

热裂解GC/MS重点分析多组分丙烯酸酯共聚物的多聚体裂解产物

Part 2:通过三聚体峰的相对强度确定单体组成比

[背景] 在前篇报告(PYA1-179C)中,使用飞行时间型质谱仪(TOFMS)和未知物质结构解析软件,对三元丙烯酸共聚物的热解图中观测到的三聚体峰进行定性分析。本篇,通过定性的三聚体峰的相对强度来确定三元丙烯酸共聚物的单体组成比。

[方法] 测定使用多功能热裂解器(EGA/PY-3030D)直接连接GC进样口的Py-GC/MS系统。样品采用5种三元丙烯酸共聚物,这些共聚物由丙烯酸单体(丙烯酸丁酯(BA)、丙烯酸2-乙基己酯(2-EHA)、丙烯酸-2-羟乙基酯(HEA))构成,且组成已知但质量比不同。Fig.1的左上显示5种三元丙烯酸共聚物的单体组成的配比比例。将丙烯酸共聚物取样至样品杯中,导入600 °C的加热炉中,使其发生热裂解,并对裂解产物进行GC/MS分析。

[结果] Fig.1显示已知质量组成的丙烯酸共聚物的热解图的一部分。峰a是由BA、BA、HEA,峰b是由BA、BA、2-EHA,峰c是由BA、2-EHA、HEA组成的三聚体(PYA1-179C)。这些三聚体的峰a、b、c的峰面积反映各样品的单体组成。例如,对于样品#5的BA与2-EHA(组成比为BA / 2-EHA = 20 / 60),构成单体差异为BA和2-EHA的峰a与峰c的面积比约为1/3。同样,对于BA与HEA(组成比 BA / HEA = 20 / 20),构成单体差异为BA和HEA的峰b与峰c的面积比约为1。Fig. 2显示样品中单体组成比与各三聚体峰面积比的相关性。结果均呈现出优异的线性关系,决定系数 $R^2 > 0.995$,明确表明组成比与峰面积比之间存在相关性,并且可以利用这一关系来确定三元丙烯酸共聚物的单体组成比例。

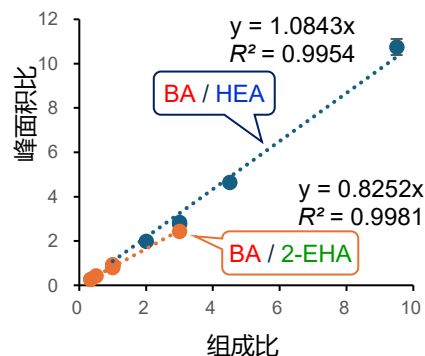
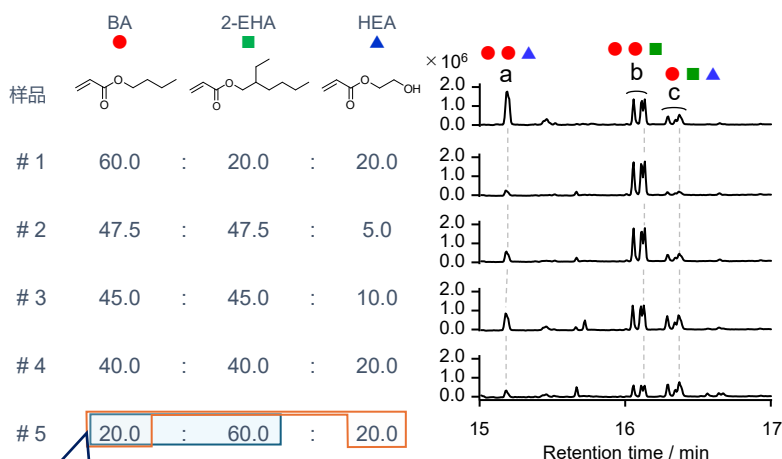


Fig. 2 质量组成比与各三聚体面积比的关系

热解炉温度: 600 °C,
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=0.25 μm),
GC进样口温度: 300 °C, 柱流量: 1.0 mL/min, 分流比: 1/100,
GC柱箱温度: 40 °C (保持 2 min) - 320 °C (20 °C/min, 保持 14 min),
检测器: 四极杆MS, 样品量: 0.1 mg

例: 样品 #5

$$\text{BA} / \text{2-EHA} = 20 / 60 = 0.33$$

$$\text{峰面积比(a / c)} = 0.27$$

$$\text{BA} / \text{HEA} = 20 / 20 = 1.00$$

$$\text{峰面积比(b / c)} = 0.87$$

Fig. 1 5种三元共聚物的热解图

Keywords: 粘结剂, 飞行时间质谱仪, 组成分析

使用产品: 多功能热裂解器, 自动进样器, UA*-5, 免放空GC/MS适配器, F-Search

应用领域: 材料分析, 品质管理

关联的技术笔记: PYA1-179C

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