

作为杂质存在的无机盐在有机碱存在时的反应Py-GC的影响

[背景] 氢氧化四甲铵(TMAH, $(\text{CH}_3)_4\text{NOH}$)为代表的有机碱共存下的反应Py-GC是, 作为缩聚物精密组分的分析是个简单的分析方法而广泛使用。然而, 药品中混入杂质无机盐时, 被指出聚合物样品的定量反应热裂解可能受到阻碍。在本报告中介绍, 在每个反应系统中都有不同程度存在的金属元素钾, 它的氢氧化物的对缩聚物的反应热裂解的影响。

[方法] 作为缩聚物样品使用对羟基苯甲酸(PHB), 对苯二甲酸(TA)和4,4'-联苯酚(BP)(PHB: TA: BP=2:1:1)组成的全芳香族聚酯。聚合物样品冷却粉碎后, 约100 μg 对应TMAH的25 wt%水溶液向其中添加2 μL 以10 wt%掺入KOH的任何溶液, 然后在400 $^\circ\text{C}$ 下进行反应Py-GC测量。

[结果] Fig. 1(a)TMAH存在时(b)TMAH-KOH水溶液存在时的, 聚酯样品的典型热解图。在这图中, DMB的峰强度是与KOH的有无添加无关, MMB和DMT的峰强度是, 包含KOH的使用TMAH时, 峰减少到几乎观测不到任何峰的程度。在使用添加KCl和NaCl过的TMAH时, 同样的实验进行时, 没有与使用KOH时那么明显, 包含羧酸的单位单体是可认为峰强度的减少。由此可知, 各种无机盐在反应体系中存在时, 聚酯样品的结构单体中含有羧酸组分的单位甲基化受到显著抑制。因此, 通过反应Py-GC准确分析缩聚物的组分, 必须密切注意它们的处理, 以尽可能避免样品或试剂被无机盐污染。

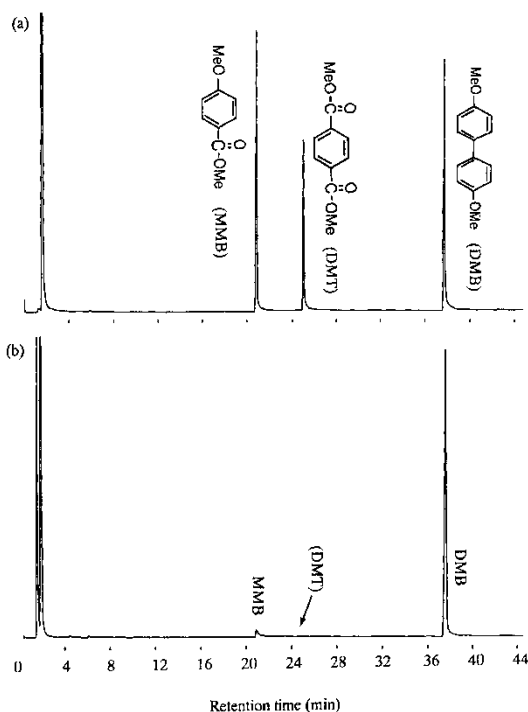


Fig. 1 Typical pyrograms of aromatic polyester sample obtained at 400 $^\circ\text{C}$, (a) in the presence of 25% TMAH aqueous solution and (b) TMAH-KOH (10 wt%) aqueous solution.

*Contents excerpted from Y. Ishida, H. Ohtani, S. Tsuge, *J. Anal. Appl. Pyrolysis* **1995**, 33, 167.

Keywords : 缩聚物, 反应Py-GC, TMAH, 无机盐, 杂质

使用产品 : 多功能热裂解器

应用领域 : 缩聚物分析

关联的技术笔记 :

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