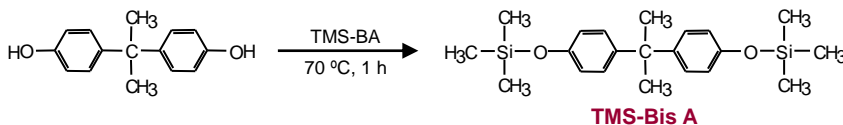


TMS化衍生物结合通过热脱附(TD)-GC/MS法 定量分析聚碳酸酯中残留的双酚A

[背景]聚碳酸酯(PC)的制造过程中,作为它主要原料的双酚A(Bis A)的未反应物需要被去除,但是发现还是非常少量的Bis A残留在PC中。这个Bis A疑似是有[致内分泌混乱作用]的一种化学物质,因此定量分析PC中残留的Bis A是极为重要的。作为分析方法,如果使用通常的热脱附(TD)-GC法时,在它的加热过程中作为PC的热裂解产物会产生微量的Bis A,因此无法正确的定量最初残留的Bis A。在本报告中将报告新开发的,PC中残留的Bis A用热稳定性优良的三甲基甲硅烷基(TMS)衍生化后,由PC样品热脱附后,导入到GC/MS系统内进行分析是已被报告为最佳的分析方法。

[方法]样品是约10 mg的PC称取到小瓶中,在700 μ L的二氯甲烷中溶解后,添加N,O-双(三甲基甲硅烷基)乙酰胺(TMS-BA)作为TMS化剂300 μ L,在70 $^{\circ}$ C中加热1个小时进行反应。另外,为了确认系统性能,作为参照物加n-C₁₉H₄₀。称取这个反应溶液10 μ L(PC:相当于约0.1 mg)至样品杯,等溶剂蒸发后进行TD-GC/MS测定。

[结果]通过Bis A的TMS化衍生物的反应产物如Scheme 1所示,由热脱附分析得到的色谱图如图Fig.1所示。按照Scheme 1所示,PC中残留的Bis A是,它的双末端的羟基TMS化后变成2,2-双(4-三甲基甲硅烷氧基苯基)丙烷(TMS-Bis A)。由于TMS化衍生的Bis A的极性降低,因此分离柱、进样口插件等活性点的吸附也受到抑制,峰形得到改善,从而提高了定量的重现性。从Fig. 1,由100至300 $^{\circ}$ C为止的升温热脱附得到的色谱图上观测到,TMS-Bis A以及残留的末端停止剂的对叔丁基苯酚的TMS化衍生物的良好峰状。另外,用Bis A标准试剂作成的绝对校正线得出,该PC中的Bis A的残留浓度为1,170 ppm,测定5次的再现性为,展现了4.7 %的良好RSD值。在本次测量中300 $^{\circ}$ C为止的热脱附过程中,基材聚合物的PC不会发生热分解,因此源自PC的热分解产物不会污染分析系统,不干扰重复分析测量。



Scheme 1. TMS化衍生物的反应产物

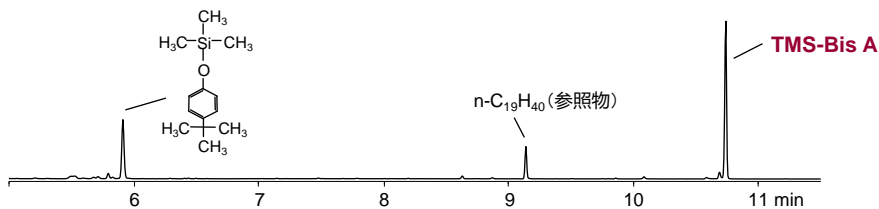


Fig 1. 通过TMS化的PC样品的TD-GC/MS分析得到的色谱图

裂解炉温度: 100 - 300 $^{\circ}$ C (100 $^{\circ}$ C/min), GC柱箱温度: 100 - 300 $^{\circ}$ C (20 $^{\circ}$ C/min, 5 min保持)
分离色谱柱: Ultra ALLOY-5 (5 %联苯 95 %二甲基聚硅氧烷, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μ m), 柱流量: 1.0 mL/min, 分流比: 1/50

Ref.: 武田 等, 第12回高分子分析讨论会 (2007), III-16

Keywords : 聚碳酸酯, 双酚A, 三甲基硅基(TMS)化

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