

释放气体分析(EGA)-MS中测定条件和峰顶点温度的影响

Part 1: 样品量

[背景] 释放气体分析(EGA)-MS是聚合物的热脱附，热分解行为以及获取各温度所释放的气体化学种类知识的有效分析方法。在本篇中，讨论EGA-MS中聚苯乙烯(PS)的样品量和EGA曲线的峰顶点温度的关系。

[方法] 分析使用多功能热裂解器直接连接GC进样口，进样口与MS检测器通过去活化金属管(UADTM-2.5N)和免放空GC/MS适配器连接的系统。分别称取0.1 mg到0.5 mg的PS样品到样品杯，再导入到加热炉，以20 °C/min 的速度进行EGA-MS测定。

[结果] 强度归一化的EGA曲线如图Fig.1所示。任意的EGA曲线，峰顶温度为440-450 °C的单一峰被检测到。峰顶温度对应样品量的结果图如图Fig. 2所示。随着样品量的增加，峰顶温度从441.2 °C(样品量:0.136 mg)移到446.9 °C(样品量:4.916 mg)，证实了样品量和峰顶点温度之间几乎呈线性相关。然而，样品量超过1 mg时，EGA曲线的形状扭曲。这是因为样品量多时，热传导的影响增大的原因。PS的解聚反应是吸热反应，但PS的热传导率低(0.2 W·m⁻¹·K⁻¹)。因此，随着样品量的增多，样品内部的热传导变困难。由上可知，在EGA-MS与峰顶点相关的数据，为了得到高信赖性数据可减少分析样品的重量。

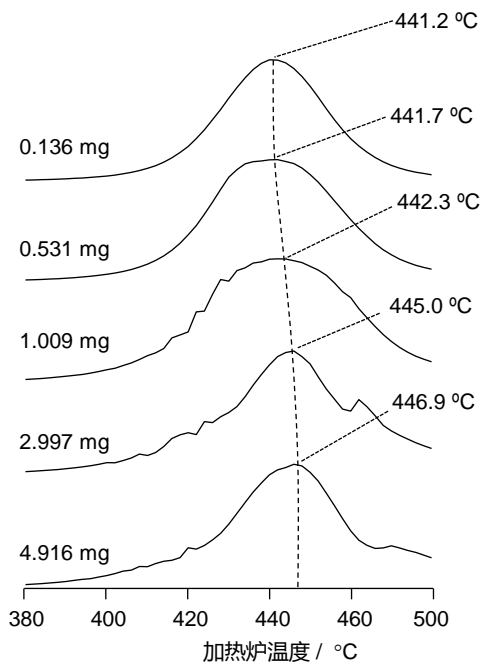


Fig. 1 在各种样品量测定得到的PS的EGA曲线

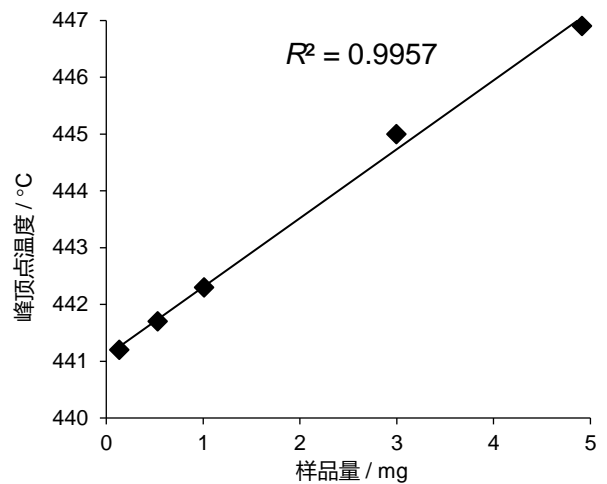


Fig. 2 PS的EGA曲线中样品量和峰顶点的关系

加热炉温度: 100 - 700 °C (20 °C/min), EGA管: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm), 管流量: 1 mL/min (He), 分流比: 1/50, GC柱箱: 300 °C, MS扫描范围: m/z 29 - 550, MS扫描速度: 约 0.2 scan/s, 样品量: 约 0.1 - 5.0 mg

Reference: A. Shiono *et al.*, *Polym. Test.*, 42 (2015) 54-61.

Keywords: EGA-MS, 热分析, 热分解行为

使用产品: 多功能热裂解器, 自动进样器, UADTM-2.5N, 样品杯LF, 免放空GC/MS适配器

应用领域: 高分子分析, 材料分析

关联的技术笔记: [PYA3-046C \(Part 2\)](#)

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