

通过反应热裂解Py-GC定量交联聚碳酸酯中的交联剂

[背景] 高分子材料中为了改善成型特性，并且增加回收再生品的分子量，经常需要增加熔体粘度。例如，聚碳酸酯(PC)是，用1,1,1-三(4-羟基苯基)乙烷(THPE)为交联剂，在PC直链中导入微量支链结构来调整熔体粘度。在这个PC中导入的交联剂浓度对于聚合物的物理特性有很大的影响，定量分析求出导入的THPE，一直以来使用的方法是加水分解后，需要萃取溶剂等的复杂预处理步骤，因此有必要开发简便的分析方法。在本报告中，使用氢氧化四甲铵(TMAH)共存下进行的反应热裂解，开发了简便并迅速的定量分析方法。

[方法] 双击式热裂解器直接连接GC的分流/无分流进样口，通过分离色谱柱连接到FID。用THPE交联的PC溶解在20 mg/mL的二氯甲烷中，并取5 μL(相当于100 μg的PC)注入去活化样品杯中，等干燥后添加TMAH的25 %甲醇溶液10 μL，导入到400 °C的加热炉进行反应热裂解。

[结果] TMAH存在下，交联PC的反应热裂解所得到的，2个反应产物如图Fig.1所示，它的热解图如图Fig.2所示。如图Fig.1所示由交联PC观测到源自PC主成分的双酚A的甲基化衍生物(Me-BisA)和源自交联剂THPE的三甲基化衍生物(Me-THPE),由这些峰的峰面积可算出交联剂的定量结果。定量分析结果为，在这使用的交联PC的THPE定量结果为约0.4 wt%，而它展现RSD值1.2 % (n=5)良好的再现性。

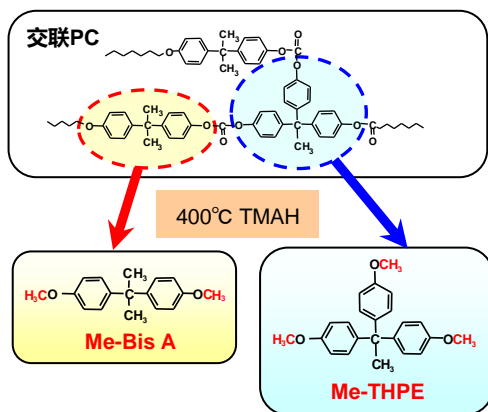


Fig. 1 由交联PC产生的反应热裂解产物

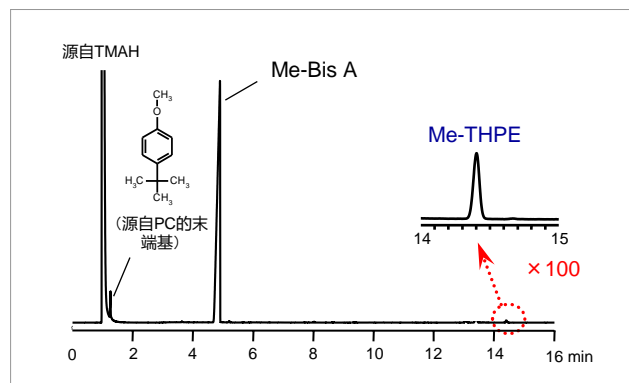


Fig. 2 通过交联PC的反应热裂解热解图

<分析条件>
 检测器: FID, 分离色谱柱: Ultra ALLOY®-5 (5%联苯 二甲基聚硅氧烷)
 长度 30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.25 μm, 反应热裂解温度: 400 °C,
 GC柱箱温度: 200-320 °C (5 °C /min), GC进样口温度: 300 °C,
 载气: He, 分流比: 1/200, 柱流量: 1.0 mL/min

Ref : 小田桐 等, 第12回 高分子分析讨论会 (2007), IV-15

Keywords : 反应热裂解, 聚碳酸酯, PC, TMAH, THPE, 交联剂

使用产品 : 多功能热裂解器, GC/MS免放空接口, UA-5

应用领域 : 高分子分析

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