



## Использование метода термодесорбции для исследования выделений из полимерных материалов

### Аннотация

В настоящей работе было проведено изучение эмиссии полимерных материалов (бутадиен-нитрильный каучук, полиэтилен, силиконовая резина). Исследуемые образцы помещались в стеклянную трубку (89 мм × 6,35 мм) и анализировались на термодесорбере Хроматэк TDA. Трубки с пробой нагревались и выделяемые компоненты улавливались на фокусирующей ловушке, заполненной сорбентом Tenax TA. Идентификацию соединений проводили с использованием газового хроматографа с масс-спектрометрическим детектором "Хроматэк-Кристалл".

### Введение

Полимерные материалы широко используются в современной жизни. Эмиссия летучих органических соединений из полимеров может оказывать неблагоприятное влияние на состояние здоровья, связанное с неприятными обонятельными ощущениями, хроническим общетоксическим действием, а также возникновением таких специфических биологических эффектов, как аллергенное, мутагенное, канцерогенное и другого рода действие. Таким образом, исследование выделений из полимерных материалов является актуальной задачей.

Метод прямой термодесорбции является довольно простым в использовании и позволяет проводить анализ за короткое время. Кроме этого, данный метод требует небольшое количество пробы (10–40 мг).

Для проведения исследования кусочек полимера помещается в стеклянную трубку и фиксируется стекловатой. С целью увеличения скорости эмиссии трубка с пробой нагревается и поток инертного газа переносит летучие компоненты в фокусирующую ловушку. Далее ловушка нагревается и определяемые вещества вводятся в хроматографическую колонку.



Рисунок 1 – Образцы полимеров в сорбционных трубках

Прямая термодесорбция имеет следующие преимущества: простое подключение к газовому хроматографу, извлечение выделений из полимерных материалов осуществляется непосредственно в термодесорбере и не требуется предварительная подготовка пробы, возможность проводить анализ нескольких проб в автоматическом режиме.

### Оборудование и материалы

- Газовый хроматограф Хроматэк-Кристалл 5000 с масс-спектрометрическим детектором
- Колонка CR-5ms (30 м × 0.25 мм × 0.25 мкм)
- Термодесорбер Хроматэк TDA
- Стеклянные сорбционные трубки (89 мм × 6,35 мм)
- Ловушка Tenax TA

## Режим анализа

<b>Хроматограф</b>			
Время анализа	32 мин		
<b>Колонка</b>			
Газ-носитель	Гелий		
Поток газа-носителя	1 мл/мин		
Температура колонки			
50 °С	2 мин	10 °С/мин	
280 °С	7 мин		
<b>Порт ввода</b>			
Температура	250 °С		
Деление потока	1:10		
<b>МСД</b>			
Режим сканирования	Полный ионный ток		
Диапазон масс	35-450 а.е.м.		
Температура ионного источника	250 °С		
Температура переходной линии	280 °С		
<b>Термодесорбер</b>			
Температура крана	250 °С		
Температура переходной линии	250 °С		
Продувочный газ	Гелий		
Температура десорбции	60 °С		
Расход продувочного газа	20 мл/мин		
Время десорбции	10 мин		
Нижняя температура ловушки	-20 °С		
Верхняя температура ловушки	280 °С		
Скорость нагрева ловушки	2000 °С/мин		
Время нагрева ловушки	2 мин		

## Экспериментальная часть

Исследуемые образцы были разрезаны на небольшие части. Один кусочек образца (около 20 мг) помещался в стеклянную трубку (89 мм × 6,35 мм) и с двух сторон фиксировался стекловатой (Рисунок 1). Трубка устанавливалась в термодесорбер Хроматэк ТДА. Десорбция летучих компонентов осуществлялась при температуре 60 °С в течение 10 мин, в то время как фокусирующая ловушка (Тепак ТА) охлаждалась до – 20 °С. Далее ловушка нагревалась до температуры 280 °С и определяемые вещества потоком газа-носителя вводились в хроматографическую колонку.

## Результаты и их обсуждение

### *Бутадиен-нитрильный каучук*

Для исследования был использован кусочек нитриловой перчатки. На рисунке 2 показана хроматограмма выделений летучих соединений из образца. Основным компонентом является 4-цианоциклогексен. Также в образце были обнаружены тетрадекан, пентадекан, гексадекан, гептадекан, (1-пропилоктил)бензол и (1-этилнони)бензол.

### *Полиэтилен*

В качестве объекта анализа был взят полиэтиленовый пакет для хранения пищевых продуктов. Как следует из рисунка 3, в образце был обнаружен ряд алканов и алкенов. Кроме этого, было выявлено наличие 2,6-ди-трет-бутилфенола, который используется в качестве УФ стабилизатора.

### *Силиконовая резина*

При проведении анализа была выбрана силиконовая мембрана, которая используется в испарителе хроматографа. В отличие от предыдущих исследований, для извлечения летучих соединений из силиконовой резины была задана температура 250 °С, поскольку она наиболее близка к условиям эксплуатации мембраны. Рисунок 4 демонстрирует профиль хроматограммы, полученный при эмиссии силиконовой резины. Как и следовало ожидать, основными компонентами являются циклические силоксаны, которые являются продуктами декструкции силикона.

## Заключение

Метод термодесорбции в сочетании с газовой хроматографией и масс-спектрометрическим детектированием обладает рядом преимуществ при исследовании выделений из полимерных материалов: простая техническая реализация, короткое время анализа и небольшие количества исследуемых материалов.

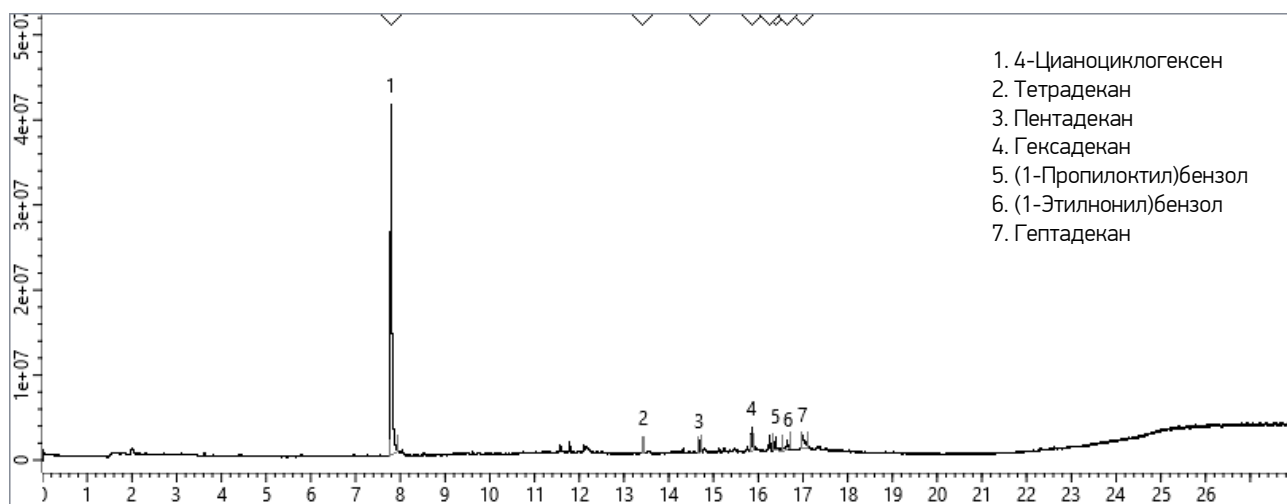


Рисунок 2 – Хроматограмма выделений органических соединений из бутадиен-нитрильного каучука

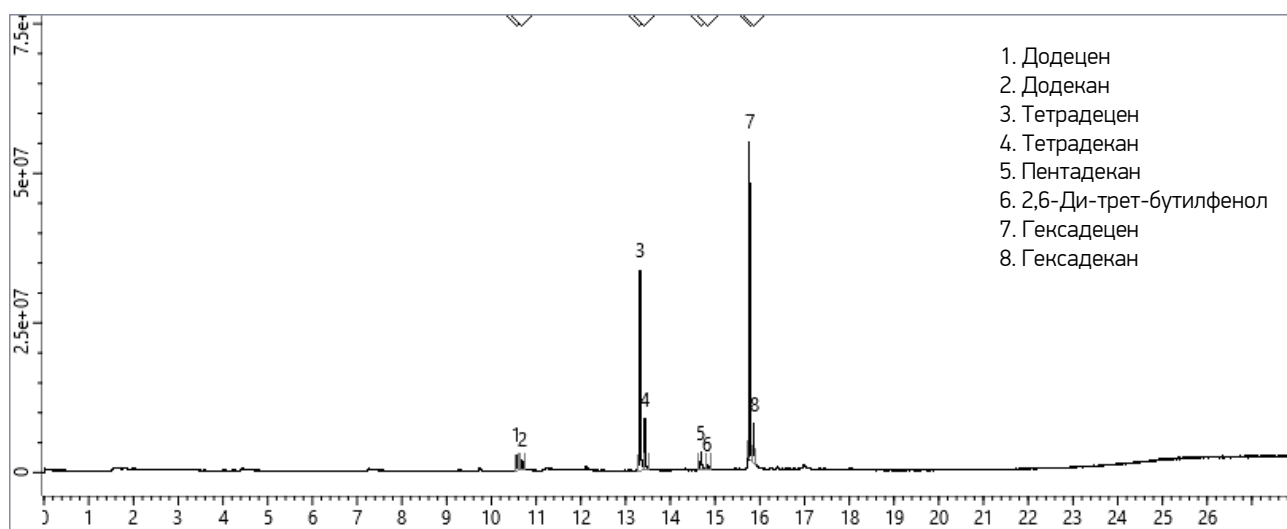


Рисунок 3 – Хроматограмма выделений органических соединений из полиэтилена

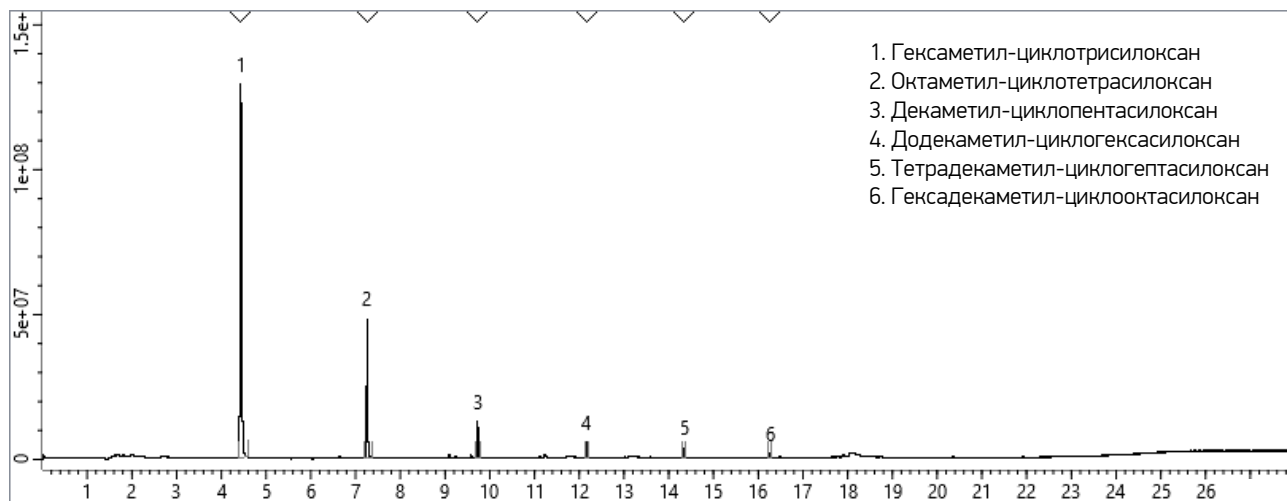


Рисунок 4 – Хроматограмма выделений органических соединений из силиконовой резины

