

聚合物样品在Py-GC/MS分析中载气为氢气时的影响

Part 4: 用现有的20种聚合物数据库进行库检索

[背景] 如前报 (PYA4-009C) 中所述, 用现有的数据库进行数据库检索结果是, 关于进行验证的4种聚合物在氢气为载气下的对热裂解产物的加氢反应的影响可以忽略不计。对于许多其他的聚合物, 也有必要用在氢气为载气下得到的热解图及其质谱图, 通过现有的质谱库搜索的影响程度进行讨论。在本报告中, 用20种聚合物, 加氢对于数据库检索结果一致率的影响进行讨论。

[方法] 20种聚合物样品, 分别称取100 µg到样品杯进行分析。Py-GC/MS测定是使用, GC/MS系统的分流进样口直接连接多功能热裂解器 (EGA/PY-3030D), 配备自动进样器 (AS-1020E) 的分析系统。分离色谱柱使用金属毛细管柱 (Ultra ALLOY+ -5, 5 % 二苯基 95 % 二甲基聚硅氧烷、L=30 m, i.d.=0.25 mm, df.=0.25 µm)。载气使用氦气 (He) 和氢气 (H₂), 柱流速固定为1 mL/min。样品在600 °C进行热裂解, 热裂解产物在GC/MS进行分离分析。聚合物的热裂解产物在F-Search, 用氦气环境所得到的产物数据为基础构建的数据库进行检索, 从一致率来断定聚合物。

[结果] 氢气环境得到的聚合物热解图在F-Search库检索的结果在Table 1。大部分的聚合物得到82 %以上的一致率。数据库检索的结果得知, 除了2种含氟聚合物以外的所有聚合物, 加氢对热裂解产物的影响是可以忽略不计。关于2种含氟聚合物, 可认为氟原子的强吸电子特性在热解后引起与在氦气气氛中不同的氯化反应。

Table 1 用现存的数据数据库通过F-Search的热解图的库检索结果

候选聚合物	一致率 (%)	
	He 载气	H ₂ 载气
1. Low density polyethylene (LDPE)	99	97
2. Polypropylene (isotactic) (iso-PP)	99	97
3. Ethylene-propylene-diene rubber (EPDM)	97	94
4. Ethylene-vinyl acetate copolymer (EVA)	99	95
5. Styrene-methyl acrylate copolymer (P(S-MA))	99	96
6. Acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer (ABS)	99	98
7. Polydivinylbenzene (PDVB)	99	99
8. Poly(methyl methacrylate) (PMMA)	99	99
9. Polyacrylonitrile (PAN)	99	97
10. Poly(vinyl alcohol) (PVA)	98	96
11. Acrylonitrile-butadiene rubber (NBR)	99	90
12. Poly(hexamethylene adipamide) (nylon-6,6)	94	90
13. Poly(phenylene sulfide) (PPS)	99	85
14. Polydimethylsiloxane (PDMS)	99	98
15. Methylcellulose (MC)	97	87
16. Poly(vinyl chloride) (PVC)	98	90
17. Epoxy resin	98	82
18. Polychlorotrifluoroethylene (PCTFE)	97	94
19. Polytetrafluoro-hexafluoroethylene (PTFE)	98	27
20. Tetrafluoroethylene-hexafluoropropylene copolymer (FPE)	95	22

1) 渡辺 啓 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, 热裂解, Py-GC/MS, F-Search, 数据库检索, 一致率

使用产品 : 多功能热裂解器, 自动进样器, UA+ -5, F-Search

应用领域 : 高分子分析

关联的技术笔记 : [PYA4-007C](#), [PYA4-008C](#), [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