

# 通过使用F-Splitless进样法热裂解-GC/MS高灵敏度检测聚乙烯

## Part 1:分流 · F-Splitless进样法得到的热解图的比较

**[背景]** 热裂解(Py)-GC/MS是对于微塑料的分析有效的分析方法之一，可实现聚合物混合物的定性定量分析。用于微量的聚合物分析，用多功能无分流进样器(MFS) 通过Py-GC/MS的F-Splitless进样法，可高灵敏度检测0.1 ng的聚苯乙烯<sup>1)</sup>。另外，聚苯乙烯 (PE) 的分析中，在室温中难溶于溶剂的原因不能萃取或者浓缩，也产生很多高沸点的热裂解产物，因此测定花费长时间也是个重点问题。在本片中，用F-Splitless进样法通过Py-GC/MS测定微量的PE，与分流进样法得到的热解图进行比较<sup>2)</sup>。

**[方法]** 将 1 mg PE (粒径约 10 μm) 中添加999 mg SiO<sub>2</sub> (粒径约 30 μm)，并在研磨装置 (IQ MILL-2070) 中混合，将 PE 稀释 1000 倍。Fig. 1 显示混合样品的 SEM图像。测定使用配备MFS等的Py-GC/MS装置如Fig. 2所示。为了缩短测定时间，启动MFS反吹功能以将高沸点组分从系统中排出。

**[结果]** 各进样法所得的热解图的提取离子流色谱图 (EIC, m/z 55) 如Fig.3所示。通过F-Splitless进样法测定时柱导入量为0.1 μg 相比较与分流进样法能得到的峰强度同等或者更强，因此可以认为F-Splitless进样法中样品全量导入到色谱柱。下一篇(PYA1-166)中将介绍，各进样法中的S/N相关的内容。

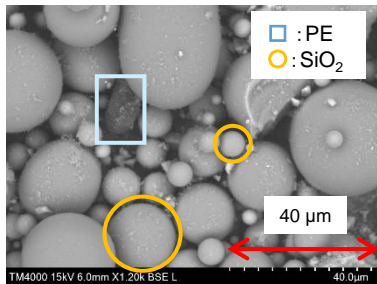


Fig. 1 PE和SiO<sub>2</sub>的混合样品的SEM图像(背散射电子图像).

研磨装置: IQ MILL-2070 (Frontier Laboratories)、回转速: 1000 rpm、混合时间: 30 s、待机时间: 60 s、循环数: 30 个循环、研磨子: Zr研磨球 1 mmΦ×约850个(3 g)。

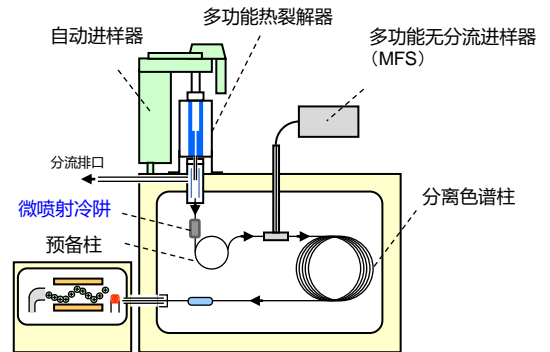


Fig. 2 装置构成.

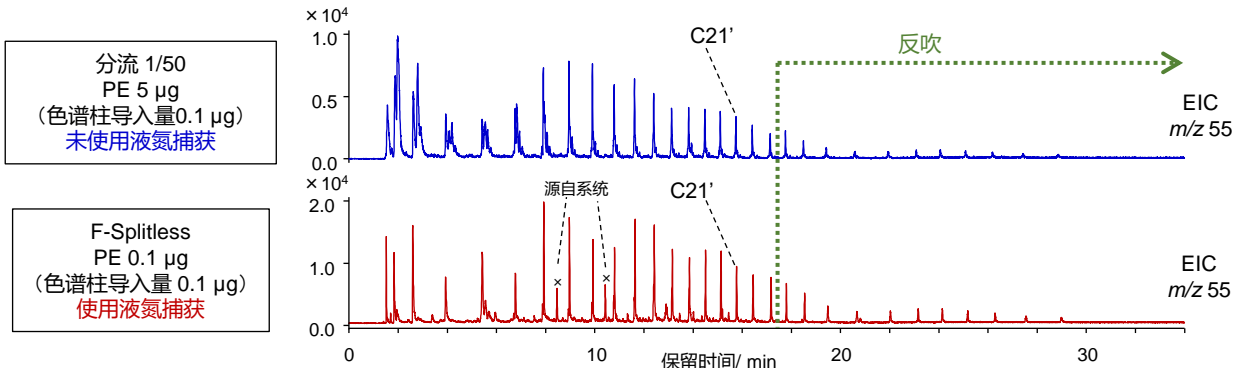


Fig. 3 各进样法得到的热解图的EIC.

加热炉温度: 600 °C, 加热炉-接口温度: 300 °C, GC进样口温度: 300 °C, 进样口压力: 150 kPa (定压), 初期柱流量: 2 mL/min, 预备柱: UA\*-50 (50 %二苯基-50 %二甲基硅氧烷; L=2 m, i.d.=0.25 mm, df=1 μm), 主色谱柱: UA\*-5 (5 %二苯基-95 %二甲基硅氧烷; L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.5 μm), GC柱箱: 40 (保持 2 min) - 20 °C/min - 280 °C (保持 6 min) - 20 °C/min - 320 °C (保持 10 min), 反吹开始时间: 17.5 min, GC/MS接口温度: 300 °C, MS测定模式: 扫描模式, 载气流量和样品量:分流进样法 总流量50 mL/min, 混合样品 5 mg (PE 5 μg) / F-Splitless进样法 总流量 30 mL/min, 混合样品0.1 mg (PE 0.1 μg)。

1) K. Tei et al., J. Anal. Appl. Pyrolysis 168 (2022) 105707. 2) 第26回 高分子分析讨论会 (2021), II-1.

**Keywords :** F-Splitless进样法, F-无分流, 无分流分析, 高灵敏度分析, 微塑料分析

**使用产品 :** 多功能热裂解器, 多功能无分流进样器, 自动进样器, 样品杯LF, 含填充剂的GC玻璃衬管  
UAMP色谱柱套件, UA预备柱50-2M, 免放空GC/MS适配器, F-Search MPs 2.1, 迅速冷冻研磨装置

**应用领域 :** 环境分析, 微量分析, 高分子分析

**关联的技术笔记 :** PYA1-166C (Part 2), PYA1-154C, PYT-037C, PYT-038C, PYT-039C

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](http://www.frontier-lab.com/cn)