

解决方案|面涂、底涂成分 GC-MS 定性分析

涂层材料的面涂和底涂,因其能够增强产品的各种物理化学性质而被广泛的应用于化工、制药、生物新材料等各行各业。那么,对于一种具体的面涂、底涂,其主要有哪些成分,哪些成分可以进行改进,这是相关生产企业及开发人员需要思考和研究的问题。

对一种产品的具体成分定性定量分析,可以还原其配方组成。对于有机材料其组分分析一般常采用 GC-MS、GC、LC、LC-MS 等分析方法。本文采用东西分析 GC-MS 3200 气相色谱-质谱仪建立面涂、底涂成分定性分析方法。实验中,通过对各组分的定性分析,以期对其质量标准的建立以及新型面涂、底涂的开发提供基础性参照。

仪器条件

VF-624 (30m×0.25mm×1.4μm) 石英毛细管柱,柱流量:1mL/min,不分流进样,进样量:2μL,进样口:250℃,柱箱升温程序:80℃保持 1min,以 30℃/min 速率升至 220℃保持 1.5min;再以 40℃/min 速率升至 250℃保持 15min。

离子源:EI 源,源温:200℃,电子能量:70eV,;接口温度:250℃,采集时间:0-25min,

扫描方式：全扫描，扫描质量数范围：35-450u。

分析结果

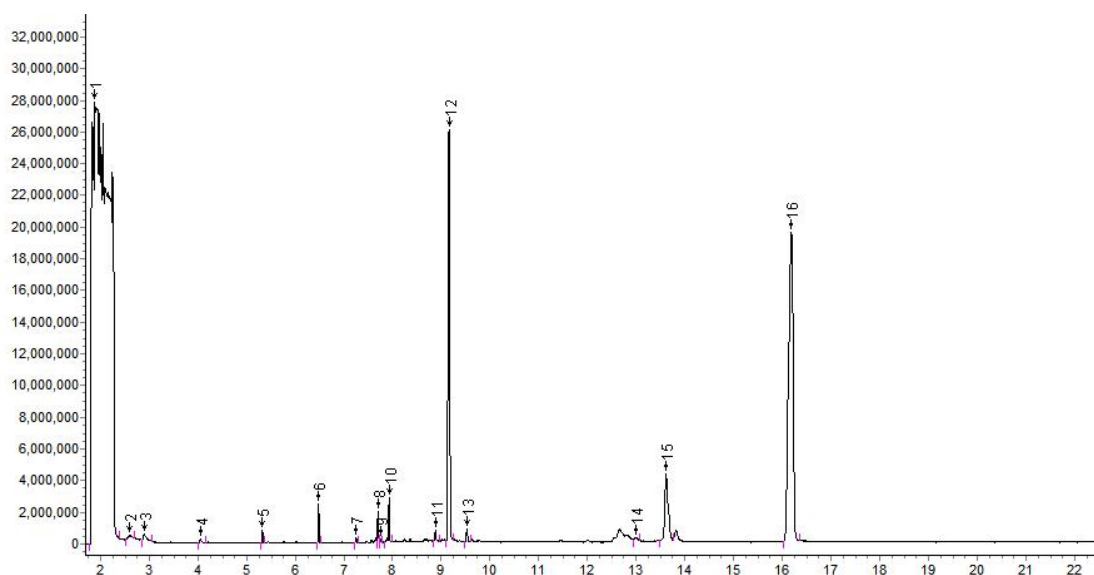


图 1 底涂样品全扫描色谱图

表 1 底涂样品定性结果

序号	英文名称	保留时间	CAS 号	相似度 (%)	分子式	分子量
1	Ethanol	1.89	64-17-5	97	C ₂ H ₆ O	46
2	Ethane, 1,1-diethoxy-	2.6	105-57-7	84	C ₆ H ₁₄ O ₂	118
3	1-Butanol, 3-methyl-, benzoate	2.9	94-46-2	68	C ₁₂ H ₁₆ O ₂	192
4	Tetraethyl silicate	4.05	78-10-4	85	C ₈ H ₂₀ O ₄ Si	208
5	Dodecane	5.33	112-40-3	84	C ₁₂ H ₂₆	170
6	Tetradecane	6.49	629-59-4	86	C ₁₄ H ₃₀	198
7	Nonane, 5-methyl-5-propyl-	7.25	17312-75-3	86	C ₁₃ H ₂₈	184
8	Dimethyl phthalate	7.69	131-11-3	91	C ₁₀ H ₁₀ O ₄	194
9	Pentadecane, 3-methyl-	7.76	2882-96-4	84	C ₁₆ H ₃₄	226
10	Hexadecane	7.93	544-76-3	87	C ₁₆ H ₃₄	226
11	Dodecyl acrylate	8.88	2156-97-0	84	C ₁₅ H ₂₈ O ₂	240
12	Benzophenone	9.16	119-61-9	92	C ₁₃ H ₁₀ O	182
13	Octadecane	9.53	593-45-3	85	C ₁₈ H ₃₈	254
14	Dibutyl phthalate	12.99	84-74-2	90	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278
15	1-Propanone, 2-hydroxy-1-[4-(2-hydroxyethoxy)phenyl]-2-methyl-	13.61	106797-53-9	80	C ₁₂ H ₁₆ O ₄	224
16	Pentaerythrityl triacrylate	16.18	3524-68-3	90	C ₁₄ H ₁₈ O ₇	298

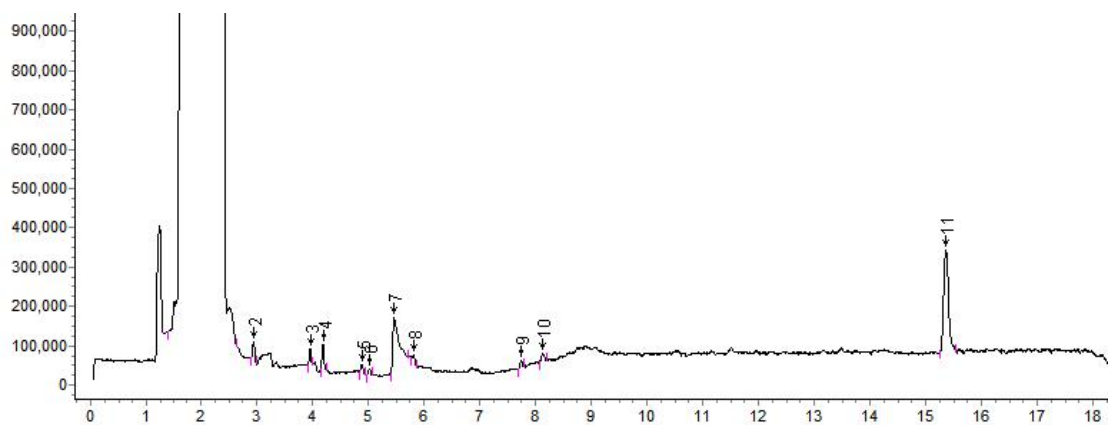


图 2 面涂样品全扫描色谱图

表 2 面涂样品定性结果

序号	英文名称	保留时间	CAS 号	相似度 (%)	分子式	分子量
1	Isopropyl Alcohol	1.63	67-63-0	92	C3H8O	60
2	Cyclotrisiloxane, hexamethyl-	2.94	541-05-9	88	C6H18O3Si3	222
3	Cyclotetrasiloxane, octamethyl-	3.95	556-67-2	86	C8H24O4Si4	296
4	Oxime-, methoxy-phenyl-__	4.19	N/A	79	C8H9NO2	151
5	Cyclopentasiloxane, decamethyl-	4.89	541-02-6	71	C10H30O5Si5	370
6	4-tert-Octylphenol, TMS derivative	5.03	78721-87-6	85	C17H30OSi	278
7	2-Pyrrolidinone	5.46	616-45-5	84	C4H7NO	85
8	Cyclohexasiloxane, dodecamethyl-	5.82	540-97-6	77	C12H36O6Si6	444
9	Phthalic acid, 2-isopropylphenyl methyl ester	7.75	N/A	91	C18H18O4	298
10	Cyclooctasiloxane, hexadecamethyl-	8.13	556-68-3	72	C16H48O8Si8	592
11	(E)-2-Hydroxy-4'-dimethylamino-stilbene	15.37	110983-42-1	71	C16H17NO	239

实验总结

本文采用 GC-MS 对底涂、面涂进行组分分析，共检测出底涂成分 16 种，面涂成分 11 种。本研究工作可为底涂、面涂质量标准的建立以及新型底涂、面涂的开发提供基础性参照。