

释放气体分析(EGA)-MS中测定条件和峰顶点温度的影响

Part 2: 加热炉的升温速度

[背景] 前篇(PYA3-045C)中, 讨论了EGA-MS中聚苯乙烯(PS)的样品量和EGA曲线峰顶温度的关系。本篇中, 通过变化加热炉的升温速度来进行PS样品的EGA-MS测定, 讨论升温速度和峰顶温度的关系。

[方法] 分析使用多功能热裂解器直接连接GC进样口, 通过去活化金属管(UADTM-2.5N)和免放空GC/MS适配器连接GC进样口和MS检测器的系统。PS样品0.2 mg称取到样品杯后导入到加热炉, 加热炉的升温速度在1-40 °C/min的范围内变化, 从100 °C升温至700 °C, 进行样品的EGA-MS测定。

[结果] Fig. 1所示在各种加热炉升温速度(1-40 °C/min) 所测定得到的PS的EGA曲线, Fig. 2所示加热炉升温速度对应的峰顶点温度的关系绘制图。随着升温速度的增加, 峰顶温度也移动到高温领域。造成这种移动的原因可认为, 与聚合物的热裂解中反应速度与样品内部的热传导方式相关。由上可知, EGA-MS中为了得到信赖性高的峰顶温度相关数据, 必须注意确保样品之间的升温速度的一致。

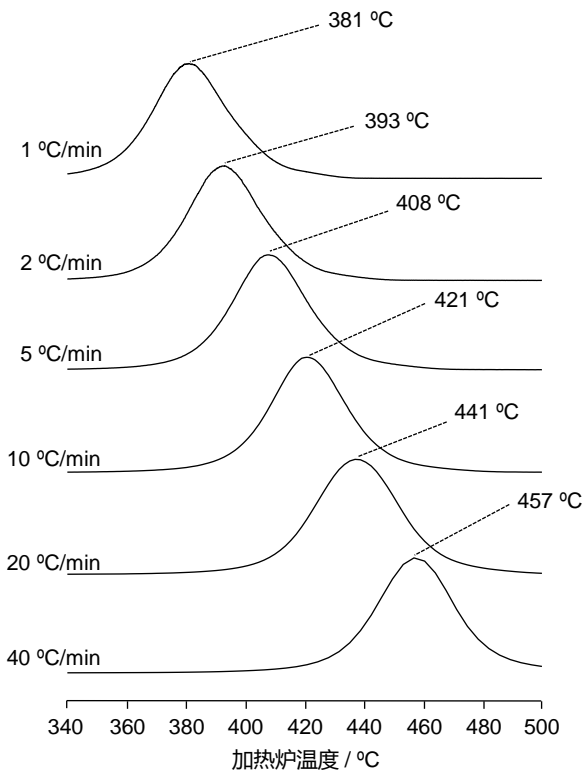


Fig. 1 不同的加热炉升温速度测定所得到的PS的EGA曲线

加热炉温度: 100 - 700 °C (升温速度: 1 °C/min - 40 °C/min 间), 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 0.2 mg

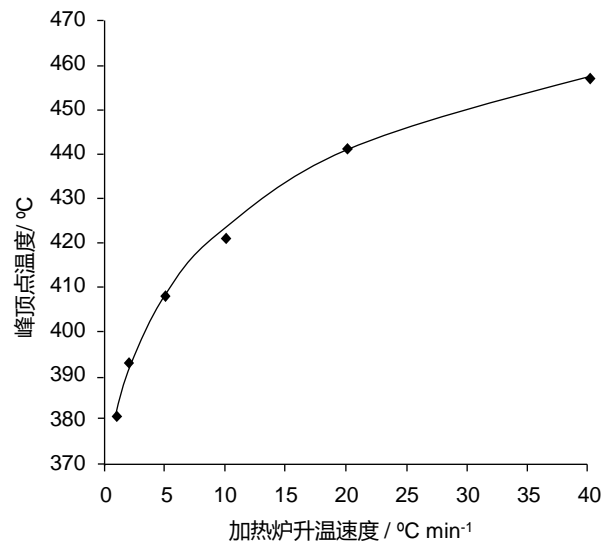


Fig. 2 PS的EGA曲线中加热炉升温速度和峰顶温度的关系

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, UADTM-2.5N, 样品杯G, 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