

用热裂解GC/MS通过释放气体分析(EGA)-MS法 异同鉴别聚苯乙烯

[背景] 需要快速取证的法医界领域, 在各种未知聚合物样品的异同鉴别中, 除了使用热裂解器的瞬时热裂解GC/MS外, 释放气体分析(EGA)-MS法也可使用。在本报告中, 试图通过比较质谱图和主成分分析来确定聚苯乙烯(PS)树脂的异同鉴别。

[方法] 作为测定样品, 使用含有PS和PS的共聚物以及苯乙烯衍生物的共聚物等15种PS系树脂。EGA-MS测定中, 使用多功能热裂解器(EGA/PY-3030)直接连接GC进样口的系统。进样口和MS是通过去活化金属毛细管(长度 2.5 m, 内径 0.15 mm)连接。另外为了异同鉴别, 由所得热谱图创建平均质谱, 并构建PS系树脂样品的质谱数据库(MS-Lib)。当通过平均质谱鉴别较困难时, 还可以通过关注热谱图的加热升温温度和洗脱曲线, 峰顶温度, 半峰全宽, 低温侧以及高温侧温度作为变量进行主成分分析, 并试图异同鉴别。

[结果] 使用15种PS系树脂样品创建的MS-Lib数据库和检索软件(F-Search), 对各样品的热谱图进行检索。当第一位的一致率非常高时, 单独用这个搜索结果就可以进行唯一识别, 但是对于一些样品由于主要的热解产物都是苯乙烯, 因此它们平均化的质谱图非常相似, 如图. 1所示异同鉴别比较困难。因此考虑应用洗脱曲线的参数来主成分分析, 在大多数情况下在难以鉴别的多个候选中能缩小到一个候选。例如, Fig. 1中难以鉴别的未知样品, 在Fig. 2中的No. 5足够接近, 可以与No. 6以及No. 8区分。综上所述, 如果将EGA-MS法所得到的平均质谱图和热谱图的洗脱曲线比较并结合起来, 可用于相似的PS系聚合物之间的快速筛选, 可在法医界领域灵活使用的方法。

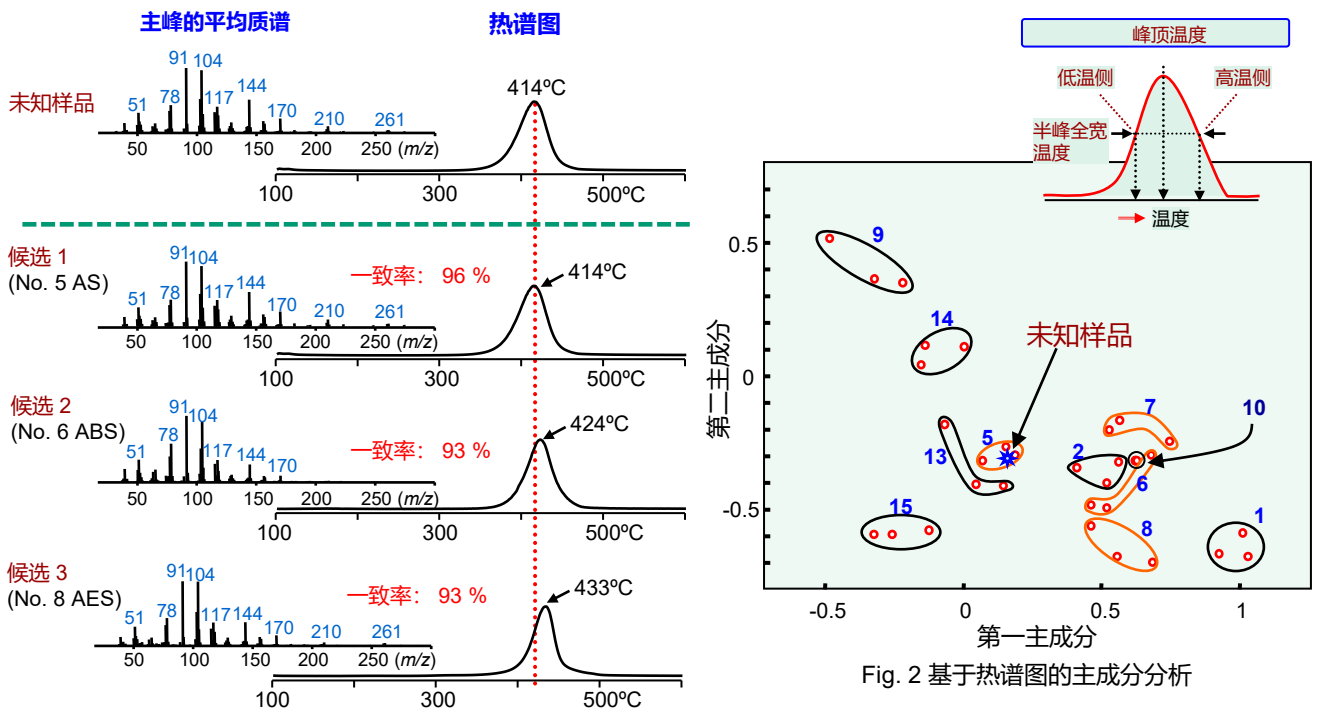


Fig. 1 使用PS系树脂的MS - Lib检索未知样品

Fig. 2 基于热谱图的主成分分析

Ref: 穗坂 等、2009年 日本法科学技术学会 第15回学术集会

Keywords : 异同鉴别, 释放气体分析(EGA), 平均质谱, F-Search, 主成分分析

使用产品 : 多功能热裂解器, GC/MS免放空接口, F-Search, 去活化金属毛细管

应用领域 : 高分子分析, 法医鉴别

关联的技术笔记 : [PYA1-067C](#), [PYA3-012C](#), [PYA3-013C](#), [PYA3-017C](#)

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