

聚合物样品在Py-GC/MS分析中载气为氢气时的影响

Part 3: 用现有的数据库进行库检索

[背景] H₂大气中的聚合物样品的热裂解中认为会发生热裂解产物双键的氢化，或者从分离柱洗脱出来后MS离子源内的电离过程中氢化。高密度聚乙烯(HDPE)作为样品时，它们发生少量氢化的内容已报告(PYA4-007C, PYA4-008C)。另外，发生氢化时所得到的热解图和质谱图，也认为有与He为大气进行测定所得到的结果稍微不同的可能性，因此通过现有的数据库进行检索时也受到影响。在本报告中，作为聚合物的代表使用，HDPE，聚苯乙烯(PS)，聚碳酸酯(PC)，丁苯橡胶(SBR)为样品，H₂为载气进行热裂解GC/MS中得到的热解图和质谱图，通过现有的数据库进行检索，讨论它的影响。

[方法] HDPE, PC和SBR样品原来的固体状称取100 µg，称取50 µg PS样品溶解在10 mL中，再称取5 µL至样品杯后，在600 °C进行热裂解，裂解产物在GC/MS中分析。热裂解GC/MS测定是用四极杆型MS为检测器，GC进样口结多功能热裂解器(EGA/PY-3030D)的分析系统。分离柱是用5%联苯95 %聚二甲基硅氧烷为固定相的超合金毛细管柱 (Ultra ALLOY⁺-5, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df.=0.25 µm)。载气为He和H₂，柱流量为1 mL/min。观测到的热解图和质谱图在现存的，以He为载气构建的数据库以及F-search中进行检索。

[结果] HDPE, PS, PC, SBR在H₂中的热解图，用现存的数据库检索时匹配率全都是95 %以上，对于聚合物数据库检索结果不产生影响。这是因为H₂中的氢化反应是忽略不计的，热裂解产物的主成分基本一致，可以认为对于检索对象的总质谱几乎没有产生影响。^{1,2,3)}

Table 1 用现存的聚合物数据库(F-Search)对热解图进行检索结果

He 载气		H ₂ 载气		He 载气		H ₂ 载气			
NO.	聚合物候选	匹配率 (%)	聚合物候选	匹配率 (%)	NO.	聚合物候选	匹配率 (%)	聚合物候选	匹配率 (%)
1	HDPE (C1-C40)	99	HDPE (C1-C40)	99	1	PC (solvent 法)	95	PC (solvent 法)	98
2	HDPE* (C1-C20)	99	HDPE* (C1-C20)	99	2	PC (melt 法)	94	PC (melt 法)	91
3	PE, oxidized	98	PE, oxidized	98	3	PC (thermally stabilized)	83	PC (C1-C40)	90

He 载气		H ₂ 载气		He 载气		H ₂ 载气			
NO.	聚合物候选	匹配率 (%)	聚合物候选	匹配率 (%)	NO.	聚合物候选	匹配率 (%)	聚合物候选	匹配率 (%)
1	PS(C1-C40)*	99	PS (C1-C20)*	99	1	SBR (C1-C20)*	96	SBR (C1-C20)*	97
2	PS(C1-C20)	99	PS (C1-C10)	99	2	SBR (C1-C40)	96	SBR (C1-C40)	97
3	PS(C1-C40)*	99	PS (C1-C20)*	99	3	SBR (C1-C20)*	93	SBR (C1-C10)	95

* 候选聚合物一样，但是购入的商家不同

1) 渡辺 吉 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. 3) F-Search 系统目录

Keywords : H₂载气, 饱和, 不饱和烯烃, 氢化, 热裂解, Py-GC/MS, F-Search, 数据库检索

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, PYA4-008C

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