

固体酸催化剂的共存下通过反应Py-GC解析聚缩醛共聚物的链分布

[背景] 包含硫酸钴(CoSO_4)的固体酸催化剂的共存下的反应Py-GC方法是, 聚缩醛和纤维素等的, 主链中结合醚的高分子材料的表征中灵活使用。被报告是聚缩醛共聚物样品是硫酸钴的共存下进行反应热裂解时, 反映元聚合物中共聚单体单位的链分布的, 一连环状醚类将优先产生。在这里利用硫酸钴共存下的反应热裂解, 将介绍聚缩醛共聚物的序列分布以及化学组成的解析。

[方法] 样品是使用对应于主成分为甲醛基 $[(-\text{OCH}_2-)$ (F)], 环氧乙烷基 $[(-\text{OCH}_2\text{CH}_2-)$ (E)]是1~9 mol%的范围导入的共聚型PA。这个PA样品(200 mg)与固体状的 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (10 mg)一起在粉碎机中, 在液氮温度下进行粉碎和混合。这个粉末化样品称取约100 μg , 在400 °C中进行Py-GC测定。

[结果] Fig. 1分别所示, 在400 °C中共聚型PA样品(E单位含量: 约9 %)是(a)是硫酸钴无添加以及(b)5 wt%的硫酸钴共存下进行热裂解得到的热解图。(a)的热解图上, PA样品主成分的甲醛基产生的甲醛峰作为最初洗脱物以很强的强度被观测到。然而, 含环氧乙烷基的产物峰极弱, 因此从这个热解图解析这样品的链结构几乎不可能。为了对应这情况如Fig. 1(b)所示, 在硫酸钴共存下得到的热解图明确的观测到, 由E和F基构成的一连环状醚类, E基也维持了原始聚合物样品中的链结构。由它们环状醚类的峰强度, 不仅能知道PA样品中E基的含量, 还能高精度解析链分布。

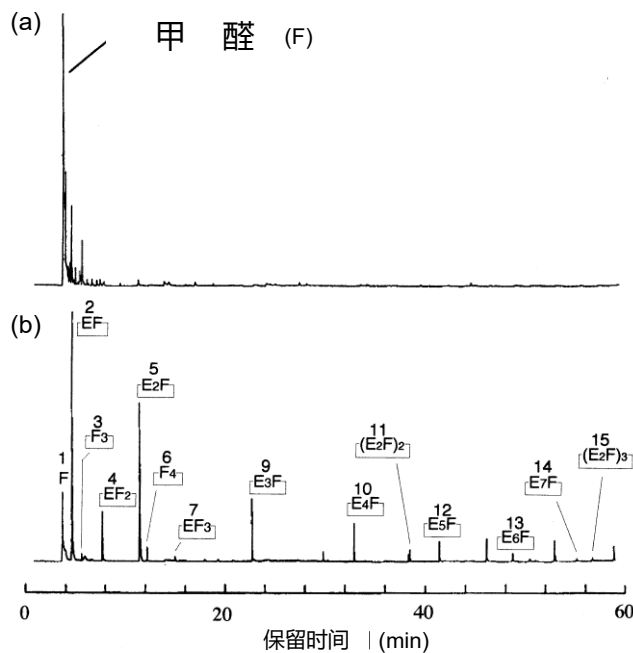


Fig. 1 共聚型聚缩醛在400 °C时所得热解图
(a) 硫酸钴无添加、(b) 5 wt%硫酸钴的共存下

裂解炉温度: 400 °C, GC柱箱温度: 50 °C- (5 °C/min) -300 °C,载气流量: 50 mL/min
分离色谱柱: Poly(methylphenylsiloxane) 长度 50 m 内径 0.25 mm 膜厚 0.25 μm , 柱流量: 1.0 mL/min

摘自 * Y. Ishida, H. Ohtani, K. Abe, S. Tsuge, K. Yamamoto, K. Katoh, *Macromolecules* **1995**, *28*, 6528-6532.

Keywords : 聚缩醛, 反应Py-GC, 固体酸催化剂, 硫酸钴, 链分布解析

使用产品 : 多功能热裂解器

应用领域 : 聚酯纤维的分析

关联的技术笔记 : [PYA2-003C](#)

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