

热水循环管内壁的老化的观察(1)

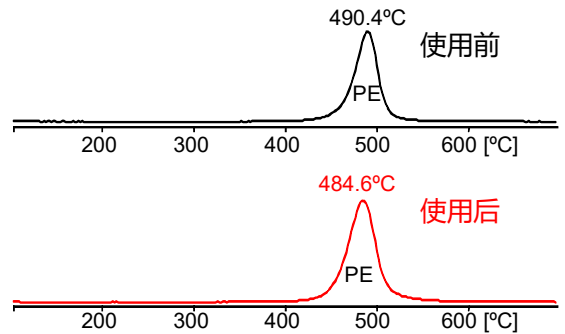
【背景】 为了了解树脂产品的劣化机制，重要的是评价物理性能和化学结构的变化。释放气体分析(EGA)是和热重量分析(TGA)同样能得到高分子材料热性质相关信息分析方法。EGA-MS法是由样品释放的气体引入质谱仪，除了热性质外也能获得化学结构的信息。在本报告中，对热水循环式地暖用树脂管(由硅烷交联聚乙烯制成，PE-Xb)的内壁进行了EGA-MS测量，重点研究了树脂因老化而发生的变化。

【方法】 管切割并展开后，从露出的管内壁刮下约0.2 mg的PE-Xb表面层用作测量样品收集在样品杯中。使用多功能热裂解器直接连接GC/MS进样口，去活化金属毛细管与GC/MS免放空接口连接进样口与MS的系统进行EGA-MS测量。

【结果】 如图1所示从使用前后的管采取的样品EGA-MS热谱图。热分析图上仅确认了PE的热裂解峰，并且使用前后的样品峰顶温度相差6 °C。表明聚合物主链的结构发生变化。

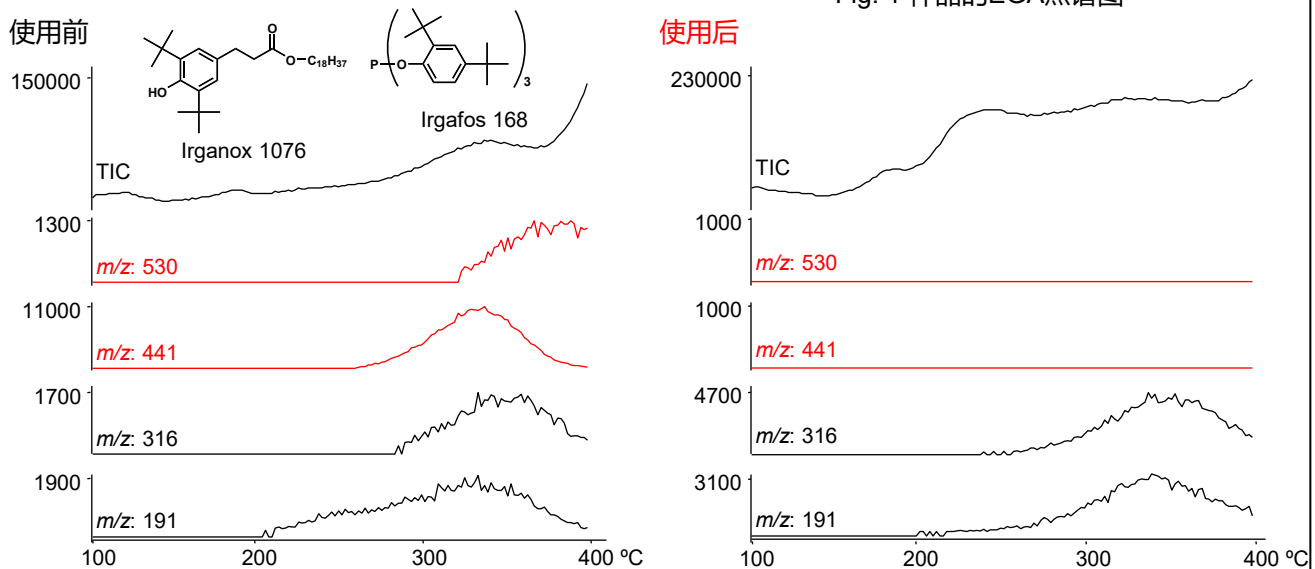
接下来为了注重分析添加剂，将样品量增加到1 mg，分流比设置为1/10并且加热到400 °C为止进行EGA-MS测量。热谱图如图2所示。使用前的样品中，PE裂解峰稍前位置的是可认为源自添加剂的峰(300-350 °C)。在提取特征碎片离子的热谱图中，检测到Irganox 1076(m/z 530)和Irgafos 168碎片离子(m/z 441)。而使用后的样品中检测不到这些峰。

通过EGA-MS测定，可获得树脂老化引起的高分子链结构变化和添加剂组成的变化信息。



裂解炉温度: 100 – 700 °C (20 °C/min), GC柱箱温度: 300 °C,
EGA管: 去活化金属毛细管, L=2.5 m, i.d.=0.15 mm,
柱流量: 1 mL/min He, 分流比: 1/50, 样品量: 约 0.2 mg

Fig. 1 样品的EGA热谱图



裂解炉温度: 100 – 400 °C (20 °C/min), GC柱箱温度: 300 °C, EGA管: 去活化毛细管, L=2.5 m, i.d.=0.15 mm,
柱流量: 1 mL/min He, 分流比: 1/10, 样品量: 约 1 mg.

Fig. 2 使用前后PE-Xb样品的EGA热谱图 (100 – 400 °C)和通过提取离子的热谱图

Keywords : 释放气体分析, 添加剂, 抗氧化剂, Irganox 1076, Irgafos 168, 交联聚乙烯, 老化

使用产品 : 多功能热裂解器, GC/MS免放空接口, EGA管, 生态被LF

应用领域 : 添加物分析

关联的技术笔记 : [PYA1-004C](#), [PYA1-085C](#)

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