未知的物质，如何分析？比如打印机油墨

分析: 对于未知样品的分析，EGA-MS方法是一种简单有效的分析方法。

结论: 打印机油墨的热谱图如图1，有三个温度区分别是A区、B区和C区，其平均质谱如图 所示。根据洗脱的温度来判断，A区和B区被认为是热脱附出来的低分子量化合物。而C区被认为粘合剂树脂。使用EGA-MS质谱库检索C区的平均质谱图得到聚合物列于表1中，苯乙烯和丙烯酸类粘合剂聚合物被列为备选项。因此，对于检索未知的高分子材料，EGA-MS / EGA谱库检索是一个非常强大的工具。

表1. C区的EGA-MS质谱库搜索结果

	Ref No.	Qual
1. Methyl methacrylate-butadiene-styrene copolymer	#165	90
2. Styrene-ethylene-butadiene-styrene-block copolymer	#195	86
3. Styrene-divinylbenzene copolymer	#210	80

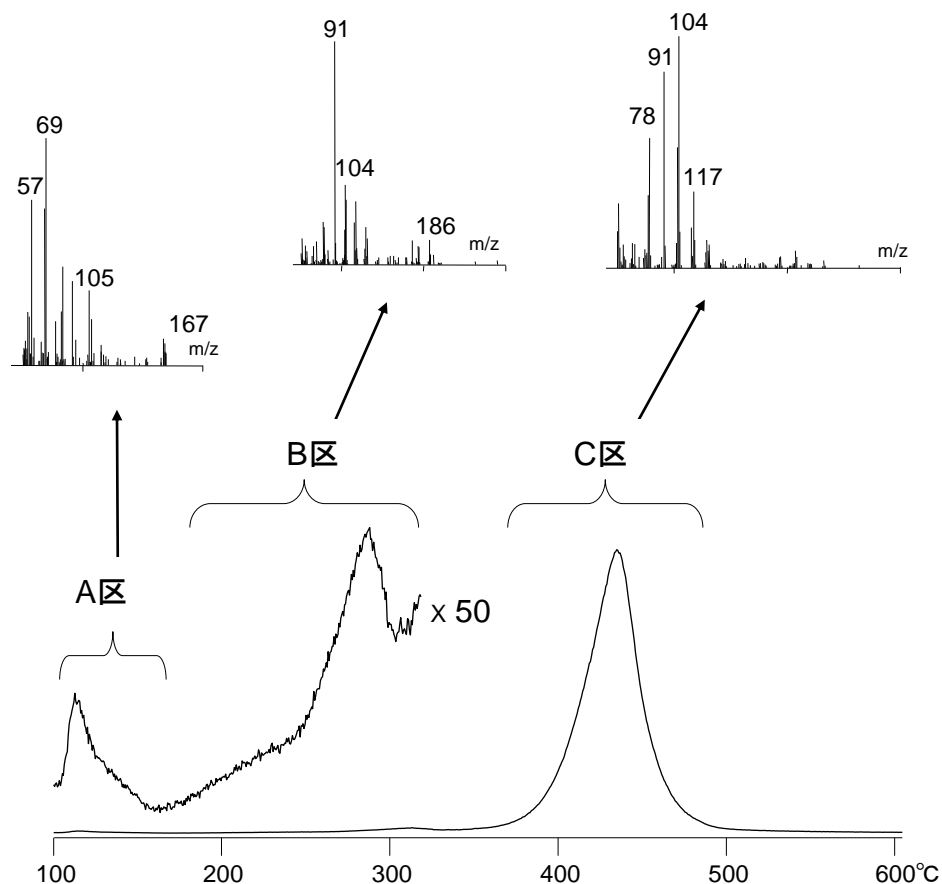


图1. 打印机油墨的EGA热谱图及A-C区质谱图

EGA capillary tube : 2.5M (id. 0.15mm) ,GC oven temperature : 300°C

问题: 打印机油墨是由粘合剂树脂、磁性粒子、着色剂和脱模剂等组成, 可以使用多击热裂解仪的释放气体(EGA)技术, 如图1所示。除此之外, 该多击热裂解仪还可以做什么呢?

分析: 选择性进样器和微型喷射低温冷阱组成使用, 还可以对样品进行中心切割分析, 使得每个温度区产生的物质被引入到分离柱被GC / MS进行更加详细地分析。

结论: 图2显示了A区、B区和C区的GC / MS分析结果。A区发现了腈, B区发现了甲基丙烯酸甲酯(MMA)、苯乙烯单体(S)、苯乙烯二聚物(SS)、苯乙烯三聚物(SSS)和其他芳香族化合物。而在C区发现了粘合剂树脂的热裂解产物甲基丙烯酸-丁二烯-苯乙烯共聚物。

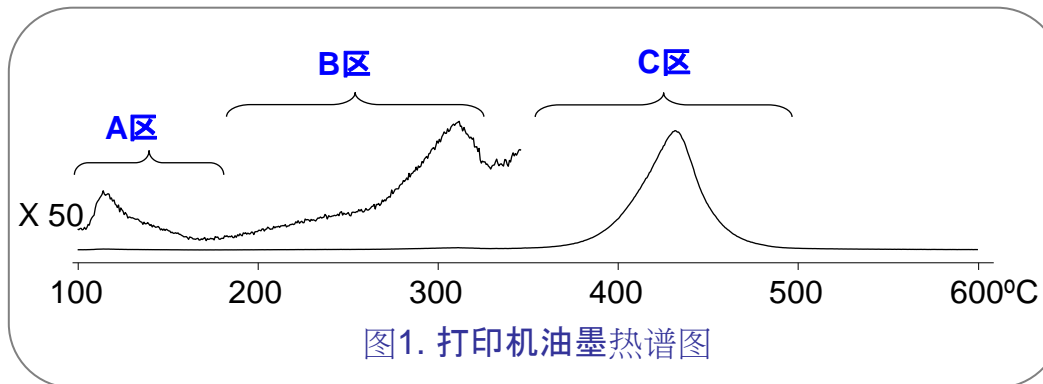


图1. 打印机油墨热谱图

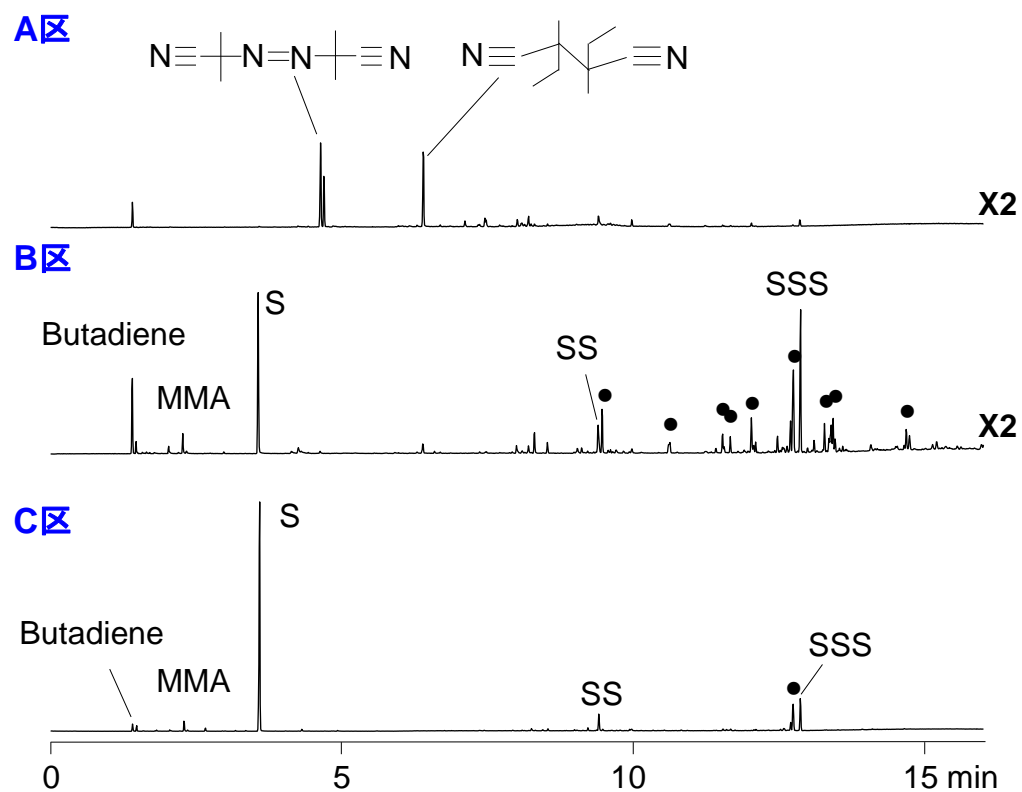


图2. A-C区的色谱图

Separation column : Ultra ALLOY+ -5 30M-0.25F

GC oven temperature : 40°C~20°C/min~320°C (2min hold)

问题: 不通过溶剂抽提, 如何分析纸中添加剂 (比如烷基烯酮二聚体, AKD) ?

分析: 通过热裂解气相色谱法即可实现(Py-GC)。下面是以烷基烯酮二聚体施胶剂为例, 展示了如何使用瞬间热解技术来分析纸中的添加剂。

结论: AKD在纸中以三种形式存在: 未反应的AKD、水解后得到的酮和跟羟基纤维素结合的物质。使用瞬间热裂解技术, 可以检测到AKD水解后的二烷基酮, 如图1所示。添加了AKD的纸使用瞬间裂解技术分析, 色谱图如图2所示, 8分钟内检测到3个AKD的水解产物二烷基酮。如上所述, 使用Py-GC技术去掉了AKD的溶剂抽提等预处理繁琐过程, 而且实现了对AKD的快速分析。

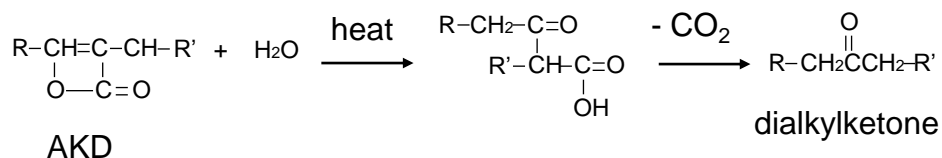


图1. AKD水解生成二烷基酮的过程

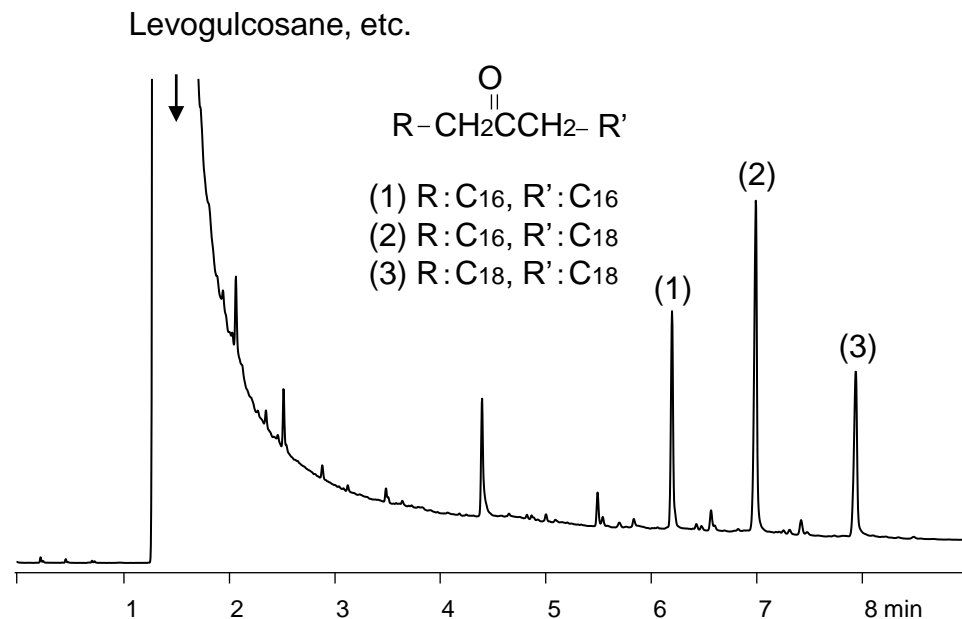


图2. 瞬间裂解分析纸张中的 AKD

Pyrolysis temp.: 600°C, carrier gas: He, split ratio: 1/50

Separation column: Ultra ALLOY⁺-1, 30M-0.25F

GC oven temp.: 225°C - 20°C/min - 330°C, injector temp.: 320°C

Sample: 2 mg, detector: FID

问题: 如何分析丝织品光降解后的化学结构的变化?

分析: 将丝织品放在模拟阳光的耐候机里, 设置温度 46°C 、相对湿度 $60\pm 5\%$ 光照52天。取大约 $200\mu\text{g}$ 的丝织品在 600°C 下裂解, 氮气作为载气, 选择硫化学发光检测器(SCD)作为检测器。

结论: 如图1所示, 光照后的丝织品, 其主峰的峰值明显降低。使用校准曲线根据峰值的强度, 就可以确定丝织品中Met、Cys和Cys-Cys残留量是多少, 定量结果如表1所示。在3个重复性实验中, 半胱氨酸残基含量的RSD大约是5%。

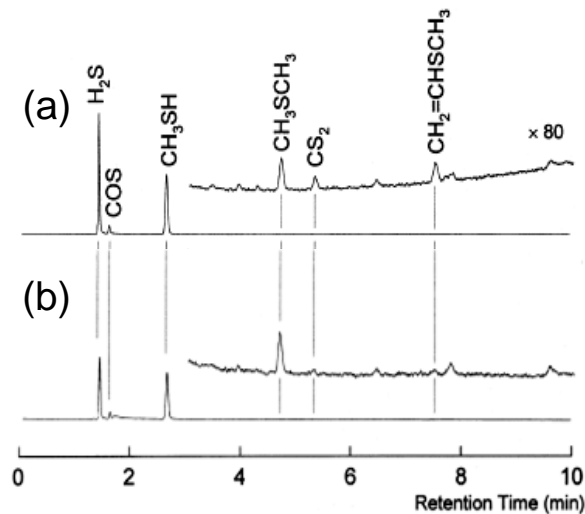


图 1. 丝织品在 600°C 光降解后的裂解色谱图
SCD检测器: (a) 无光照(b) 光照 52天

表 1. 丝织品光降解后残留的含硫氨基酸含量 (Py-GC/SCD)

含硫氨基酸类型	氨基酸残基[mmol/g] (氨基酸含量[wt%])	
	No exposure	52-day exposure
Met ^{a*}	14.8 ± 2.9 (0.22)	10.6 ± 2.0 (0.16)
Cys ^{b*}	14.6 ± 0.8 (0.18)	7.0 ± 0.2 (0.08)
Cys-Cys ^{c*}	1.48 ± 0.19 (0.036)	0.54 ± 0.23 (0.013)

a* from peak intensity of CH_3SH

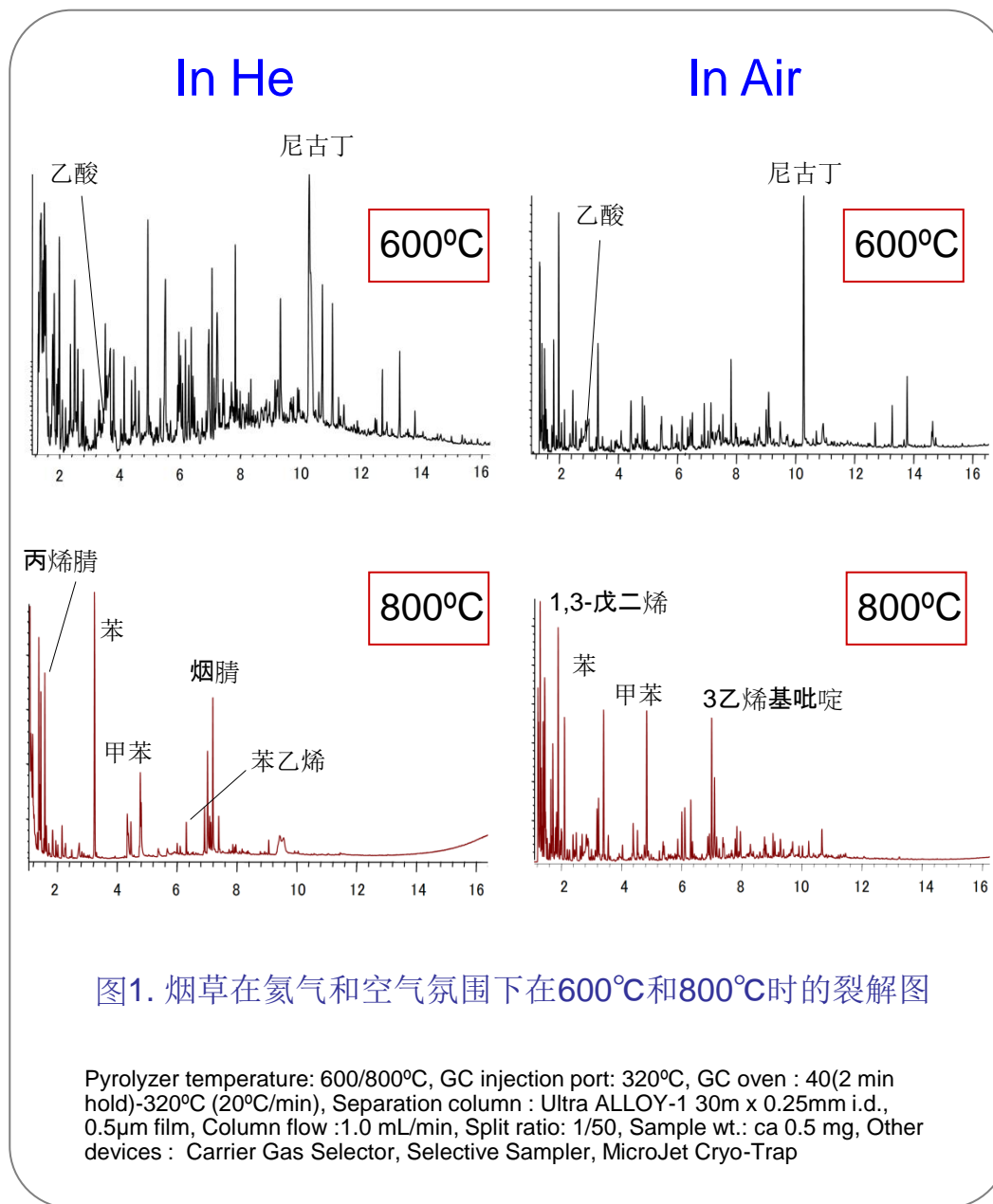
b* from peak intensity of H_2S

c* from peak intensity of CS_2

问题: 烟支样品在氦气和空气不同气氛下进行热裂解, 可否比较差异? 如果可以, 怎么比较?

分析: 比较烟草在惰性气氛 (He) 和氧化气氛 (空气) 不同气氛的不同裂解行为, 往往是有指导意义的。

结果: 使用PY-GC/MS联用技术, 分析烟草在空气和氦气氛围中在600°C和800°C下得到了裂解谱图, 见图1。为显而易见, 烟草在左侧的He氛围和右侧的空气氛围中的裂解产物有显著的区别。在氦气氛围下, 烟草在600°C时热裂解产物有尼古丁, 而在800°C时, 尼古丁裂解成烟腈, 同时乙酸的峰值也大大降低了。而在空气氛围中, 显而易见, 在800°C时尼古丁被降解为3-乙炔基吡啶和苯。



问题: 如何使用多击热裂解来分析矿物油中的表面活性剂?

分析: 矿物油: 钠, Hygold100中含有500ppm的二(2-乙基己基)磺基琥珀酸钠(DESS)作为表面活性剂。适合于采用多击热裂解仪的中心切割EGA-GC/MS方法分析。

结果: 如图1所示的是DESS和Hygold100的EGA温谱图, 100-180°C时释放出碳氢化合物, DESS在180-270°C之间热分解, 得到二(2-乙基己基)富马酸酯(DEF)。该样品通过热脱附TD-GC/MS方法分析, 在没有使用中心切割的情况下, DEF洗脱出的烃如图2-a所示; 使用中心切割后, 可大大降低干扰化合物对DEF判断的影响, 结果如图2-b所示。DEF可以被清晰的观察到, 干扰DEF峰的其他化合物几乎被消除了, 其重现性为相对标准偏差RSD=4.7% (n=5)。

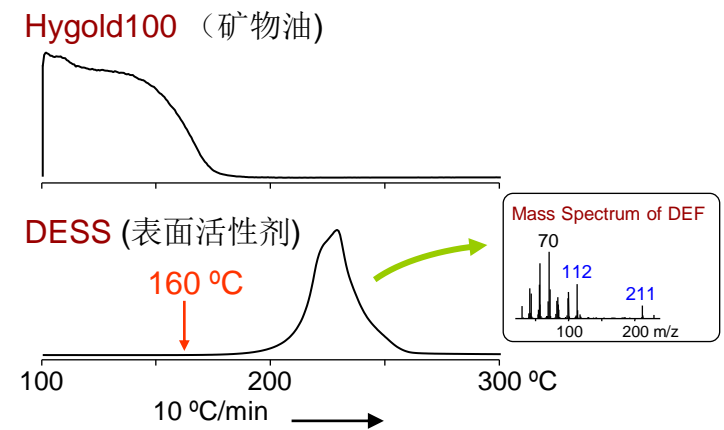


图1. DESS和Hygold100的EGA热谱图

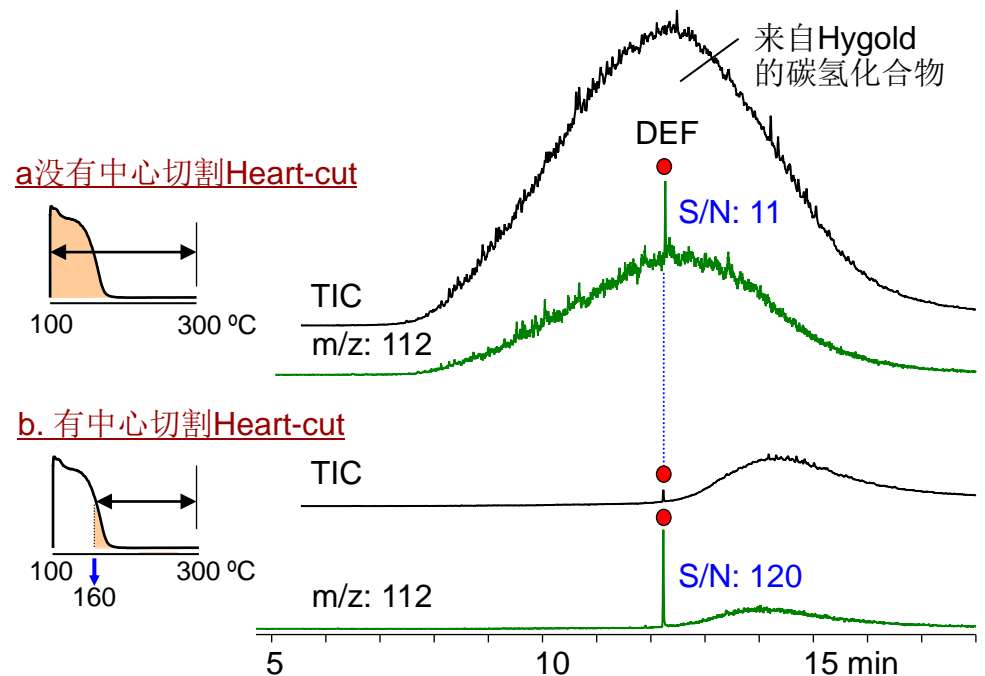


图. 2. 定量分析Hygold100中DESS (500 ppm)
(使用中心切割Heart cut-GC/MS方法)

Pyrolysis temp.: 100 – 300 °C (10 °C/min), GC oven temp.: 40 – 320 °C (20 °C/min, 4 min)
Separation column: Ultra ALLOY+5 (L=30 m, i.d.=0.25 mm, df = 0.25 μm),

问题: 可以用PY-GC/MS方法, 来区分来自于两个不同产地的药用蜂胶。

分析: 快速的PY-GC/MS技术分析两个不同产地的药用蜂胶, 并且对组成进行了比较。

结果: 图1示出蜂胶的两个不同的样品裂解图, 在谱图中, 可以观察到酚, 芳香酸, 倍半萜烯, 对C 16 -C 18脂族羧酸乙基酯, 以及各种类黄酮。两种蜂胶的芳族酸和酚类的峰分布呈相似性, 而峰分布为C16-C18脂族酸和类黄酮乙酯显示很大的差异。

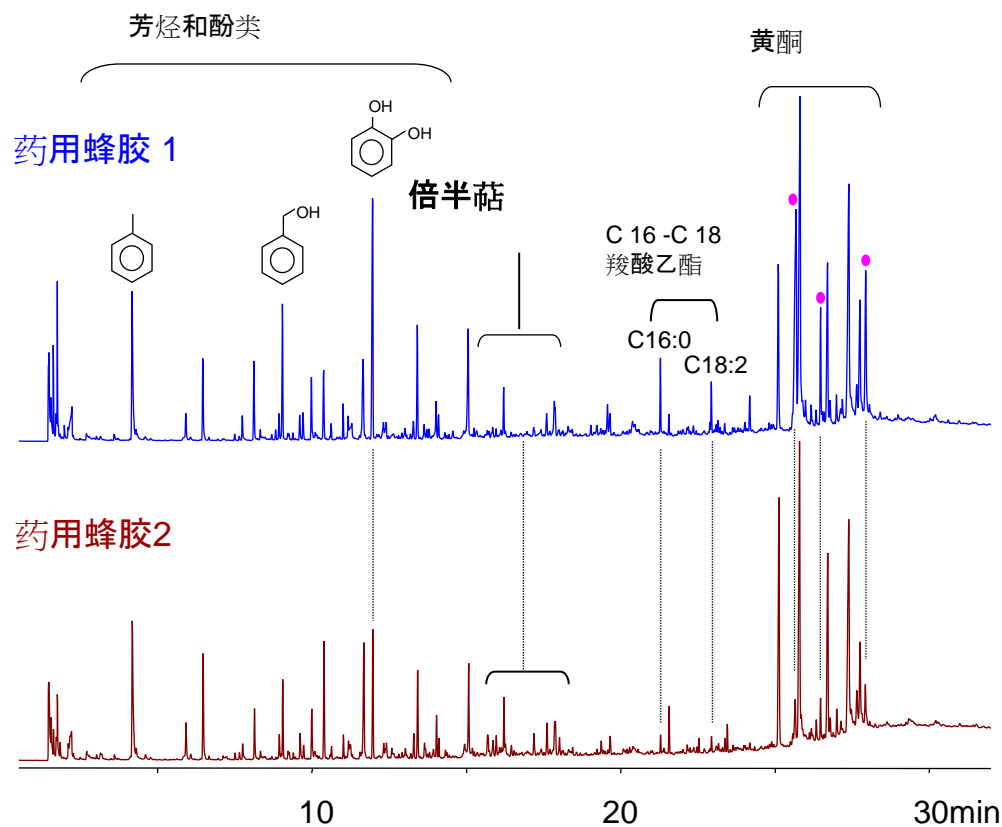


图1. 两个不同产地的药用蜂胶样品的TIC谱图

Multi-Shot Pyrolyzer: EG/PY-3030D
 Pyrolysis temperature: 550°C, Column head pressure: 50kPa, Split ratio: 1/50
 Separation column: Ultra ALLOY+-5(5% diphenyl 95% dimethylpolysiloxane),
 L=30 m, id=0.25 mm, DF=0.25 μm, GC oven: 40°C~300°C (10°C/min), Sample:
 300 μg, Detector: MS (m/z: 29-550, 2 scans/sec)

问题: 如何正确检测聚丙烯(PP)材料中散发出的气味?

分析: 将7毫克的待测PP样品放到样品杯中并用TD-GC/MS方法来分析。

结果: 成品和次品的PP的 (TD)-GC/MS色谱图, 如图1所示。次品PP样品中包含一定数量的挥发物, 而这种挥发物在成品PP样品中并不存在。由此, 我们可以认为次品PP样品中的异味就来自于这些额外的挥发物。

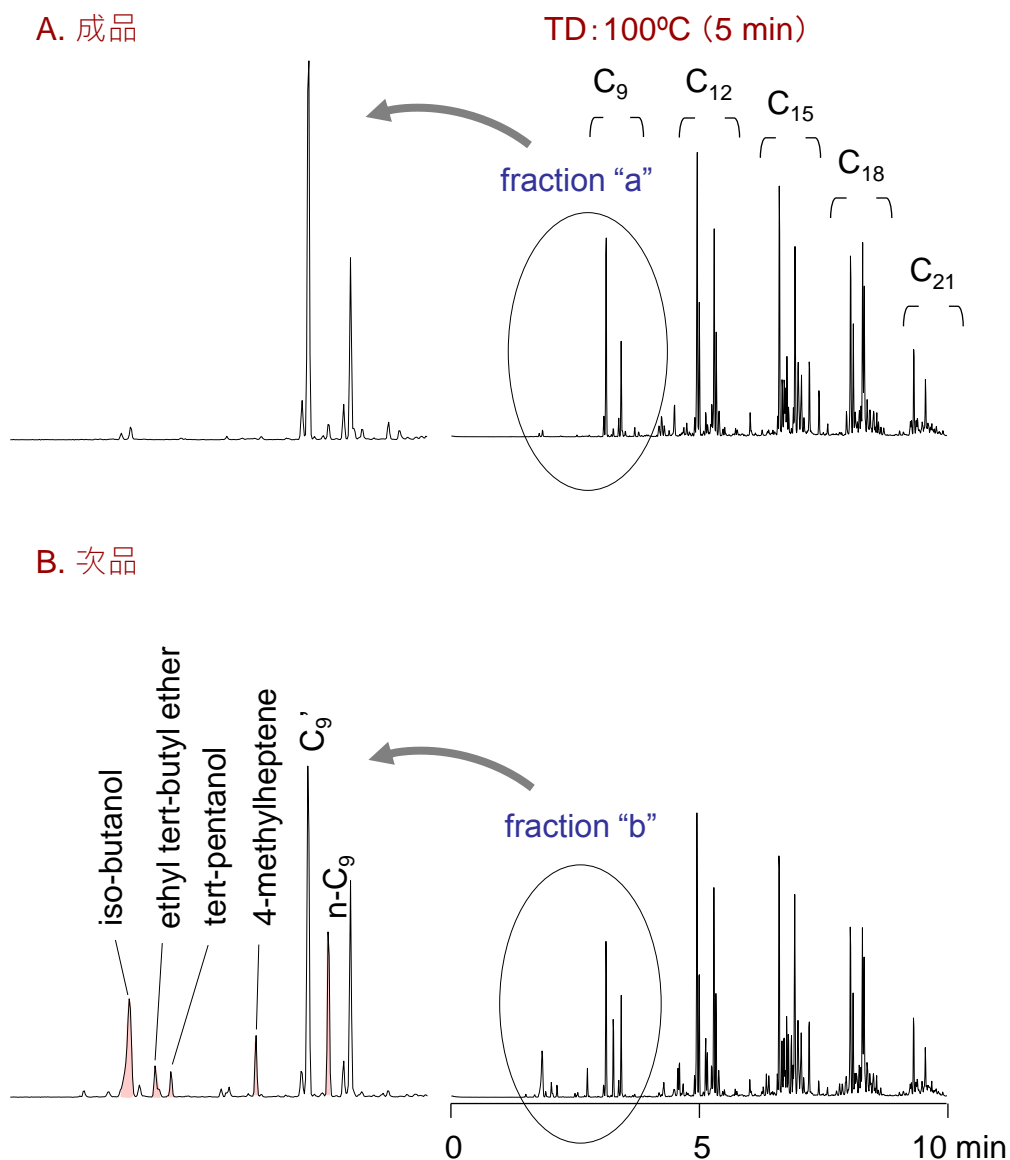


图1. 成品和次品的色谱图((TD)-GC/MS)

问题: 如何定性分析和定量分析废弃塑料中的溴化阻燃剂?

分析: 将含有阻燃剂DeBDE的废旧塑料样品放入样品杯中, 采用 EGA-MS方法和(TD)-GC/MS方法来进行分析。

结果: 图1显示了废弃塑料的EGA 热谱图, 通过F-Search软件的聚合物数据库EGA-MS质谱库可以知道在400~500°C区间出现的主要峰是聚苯乙烯的峰; 在 250~350°C区间的弱峰的平均质谱含有m/z 799和分子离子m/z 959, 两者是DeBDE的特征离子, 由此质谱图清晰地判断废旧塑料中添加了DeBDE。从这个结果来看, 我们可以知道DeBDE的热脱附温度条件是200~400°C (20°C/min)。图2展示了在这个条件下通过使用(TD)-GC/MS方法所得到的DeBDE的色谱图结果。很明显, 共存材料对DeBDE的分析结果不会存在干扰, 含量为7.1wt%DeBDE的数据重现性为3.5%。

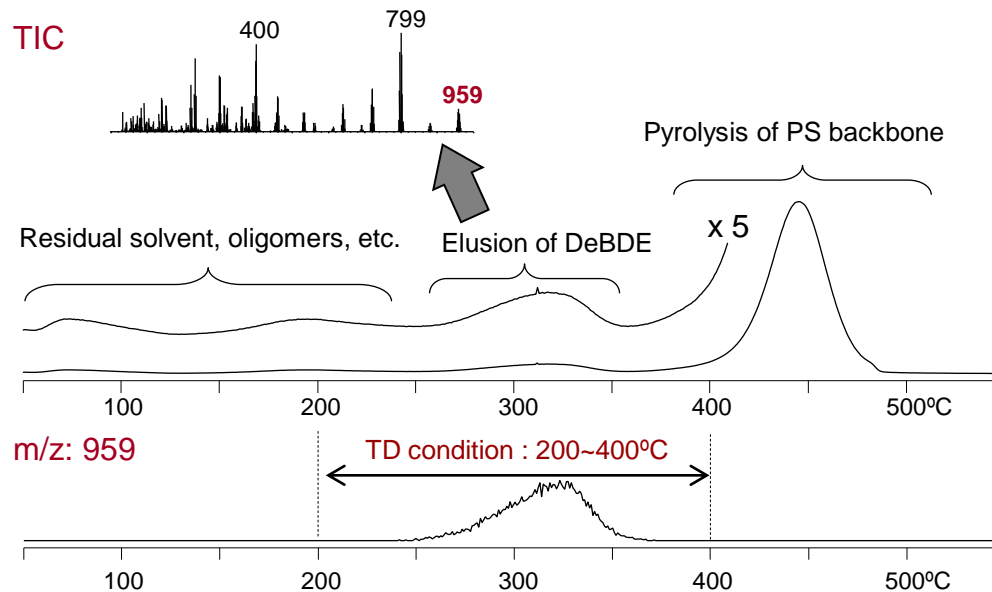


图1. 废弃塑料的EGA热谱图(EGA方法)

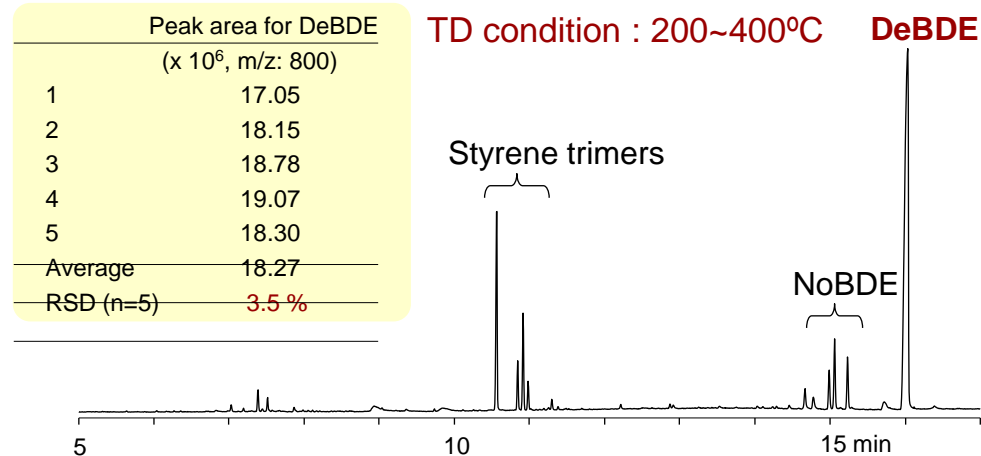


图2. 废弃塑料的色谱图((TD)-GC/MS方法)

Separation column : UA-PBDE 15M-0.05F (Frontier Lab)
Thermal desorption temp. : 200°C~20°C/min - 400°C

问题: 怎么分析可回收再利用的聚丙烯中的添加剂？
又是如何确定的其成分的？

分析: 在ADD-MS06数据库里，含有添加剂标准样品的裂解谱图，是在600°C条件下通过Py-GC/MS方法得到的添加剂标准样品的MS数据库，添加剂和裂解产物的主要峰的质谱信息都包含在内。使用该数据库，可以观察到每一个热裂解产物和添加剂的保留指数RI。使用这个数据库，被回收的聚丙烯(PP)中的添加剂可以通过色谱图来确定，而这个色谱图是通过TD-GC/MS得到的。

结果: 图1(a) 是通过TD-GC/MS方法得到的被回收的PP的TIC。峰A和峰B的质谱图的搜索结果列在表1中，通过分子量和RI的比对从而确定了这两个峰。图1(b)、(c)和 (d)是存在于ADD-MS06数据库里的添加剂的热裂解谱图，通过比较这些数据，被回收的PP中的添加剂的两个峰就可以被确认，其中峰A是抗氧化剂，峰B是阻燃剂。

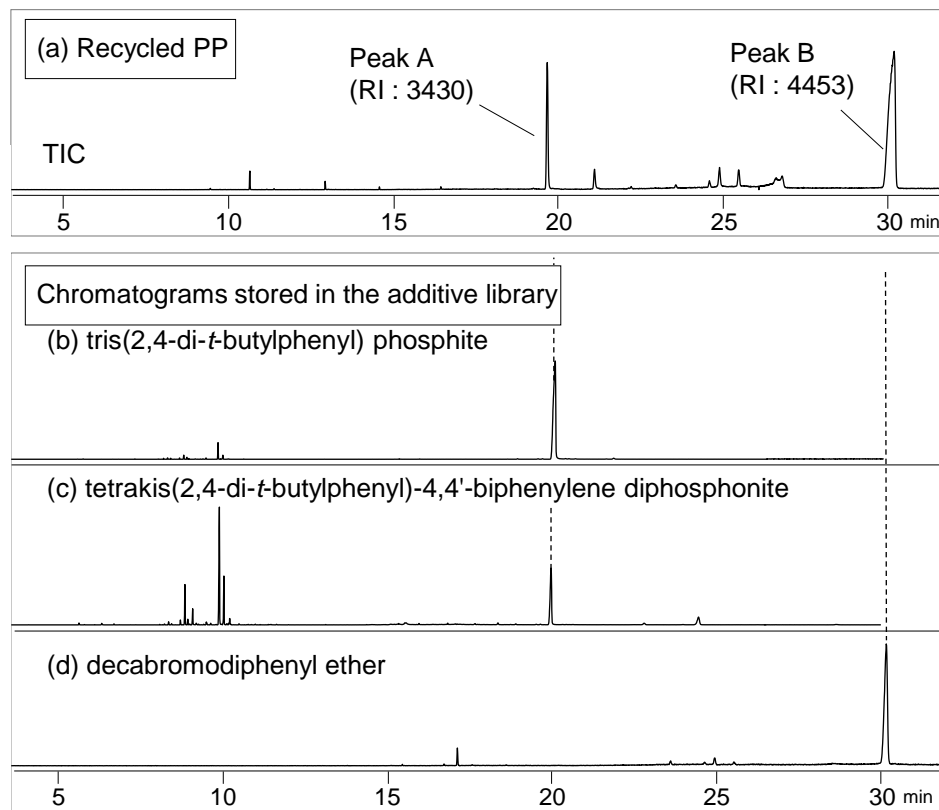


图. 1. PP的色谱图和质谱库中的添加剂数据

TD: 100 - 300°C(20°C/min), GC Oven: 40 - 320°C(20°C/min, 4 min) - 340°C(10°C/min), He: 1.0 ml/min, Split ratio: 1/50, Amount: 0.3 mg, Col : UA5-30M-0.25F (Frontier Lab)

表 1. 添加剂质谱库的搜索结果

	Candidates compounds	Match quality[%]	RI
Peak A RI:3430	1. tris(2,4-di-<i>t</i>-butylphenyl) phosphite	62	3451
	2. 2,4,8,10-tetra- <i>t</i> -butyl-5,7-dioxo-6-phospha-dibenzo[a,c]cyclohepten-6-ol	55	2888
	3. 2- <i>t</i> -butyl-6-methyl-4-ethenylphenol	1	1535
Peak B RI:4453	1. decabromodiphenyl ether	89	4412
	2. isomer of bromophenyl heptabromodiphenyl ether	13	3738
	3. tetrabromo phthalimide	5	2814

问题: 如何确定表1中限量使用的邻苯二甲酸酯的热脱附温度条件?

分析: 热脱附温度条件可由释放气体分析方法 (EGA-MS) 来确定。市售的PVC材质的塑料儿童玩具样品中分别添加了六种不同的邻苯二甲酸酯增塑剂, 含量大约是1%, 通过EGA方法来检测, TIC色谱图见图1。

结果: 图 1中的EGA热谱图, 观察到有两个峰, 主要是来源于添加剂和PVC。从邻苯二甲酸酯的特征质谱图中可以看出, 邻苯二甲酸酯的热脱附的温度条件是100 -350°C。

表 1 限量使用的邻苯二甲酸酯
(0.1% upper limit by Directive 2005/84/EC)

Di(2-ethylhexyl)phthalate (DEHP)
Dibutylphthalate (DBP)
Butylbenzylphthalate (BBP)
Diisononylphthalate (DINP)
Diisodecylphthalate (DIDP)
Di(n-octyl)phthalate (DNOP)

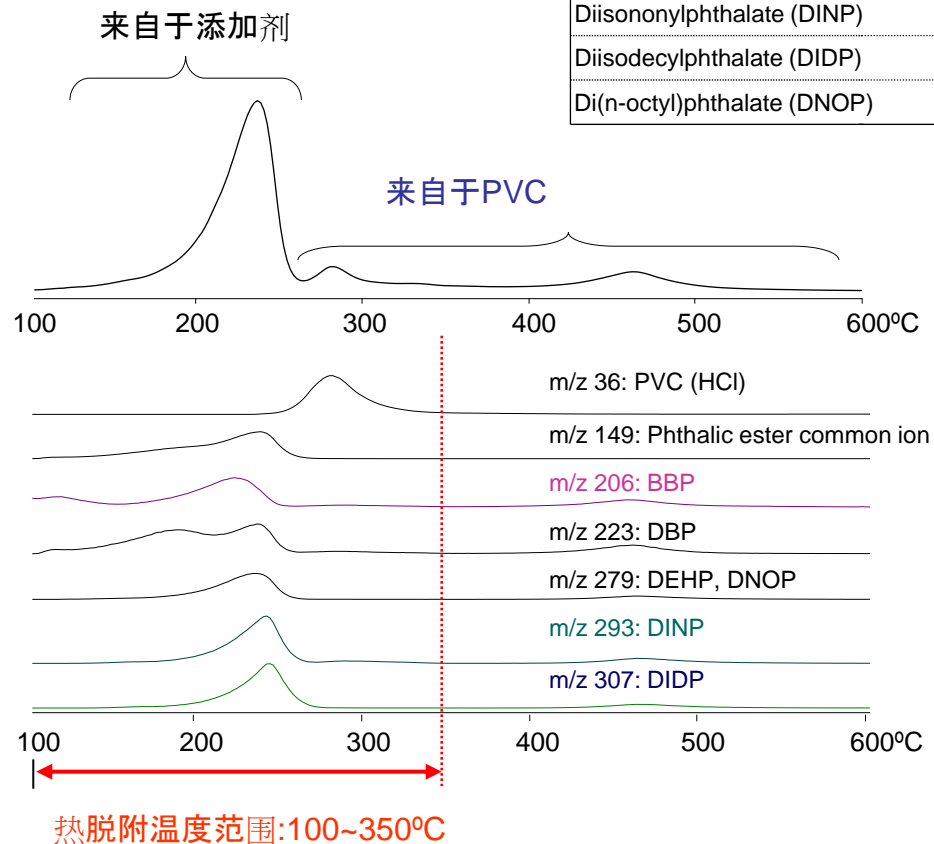


图1. PVC的TIC 裂解色谱图和抽提离子质谱图
(每种增塑剂添加量为1%)

Pyrolyzer furnace temp.: 100 – 600°C (20°C/min), GC oven temp.: 300°C
EGA tube: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm), column flow rate: 1 ml/min He,
split ratio: 1/20, injector temp.: 320°C

问题: 用热脱附 (TD)-GC/MS方法分析塑料玩具中的邻苯二甲酸酯时, 样品的存在状态是否会影响重现性? 比如粉末状的或者薄膜状的。

分析: 将固体塑料样品打磨成45目的粉末, 或者通过溶剂方法获得薄膜状样品, 两种样品使用 (TD)-GC/MS方法来分析。邻苯二甲酸酯的热脱附温度条件被确定为100-350°C, 使用绝对标准法来计算邻苯二甲酸酯的含量。

结果: 图1展示了通过 (TD)-GC/MS获得的总离子色谱TIC图, 保留时间在17-18分钟的峰的主要成份是非邻苯二甲酸酯类塑化剂DINCH。保留时间在11和16分钟, 其化合物的离子碎片 m/z 149, 223, 273, 被认为是DBP 和DEHP。这些邻苯二甲酸酯的浓度大约是50 ppm和300 ppm。粉末状样品的DEHP的重现性($n=5$) 是5%RSD, 薄膜状的样品的DEHP的重现性是1%。重现性的不同可以归咎于固体样品的存在的状态不同。

DBP (dibutyl phthalate) DEHP (di-2-ethylhexyl phthalate)

Ca. 50 ppm

ca. 300 ppm

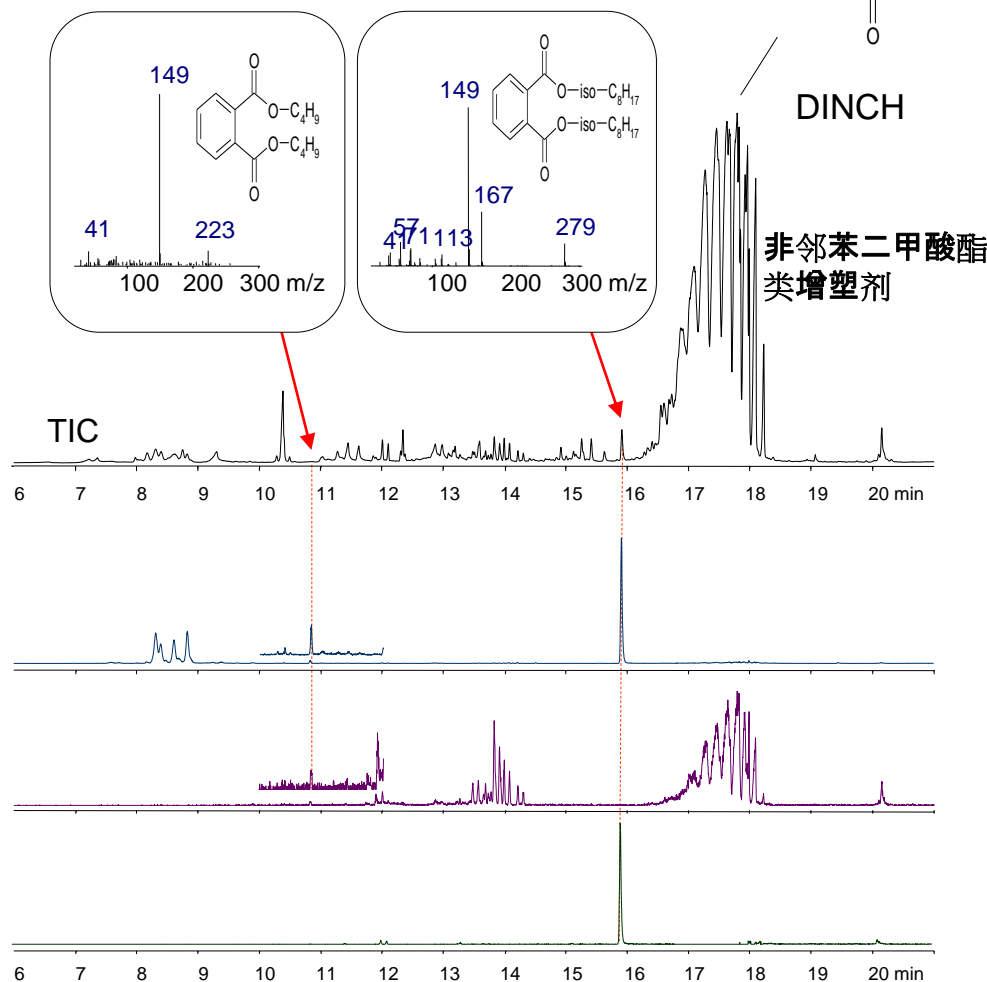


图1. PVC的TIC色谱图和抽提离子特征质谱图 ((TD)-GC/MS)

Thermal desorption temp: 100 - 350°C (40°C/min, 3 min)
GC oven temp: 80 - 320°C (10°C/min, 6 min)
Separation column: Ultra ALLOY+1 30M-0.25F

问题: UV光固化树脂释放出来的挥发物可以使用UV/Py-GC/MS方法分析吗?

分析: 使用UV/Py-GC/MS新技术分析丙烯酸UV固化树脂(dry film), 小圆形样品(直径3毫米, 大约350 μ g)。60 $^{\circ}$ C在He气氛下紫外线照射该待测样品10分钟, 使用微紫外线辐射器(UV - 1047 Xe)其采用氙灯作为光源。

结果: 在没有紫外线辐射和有紫外线辐射的条件下, 从树脂中释放的挥发组分的色谱图及其放大图, 见图1所示。一方面, 在没有紫外线辐射过的样品, 只能看到聚合物引发剂; 另一方面, 在有紫外线辐射过的样品, 可以观察到各种有机化合物包括300 ppm的甲基丙烯酸甲酯(MMA)。数据表明, UV/PyGC/MS新技术可以分析UV光固化树脂释放出的挥发物质, 该树脂在固化过程中没有经过复杂的处理。

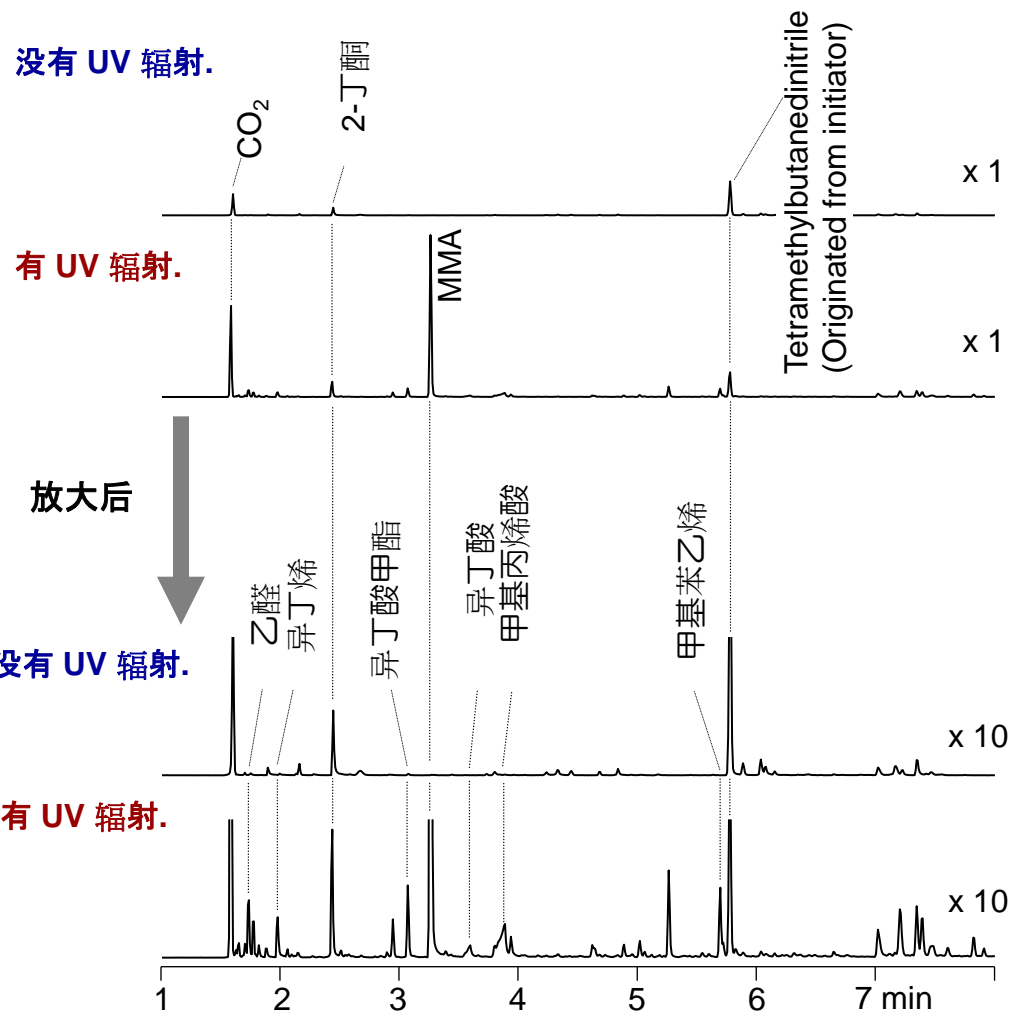


图1. 分析UV光固化丙烯酸树脂(dry film)释放的挥发物

Micro UV irradiator: UV-1047Xe,
 分离柱: Ultra ALLOY+-1 (dimethylpolysiloxane), L=30 m, id=0.25 mm, df=0.5 μ m,
 载气: He, Column flow rate: 1 ml/min, split ratio: 1/10,
 样品: 350 μ g (3 mm diameter disc), GC 柱温箱温度: 40 ~ 300 $^{\circ}$ C (20 $^{\circ}$ C/min)

问题: 聚碳酸酯PC在光/热/氧化条件下降解的研究。

分析: 使用紫外线照射/热解(UV/Py)-GC/MS 新技术研究PC在光/热/氧化条件下降解过程。首先, PC样品在100°C空气气氛下进行紫外辐射1小时, 当辐射结束后, 将系统中的空气切换为氦气。PC样品中释放出的挥发物, 见图2。辐射后的PC样品再添加TMAH进行衍生化热解反应。

结果: 图1显示了PC的期望的降解路径。据报道, 聚合物碳链的断裂和分支结构的形成的主要降解途径就是通过重排反应。因此, 认为BisA应该是PC的初级挥发性降解产物, 并且其降解聚合物应该有分支结构。图2显示UV辐照PC前后, BisA峰值强度的对比, 观察到UV辐照后 BisA峰值强度增加了10倍。这表明, 聚合物碳链发生了多次的断裂。图3显示了聚合物经过在线衍生化反应/裂解 (Rx / PY) 后的降解结果。经过紫外线照射后, 很容易观察到有分支结构的峰。

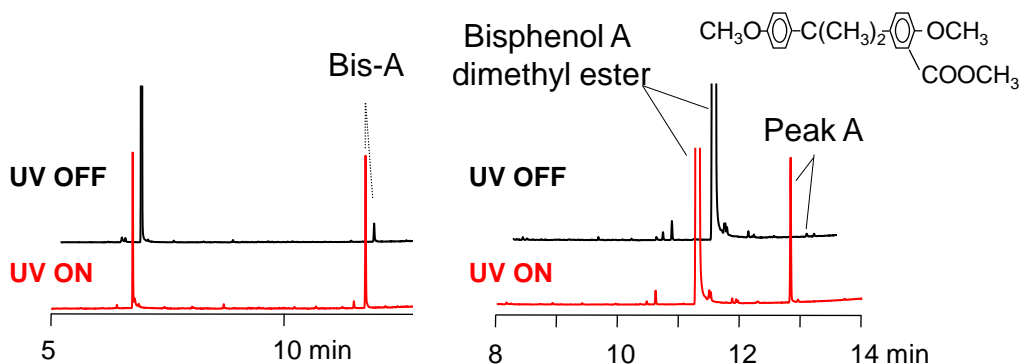
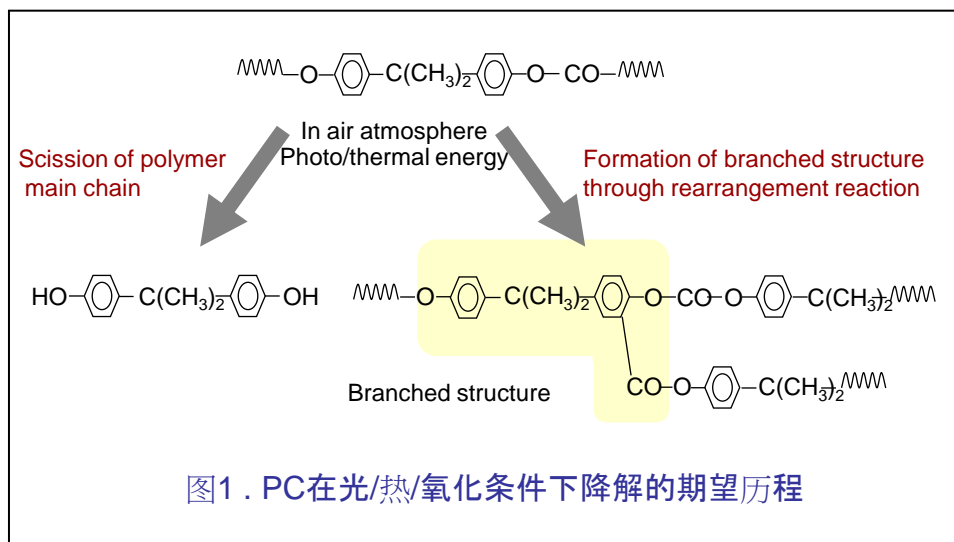


图2 PC释放出的挥发物质色谱图

图. 3. PC的裂解色谱图
(PC降解后采用Rx / PY新技术)

Column: UA⁺-1(L 30 m, id. 0.25 mm, df 0.25 μ m), Flow rate: 1 ml/min, Split ratio: 1/10, Sample: ca.15 μ g (thin film), GC temp.: 40 - 300°C (20°C/min), Thermal desorption (TD) temp.: 100 - 350°C (20°C/min)

Py furnace temp.: 400°C, Reagent: TMAH (25 wt. % in methanol, 3 μ L), Split ratio: 1/50, other conditions identical to those in Fig. 2.

问题: 是否有方法分析耐冲击性聚苯乙烯材料 (HIPS) 在光/热/氧化降解作用下的挥发性降解产物?

分析: 将HIPS样品使用带有氙气灯(Xe)的微型紫外线辐照器照射, 可以释放出易挥发物质。取10 μ L的HIPS二氯甲烷溶液(浓度为2 mg/mL)放在样品杯里。HIPS样品在60 $^{\circ}$ C的空气气氛中辐照一小时, 其挥发性降解产物被微型喷射冷阱捕集在分离柱柱头。当紫外线照射结束时, 切换到氦气将空气吹扫出去, 被照射过的样品在60-250 $^{\circ}$ C的温度条件下进行热脱附, 柱头被冷凝的组分瞬间蒸发进入GC/MS系统进行分析。

结果: 图1显示了HIPS经紫外线照射前后其挥发性降解产物的色谱图, 发现了HIPS的UV光降解产物有苯甲醛、苯乙酮和苯甲酸, 还有2-丙烯醛 (它是HIPS中丁二烯的挥发性降解产物)。

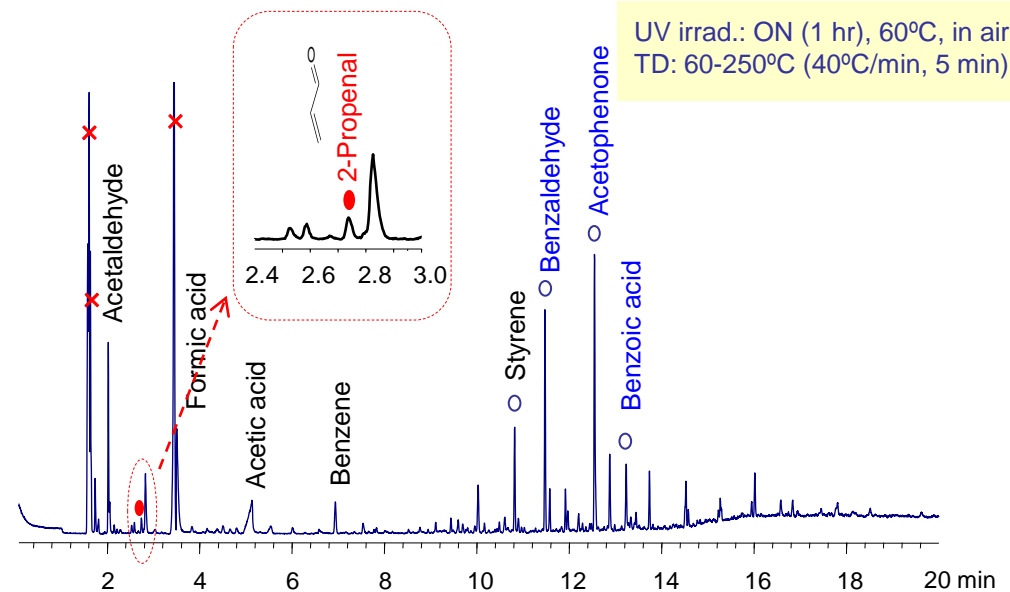
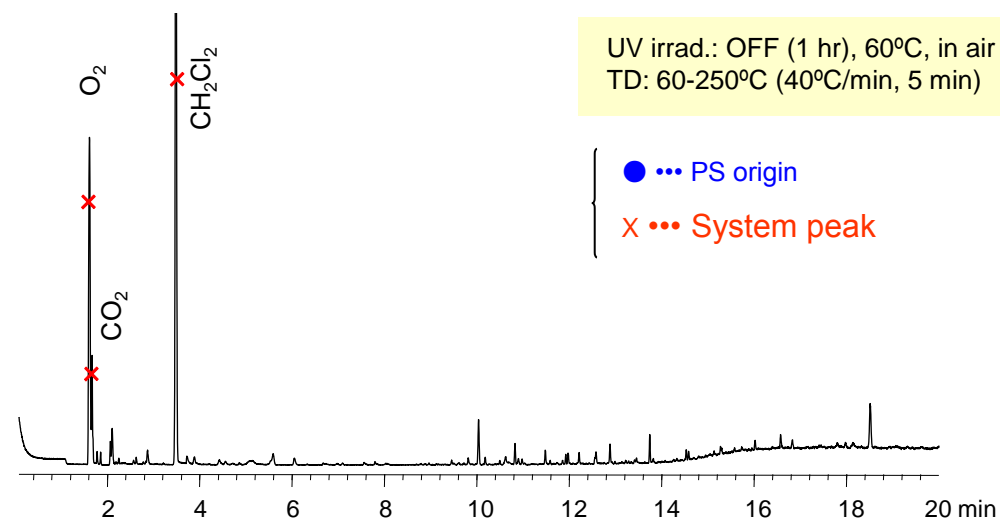


图1. HIPS被UV辐照前后的易挥发降解产物色谱图

<UV irradi.> Micro UV irradiator: UV-1047Xe, irradi.: 1 hr, furnace temp.: 60 $^{\circ}$ C, atmosphere gas: 10 mL/min Air, split ratio: 1/10

<GC/MS> Separation column: Ultra ALLOY+-1 (polydimethylsiloxane, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.5 μ m), GC oven temp.: 40 $^{\circ}$ C(5 min)-240 $^{\circ}$ C (20 $^{\circ}$ C/min), GC injection temp.: 250 $^{\circ}$ C, carrier gas: 50 ml/min He, split ratio: 1/50

问题: 如何研究耐冲击性聚苯乙烯材料 (HIPS) 在光/热/氧化降解作用下的降解?

分析: 使用释放气体分析(EGA)-MS方法分析UV辐照降解过的HIPS。HIPS(2 mg/mL)被放置在一个样品杯里(样品杯底部两侧有小洞的), 在60°C的空气气氛中使用微紫外线辐照器辐照30分钟到12小时温度, 再使用EGA-MS方法分析。

结果: 图1 显示, 当HIPS样品使用微紫外线辐照器辐照1小时后, 峰尖位置所指示的温度降低了10°C, 裂解初始温度由辐照前的360 °C降低至辐照后的300 °C, 降低了60°C。同时, 峰也变得宽泛。凝胶排阻层析法的数据显示平均分子量从285000降低到240000, 这表明聚合物的主链已经降解。使用传统的氙弧耐候机辐照第二个HIPS样本300小时, 峰尖位置所指示的温度降低了14°C, 裂解初始温度由辐照前的360 °C降低至辐照后的280 °C, 降低了80°C。使用微紫外线辐照器辐照后得到EGA热谱图, 和使用传统的氙弧耐候机辐照后得到EGA热谱图几乎是相同的。但是, 微紫外线辐照器所需要的时间(1小时)却比传统的氙弧耐候机所需要的时间(300小时)少得多。

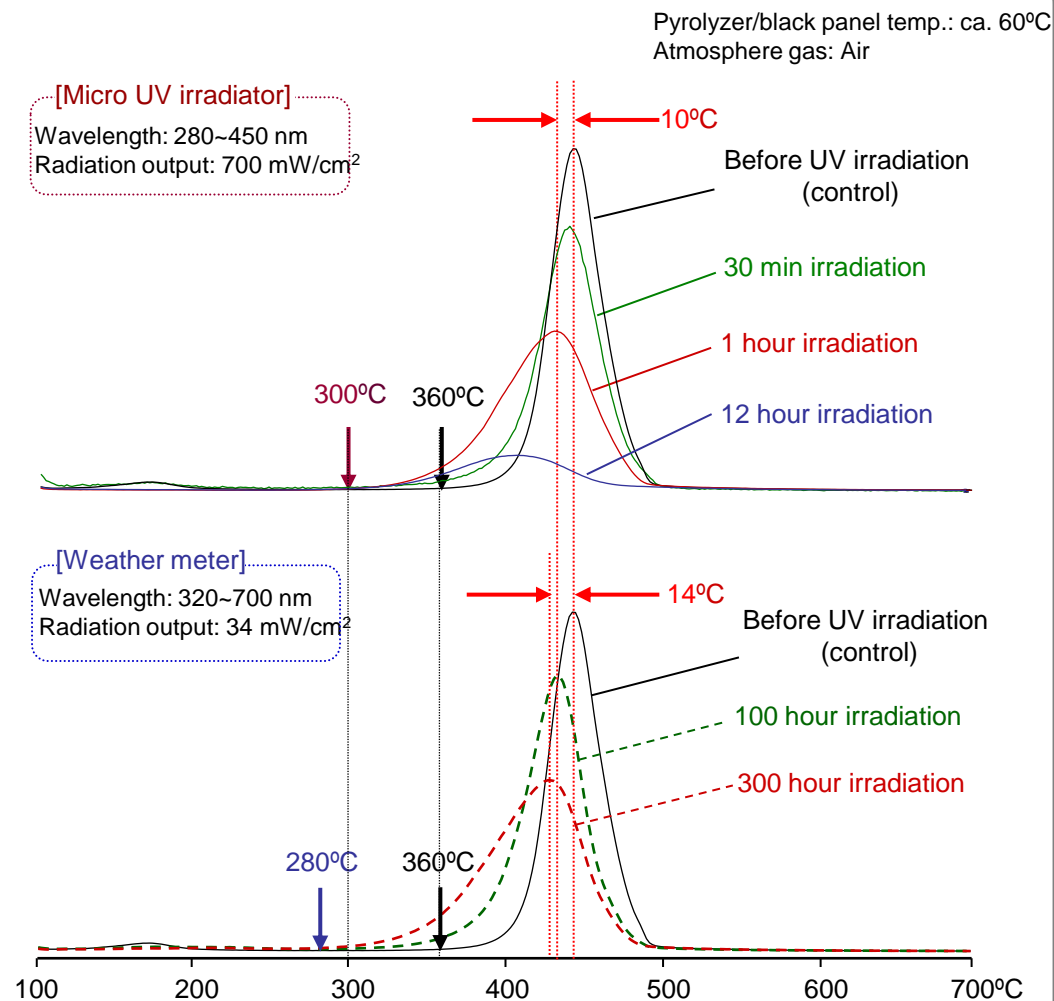


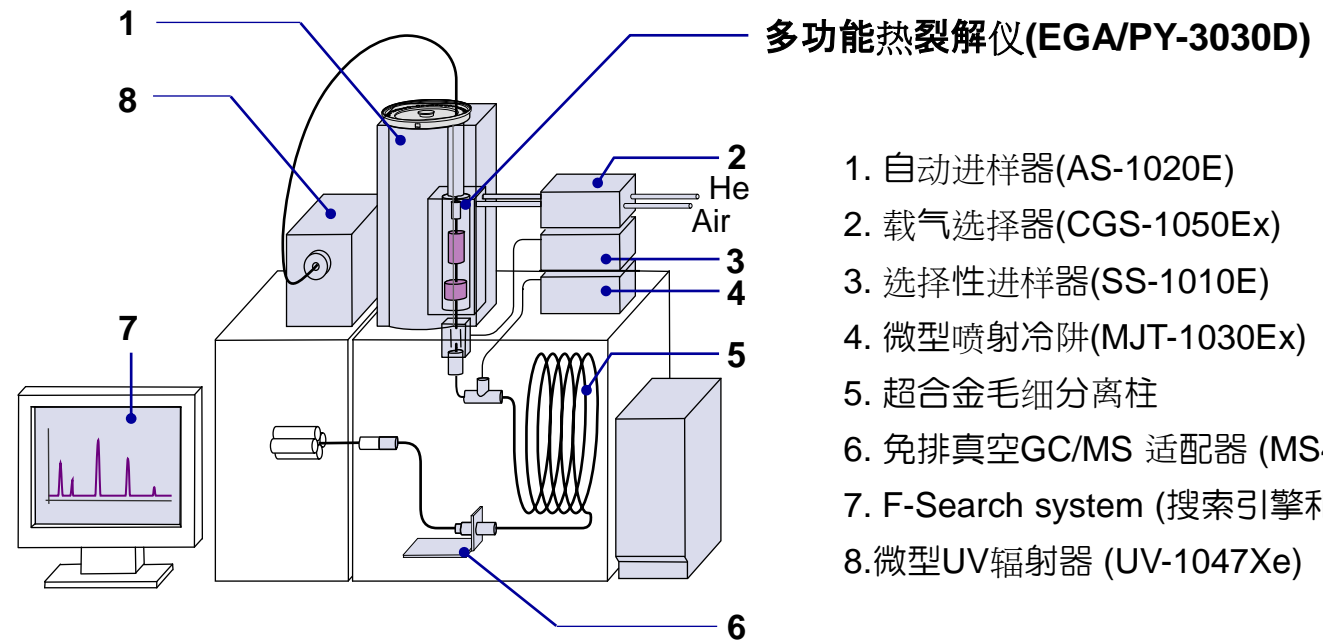
图1. UV辐照前后HIPS的EGA热谱图
UV微紫外辐照器(上) Xe 耐候机(下).

Pyrolyzer temp.: 100 - 700°C (20°C/min), GC oven temp.: 300°C, UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm), Carrier gas flow rate: 1 mL/min; He, split ratio: 1/50, sample:20µg

请访问我们的网站获得更多的应用资料

访问Frontier Lab 网站 www.frontier-lab.com 以便获得以下应用领域相关的技术资料

- **添加剂** : 增塑剂、释放剂、表面活性剂、残余单体、溶剂、挥发物、杂质
- **粘合剂** : 丙烯酸树脂、环氧树脂、热塑性塑料、厌氧性粘合剂
- **涂料** : 颜料、染料、溶剂、干燥剂、成膜剂
- **日用消费品** : 纺织品、个人护理用品、包装材料、烟草、纤维
- **橡胶** : 天然合成橡胶、硅树脂、硫化合物
- **能源** : 生物质、油、煤、碳氢化合物、地球化学、生物化学
- **环境** : 挥发物、污染物、农药
- **法医和安全鉴定** : 法医物证鉴定
- **墨水和颜料** : 颜料、树脂、溶剂、消泡剂、蜡, 复印墨粉
- **纸和纤维:** : 木材、纸浆、涂料、上浆剂
- **聚合物处理** : 聚合物表征技术
- **其他** : 其他领域的应用



1. 自动进样器(AS-1020E)
2. 载气选择器(CGS-1050Ex)
3. 选择性进样器(SS-1010E)
4. 微型喷射冷阱(MJT-1030Ex)
5. 超合金毛细分离柱
6. 免排真空GC/MS 适配器 (MS402180)
7. F-Search system (搜索引擎和谱图库)
8. 微型UV辐射器 (UV-1047Xe)

Py-GC/MS 联用仪以及热裂解仪的选配件

多功能热裂解器 EGA/PY-3030D

