

微少量固体聚合物的热裂解GC/MS中的重现性

- 聚对苯二甲酸(PET)的粒径和重现性 -

[背景] 热裂解(Py-)GC/MS中重现性因样品的形状不同而变化, 得知薄膜或者微粉末化的样品重现性得到提高¹⁾。近年来, 微塑料分析的需求有所增加, 但由于样品直径变化大, 且样品量比正常Py-GC/MS测量的样品量少, 这对热解图有何影响还需要继续讨论。在本篇中, 用各种粒径的少量PET样品进行重复测定, 对于重现性进行讨论。

[方法] 本讨论中, 除了市販售的 PET 粉末(35 μm, A)之外, 还使用了用 IQ MILL-2070 研磨的 PET 颗粒并使用图 2 所示的筛子进行分级, 使用筛分得到的 106 μm 或更小的粉末(B 组), 106-280 μm 粉末(C 组)。Py-GC/MS 测定的方法是, 将各组粉末各 10 μg 采样到样品杯中, 得到的热解图(Fig. 3)中计算出化合物1~3的峰面积比, 再讨论它的重现性。

[结果] Table 1 显示各样品粒径的峰面积比及其再现性 (n=5)。粒径越小, RSD值越小。这被认为是因为样品颗粒尺寸的变化越大, 热传导的重现越困难。由上可知, 即使是微量的PET, 样品的形状(粒径)也会影响热裂解的重现性, 且粒径越小, 再现性越好。

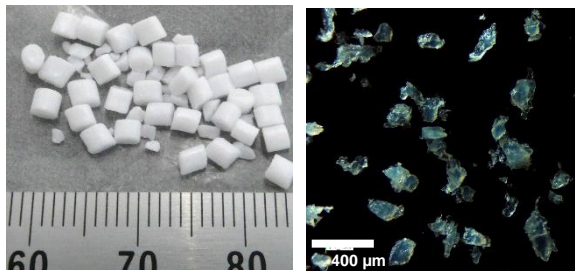


Fig. 1 PS样品通过IQ MILL-2070的研磨前后

回转速度: 3000 rpm, 研磨时间: 10 s, 循环数: 1
研磨球: 碳化钨球(12Φ), 研磨温度: 冷冻
助磨剂: 无, 样品量: 0.5 g

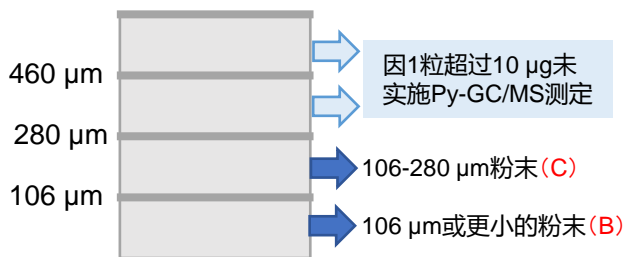


Fig. 2 用筛子筛分

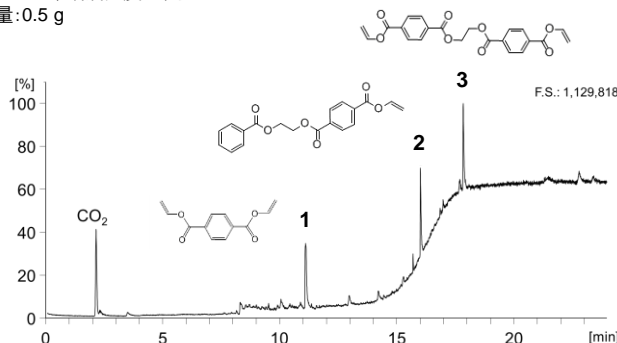


Fig. 3 PET的热解图

加热炉温度: 600 °C, GC 进样口: 300 °C, GC 柱箱: 40 °C(2 min) - 320 °C (20 °C/min, 保持 8 min), 分离色谱柱: UA+5 (5 %二苯基-95 %二甲基聚硅氧烷, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.5 μm), 柱流量: 1.0 mL/min, 分流比: 1/50, MS扫描范围: m/z 29 - 450, 样品量: 10 μg (用超微量天平称重)

Table 1 PET样品每粒径的峰面积和它的重现性(n=5)

PET粒径	A: 35 μm		B: <106 μm		C: 106~280 μm	
	峰面积比	RSD [%]	峰面积比	RSD [%]	峰面积比	RSD [%]
峰 2 / 峰 1	78.8	2.66	80.4	3.22	74.6	6.30
峰 3 / 峰 1	85.0	2.91	85.9	4.93	84.3	5.35

Keywords: 微粉末化, 微量分析, 研磨, 冷冻研磨, 微塑料, MPs

使用产品: 迅速冷冻研磨装置, 多功能热裂解器, 自动进样器, UA+5, 样品杯LF, F-Search, 免放空GC/MS适配器

应用领域: 高分子分析, 微塑料分析

关联的技术笔记: [PYT-039C](#), [PYT-018C^{1\)}](#)

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