

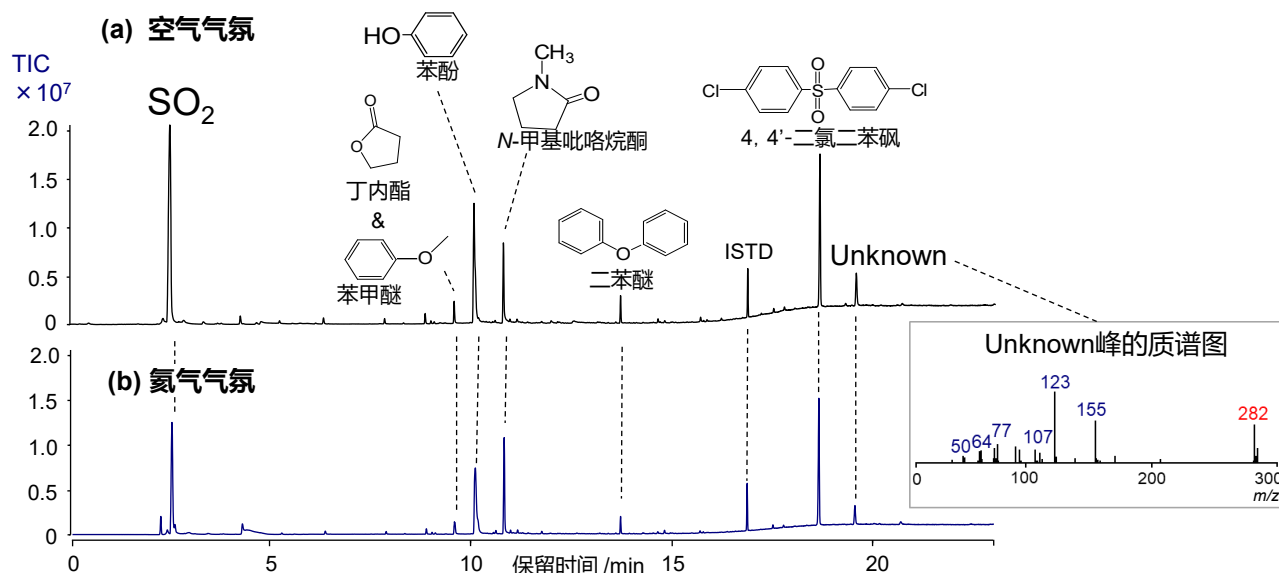
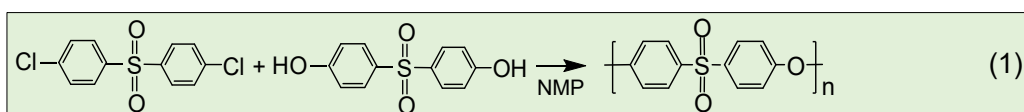
使用飞行时间质谱仪对聚醚砜 (PES) 成型过程中产生的气体进行分析 并对未知峰进行定性分析

Part 2:热脱附(TD)-GC/QMS分析

[背景] 在前篇 (PYA3-049C) 中, 对空气气氛中的PES样品进行了释放气体分析-MS测定。本篇为了分析聚合物成型过程中所用温度下释放的气体成分, 将与前篇相同的PES样品加热至成型过程中的最高温度400 °C, 并使用四极杆质谱仪 (QMS) 作为检测器, 进行热脱附 (TD) -GC/QMS测定, 对挥发性产物进行定性分析¹⁾。

[方法] 测定使用多功能热裂解器(EGA/PY-3030D)直接连接GC进样口, 并配备微喷射冷阱, 载气选择器, 选择性进样器的系统。另外, UA⁺-5作为分离色谱柱使用。约20 mg的PES样品称取到样品杯。在空气和氦气气氛中进行热脱附, 通过微喷射冷阱冷却捕集挥发性成分, 捕集的成分通过分离分析得到TD色谱图。

[结果] PES样品在400 °C的空气气氛和氦气气氛中进行热脱附所得到的色谱图如图Fig. 1(a)和Fig. 1(b)所示。两者中检测到的化合物相同, 且均以SO₂为主峰。PES样品的合成过程如反应式 (1) 所示。作为溶剂使用 *N*-甲基吡咯烷酮(NMP)和作为原料使用的4,4'-二氯二苯砜均在TD色谱图上被检测到。丁内酯和苯甲醚的重叠峰也被检测到。苯甲醚、苯酚和二苯醚被认为是由剩余原料分解生成的。此外, 在保留时间约20分钟处检测到一个Unknown峰。根据质谱图, *m/z* 282被推测为分子离子, 但无法从QMS 质谱图中识别该化合物。在下篇中, 将报告使用TOFMS测定本篇中无法识别的Unknown峰并报告详细的分析结果。



热脱附温度: 400 °C (保持10 min), GC进样口温度: 300 °C, GC柱箱温度: 40 (保持2 min) - 320 °C (20 °C/min, 保持6 min), 分离色谱柱: UA⁺-5 (5 % 二苯基95 % 二甲基硅氧烷), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=1.0 μm, 分流比: 1/10, 柱流量: 1.0 mL/min, MS扫描范围: (a) *m/z* 29 - 600, (b) *m/z* 29 - 600, 样品量: ca. 20 mg

Fig. 1 PES样品在(a)空气气氛和(b)氦气气氛中的TD色谱图

1) XIAOKAITI 等、第28回高分子分析讨论会(2023)、II-12

Keywords : 聚醚砜, 空气气氛, 热脱附分析

使用产品 : 多功能热裂解器, 自动进样器, 载气选择器, 选择性进样器, 微喷射冷阱, 免放空GC/MS适配器, F-Search

应用领域 : 高分子分析, 电子电气工业

关联的技术笔记 : PYA3-033C, PYA3-042C, PYA1-149C, PYA3-049C (Part-1)

如有任何查询, 请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发 · 制造 **Frontier Laboratories Ltd.**
Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102
www.frontier-lab.com/cn