

# 苯丙乳液的裂解气相色谱 - 质谱分析

张 颖, 李 琳

(中国石油化工股份有限公司北京化工研究院, 北京 100013)

苯乙烯 - 丙烯酸酯共聚乳液 (简称苯丙乳液) 是一种苯乙烯改性的丙烯酸酯系的共聚物乳液涂料。它用苯乙烯全部或部分代替纯丙乳液中的甲基丙烯酸甲酯, 由于引入了苯乙烯链段, 从而可提高涂膜的耐水性、耐候、耐碱性等, 而且以水为介质, 避免了传统油性涂料造成的环境污染和高成本, 已广泛用于建筑涂料、地面涂料、粘合剂和胶粘剂等<sup>[1-2]</sup>。本文拟采用热脱附和热裂解气相色谱 - 质谱 (GC - MS) 联用技术测定苯丙乳液样品, 分析残留单体和聚合物, 为苯丙乳液提供一种鉴定方法。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器及试剂

HP6890 气相色谱仪, 美国 Agilent 公司产品; QUATTRO 质谱仪, 英国 Micromass 公司产品; PY - 2020 D 热裂解器, 日本 Frontier 公司产品。

### 1.2 实验部分

1.2.1 热脱附及裂解 称取样品 3 mg 于样品杯中, 并将样品杯置于裂解器中。样品在 280 脱附后进行 GC - MS 分析, 剩余样品在 550 裂解, 将裂解物进行 GC - MS 分析。

热脱附条件: 起始温度 70 , 以 30 /min 升至 280 , 恒温 3 min, 脱附时间 10 min。

热裂解器条件: 裂解温度 550 。

1.2.2 色谱条件 热脱附: BPX - 35 石英毛细柱, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm; 柱前压 20 kPa; 进样口温度 280 ; 柱起始温度 40 , 以 8 /min 升至 260 , 恒温 30 min; 分流比 30 1。

热裂解: 柱起始温度 60 , 以 3 /min 升至 120 , 再以 15 /min 升至 260 , 恒温 30 min; 分流比 30 1。

1.2.3 质谱条件 EI 离子源, 电子能量 70 eV, 离子源温度 200 , 扫描范围 20 ~ 500 u, 传输线温度 260 。

## 2 结果与讨论

### 2.1 苯丙乳液热脱附物的分析

热脱附物总离子流图见图 1, 各峰的质谱图经 NIST 谱库检索确定可能的结构。定性结果 (略) 未检出苯乙烯和甲基丙烯酸甲酯等残留单体, 主要脱附物为丙烯酸长链烷烃酯类化合物, 如保留时间在 10.53 min 的化合物为丙烯酸正辛酯。从总离子流图强度可以推断脱附物的量很少。从热脱附物的分析结果可知聚合反应完全, 残留单体少, 且不存在易挥发的有毒单体。

### 2.2 苯丙乳液热裂解物的分析

热裂解物总离子流图如图 2 所示。各峰的质谱图经谱库检索及人工解析确定了可能的结构, 分析结果见表 1。苯丙乳液裂解产物中除苯乙烯、甲基丙烯酸甲酯等物质的特征峰外, 还含有一系列的酯类和烃类化合物, 如丙烯酸辛酯、辛

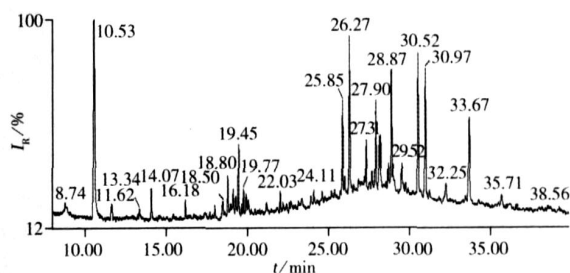


图 1 苯丙乳液热解吸物总离子流图

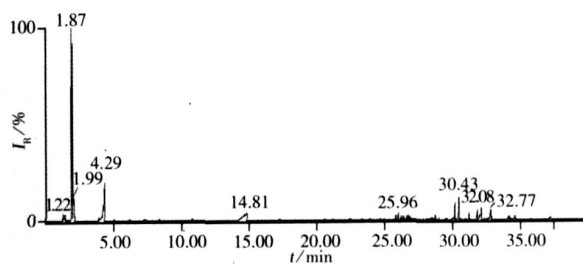


图 2 苯丙乳液的热裂解总离子流图

第一作者: 张 颖 (1961 - ), 女, 北京市人, 教授级高工, Tel: 010 - 59202133, E - mail: zhangyin@brici.ac.cn

烯等。本实验为该高分子材料的鉴定提供了很好的依据。

表 1 苯丙乳液热裂解物的分析结果

序号	保留时间 $t/\text{min}$	可能的化合物	相似度	相对强度 /%
1	1.22	异丁烯	81	0.69
2	1.34	丁烯-2	78	2.80
3	1.86	2-甲基丙烯酸甲酯	90	46.02
4	2.05	辛烯	85	6.48
5	3.87	丙烯酸丁酯	91	1.49
6	4.28	苯乙烯	94	14.84
7	14.80	丙烯酸辛酯	92	10.19
8	25.76	戊二酸二丁酯	88	0.52
9	25.96	4-苯基丁酸丁酯	80	0.85
10	30.13	2, 2-二甲基二异丁酯	谱图解析	2.54
11	30.43	异辛酸异辛酯	75	4.05
12	31.78	1-苯基丙酸苯甲酸甲酯	谱图解析	2.04
13	32.08	1-苯基-2-硝基二环戊酮	82	4.08
14	32.77	苯乙烯三聚体	谱图解析	3.4

## 2.3 结 论

采用热脱附 /GC - MS和热裂解 /GC - MS技术测定了苯丙乳液样品，此法快速、简便，一次进样即可分析残留单体、添加剂，又可分析裂解产物，为高分子材料的鉴定及产品质量控制提供了依据。

### 参考文献：

- [1] 李占杰, 张秀菊 . [J]. 质谱学报, 2004, 25(2): 110 - 112.
- [2] 李文安 . [J]. 应用化工, 2007, 36(4): 418 - 420.
- [3] 余远斌, 张燕慧 . [J]. 化工进展, 1996(2): 36 - 39.

## Analysis of Styrene Acrylate Copolymers by Pyrolysis Chromatography - Mass Spectrometry

ZHANG Ying, LIL in

(Beijing Research Institute of Chemical Industry, China Petroleum and Chemical Corporation, Beijing 100013, China)

Abstract: The products of thermal desorption were generated under the temperature of 280 and were analyzed by gas chromatography - mass spectrometry with capillary column, the residual monomer styrene was no detected. The products of pyrolysis were generated under the temperature of 550 and were analyzed by chromatography - mass spectrometry, 14 compounds were detected.

Key words: mass spectrometry; styrene acrylate copolymers; thermal desorption; pyrolysis chromatography - mass spectrometry