

聚合物样品在Py-GC/MS分析中载气为氢气时的影响

Part 2: HDPE的离子源内的氢化

[背景] 氢气(H₂)为载气的大气下的聚合物样品的热裂解(Py)-GC/MS分析中,用高密度聚乙烯(HDPE)为样品时,热解图上得到的二烯烃(C_n''), 单烯烃(C_n')以及烷烃(C_n)的强度与He为载气时相比较发生变化,这是由于热裂解过程中的氢化所致的(PYA4-007C)。在本报告(Part 2)中,使用与前报一样的HDPE样品,讨论关于在H₂大气下Py-GC/MS中得到的热解图和质谱图在MS离子源的氢化。

[方法] HDPE的粉末约200 μg称取至不锈钢制样品杯(i.d.=4 mm, H=8 mm),在600 °C热裂解并裂解产物在GC/MS进行分析。Py-GC/MS测定中,四极杆型MS作为检测器,GC进样口结多功能热裂解器(EGA/PY-3030D),与配自动进样器(AS-1020E)的系统为分析系统使用。超合金毛细管柱(UA⁺-5)为分离柱使用。用He和H₂为载气,柱流量为 1mL/min。

[结果] HDPE样品的热解图中, C₁₄'(分子量, M=196)的分离成分的质谱图引起注目,在He为载气时MS强度明显弱的M⁺峰,在H₂为载气时峰强度很明确。这是因为,由分离柱流入的热裂解产物中的不饱和的一部分在MS离子源内被氢化,因此在质谱图上的同位素也变得较大(Fig. 1)。因此,发现在氢载气中,MS离子源中发生轻微的氢化。^{1,2)}

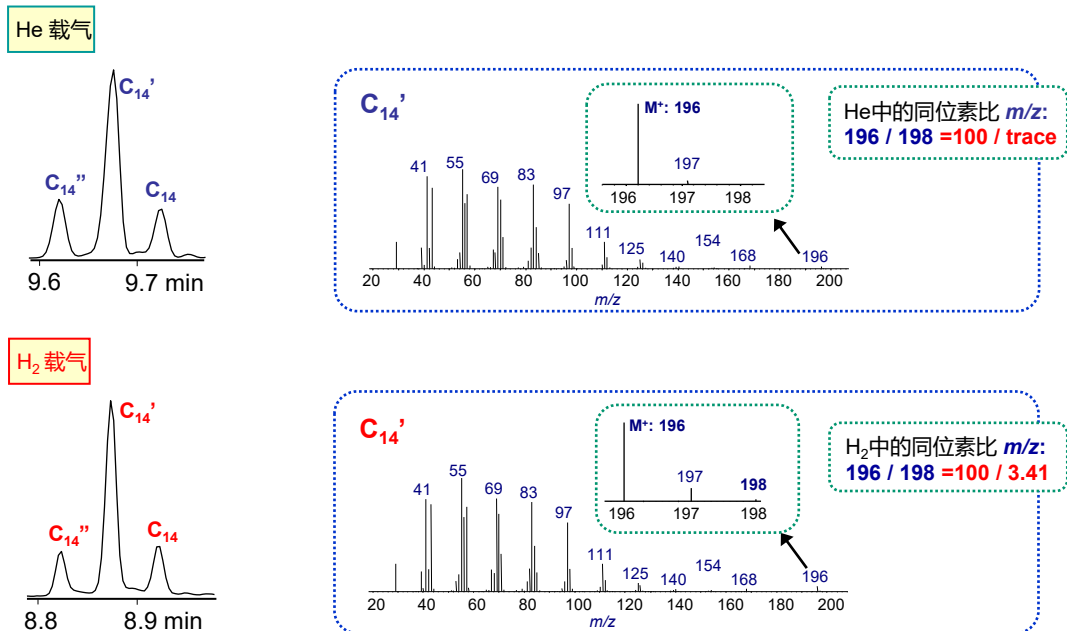


Fig. 1 HDPE裂解物的C₁₄区间的热解图和C₁₄'的MS谱图

热裂解温度: 600 °C, GC柱箱温度: 40 (2 min) - 320°C (20 °C/min, 3 min 保持)
 分离柱: UA⁺-5 (5 % 联苯 95 % 聚二甲基硅氧烷), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm
 柱流量: 1 mL/min (He/H₂), 分流比: 1/100, 样品量: 200 μg

1) 渡辺 幸 等, 日本分析化学会第62年会 (2013) K3009.

2) A. Watanabe, et al., *Anal. Chem.*, 88 (2016) 5462-5468.

Keywords : H₂载气, 饱和, 不饱和烷烃, 氢化, 热裂解, Py-GC/MS, HDPE, MS离子源, 同位素比

使用产品 : 多功能热裂解器, 自动进样器, UA⁺-5

应用领域 : 高分子分析

关联的技术笔记 : PYA4-007C, PYA4-009C

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