

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 3:用TD-GC/TOFMS解析Unknown峰

[背景] 在前篇 (PYA1-176C) 中, 使用四极杆质谱仪 (QMS) 作为检测器, 在空气和氦气气氛中对PES样品进行了热脱附 (TD) -GC/QMS测定。本篇中, 采用2种电离方式的飞行时间质谱仪 (TOFMS) 对QMS无法定性的Unknown峰进行了定性分析¹⁾。

[方法] 测定使用了多功能热裂解器(EGA/PY-3030D)直接连接GC进样口的GC/TOFMS系统。另外, UA⁺-5作为分离色谱柱使用。称取约20 mg的PES样品到样品杯。因前篇 (PYA1-176C) 中所得到的空气和氦气气氛中的色谱图相同, 所以本篇的测定在氦气气氛中进行。在氦气中进行热脱附, 挥发性成分通过微喷射冷阱冷却捕集后, 捕集成分通过硬电离法的EI (Electron Ionization) 和软电离法的FI (Field Ionization) 进行离子化再被TOFMS (日本电子有限公司所制) 分别检测。结构解析使用未知物质结构解析软件 msFineAnalysis AI (日本电子有限公司所制) 进行解析。

[结果] 使用2种离子化法的TOFMS得到的PES样品的TD色谱图如图Fig. 1所示, Unknown峰的质谱图如图Fig. 2所示。确认了通过EI法的QMS和TOFMS两者的质谱图是一样的。由FI法得到的分子离子的精密质量推断分子式。利用未知物质结构分析软件, 推测可能产生EI法所获得的碎片离子的结构。推测的结构式如图Fig. 3所示。带着与Fig. 1中Unknown峰的前后峰 (Fig. 1中带·印记的峰) 一半一半的结构。

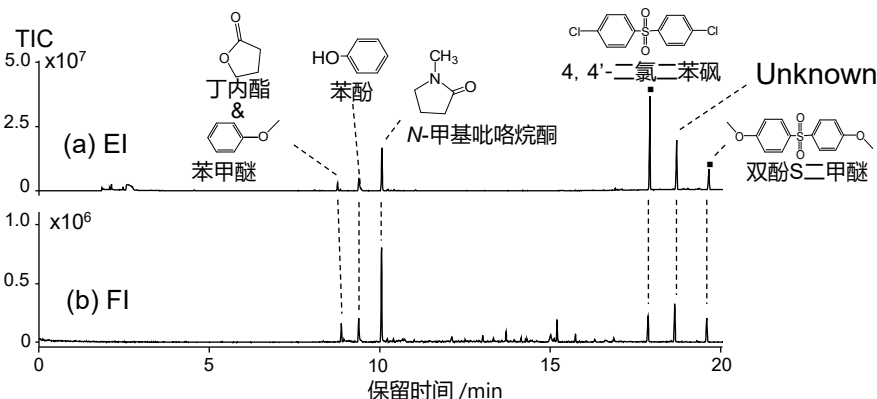


Fig. 1 PES样品的TOFMS得到的TD色谱图(a)EI法、(b)FI法

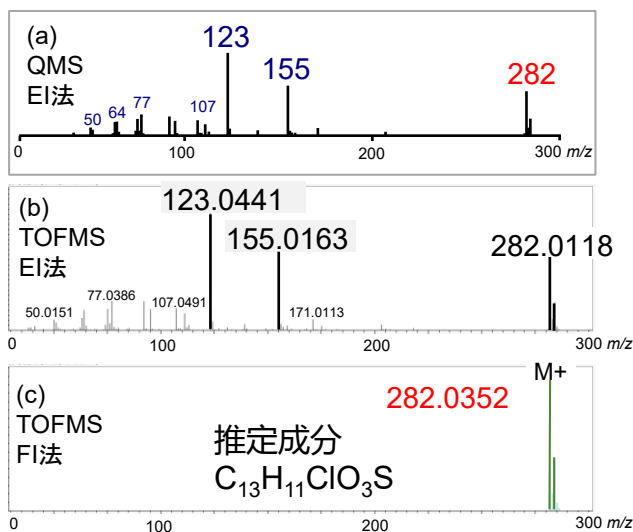
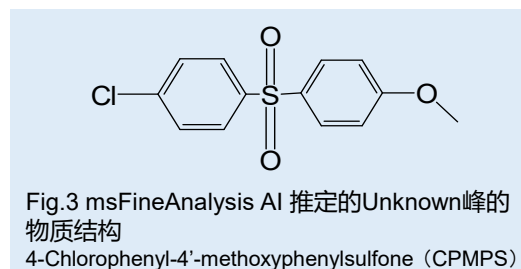


Fig. 2 Unknown峰的用(a)QMS·EI法、(b)TOFMS·EI法、(c)TOFMS·FI法得到的质谱图



热脱附温度: 400 °C (保持 10 min), GC进样口温度: 300 °C, GC柱箱: 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: m/z 29 - 600, 样品量: ca. 20 mg
MS离子化: QMS·EI : 70 eV
TOFMS·EI : 70 eV, 300 μA
TOFMS·FI : -10 kV, 40 mA/30 msec

1) 肖开提 等、第29回高分子分析讨论会(2024)、I-07

Keywords : 聚醚砜, 空气气氛, 热脱附分析, 飞行时间质谱仪

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, 免放空GC/MS适配器, 微喷式冷阱, 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), PYA1-176C (Part-2)

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