

聚乙烯醇中混入的微量聚合物的中心切割/EGA-GC/MS分析

[背景] 分析聚乙烯醇(PVA)中混入的微量其他的聚合物的分析时, 使用热裂解器进行瞬时热裂解-GC/MS分析时由于源自主成分PVA的强干扰, 无法检测到源自微量聚合物的峰。因此, 为了减少PVA的干扰, 用选择性进样器通过中心切割(HC)/释放气体分析(EGA)-GC/MS分析来检测微量聚合物。

[方法] 使用多功能热裂解(EGA/PY-3030D)直接连接GC进样口的, 配备选择性进样器的系统。PVA纯样品和疑似混入其他成分的混浊PVA样品, 各使用0.2 mg进行EGA-MS测量, 双方所得EGA热谱图曲线相似(Fig. 1)。由所得EGA热谱图中, 避开PVA主峰的460-540 °C的范围内进行HC/EGA-GC/MS分析。

[结果] 在460-540 °C的范围内测量的色谱图如图Fig. 2所示。由TIC图无法确认两个样品的差异, 而在二维质谱图中发现了作为特征峰的 m/z 57 并且在它的EIC中, 混浊PVA样品中确认了碳原子数为16-33的饱和烃的峰组。而在PVA纯样品中并没有检测到同样的峰组。由以上结果可知, 认为混浊PVA样品中混入饱和烃结构的聚合物。

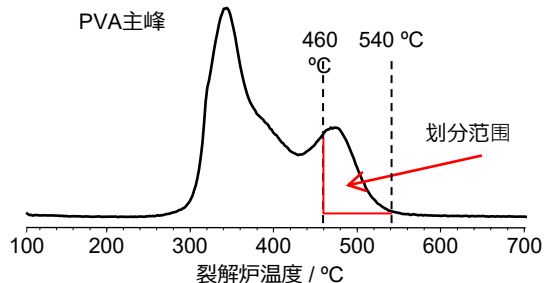


Fig. 1 混浊PVA样品的EGA热谱图

裂解炉温度：100 – 700°C (20 °C/min)，分流比：1/50，
GC柱箱温度：300°C，柱流量：1 mL/min，EGA 管：
UADTM-2.5N, L=2.5 m, i.d.=0.15 mm, 样品量：0.2 mg

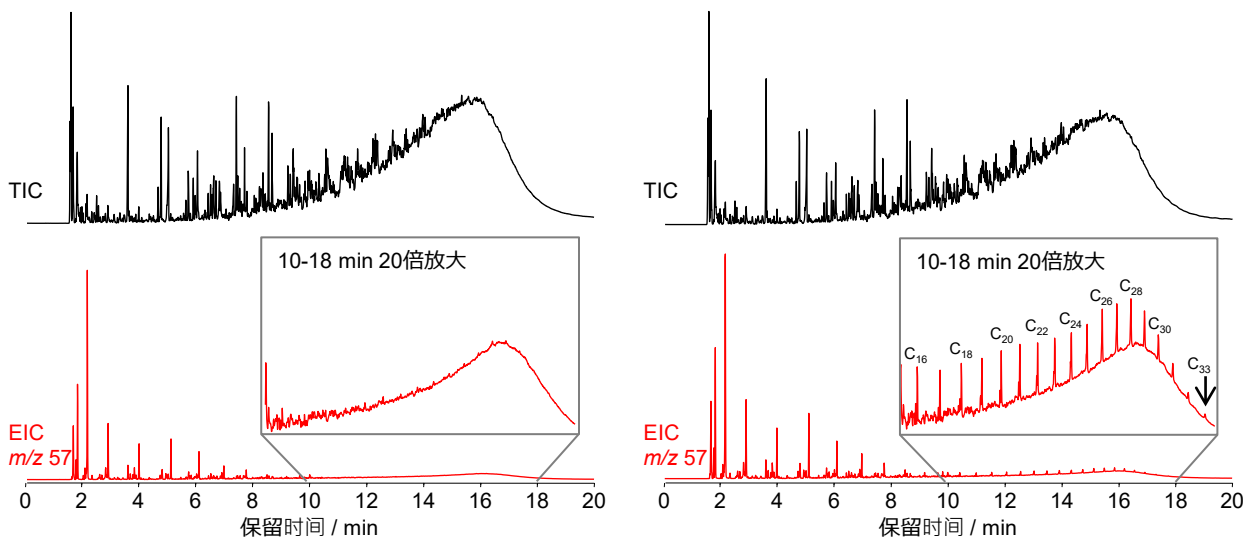


Fig. 2 PVA样品的色谱图 (划分范围460-540 °C, 左：PVA纯样品, 右：混浊PVA)

裂解炉温度：460 – 540 °C (20 °C/min)，分流比：1/20，GC柱箱：40 (2 min保持) - 320°C (20 °C/min, 10 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 μm, 柱流量：1 mL/min (He),
样品量：11.7 mg, 划分范围通过微喷式冷阱冷却捕集

Keywords : 杂质, 中心切割分析, EGA-GC/MS, 聚乙烯醇

使用产品 : 多功能热裂解器, 选择性进样器, 微喷式冷阱, UA+ -5, GC/MS免放空接口

应用领域 : 高分子分析, 品质管理

关联的技术笔记 : [PYA1-070C](#), [PYA3-022C](#)

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