

通过使用F-Splitless进样法热裂解-GC/MS高灵敏度检测聚乙烯

Part 2: S/N的比较

[背景] 前篇(PYA1-165)中介绍, 用F-Splitless进样法通过热裂解(Py)-GC/MS的0.1 µg聚乙烯(PE)的热裂解产物可实现全量导入到GC/MS的内容。在本篇中, 微量PE的S/N通过PE的特征热解产物的C21'(单烯)来算出, 讨论通过F-Splitless进样法能否高灵敏度检测到峰相关的内容。

[方法] 样品与前篇相同, 用与SiO₂均匀混合, 将PE稀释1000倍的样品。将混合样品采取到样品杯, 用F-Splitless进样法通过Py-GC/MS进行测定。F-Splitless进样法中作为MS不同的检测法用扫描模式和选择性离子检测模式得到的数据进行了比较。S/N的计算用C21'的峰高(H)和, 用保留时间30-32min的范围的信噪宽度(h), $S/N=2H/h$ 以定义进行求解。本次的测定中C21'周围检测到多数其他的峰, 导致观测信噪较困难, 因此, 计算S/N时假设背景信噪水平恒定, 与时间无关。

[结果] 各进样法的C21'的峰面积的RSD值如Table 1所示。F-Splitless进样法中RSD值为10-20%, 分流进样法有较好的重现性。即使在F-Splitless进样方法中, Fig.1所示的双对数校准曲线在3位浓度范围内也是一条直线。Fig.2显示各条件下PE的S/N。根据每种条件下的样品体积和信噪比, F-Splitless进样方法的SIM模式比分流进样方法的灵敏度大约高1000倍。由上可知, 通过F-Splitless进样法, 可以高灵敏度地分析微量的PE。

Table 1 各进样法中C21'峰面积的RSD值 (n=5)

进样法	MS 测定模式	PE量 (µg)	RSD [%] (n=5) C21' m/z 55
分流 1/50	扫描	5	3.3
F-Splitless	扫描	0.1	20.0
	SIM	0.1	10.7

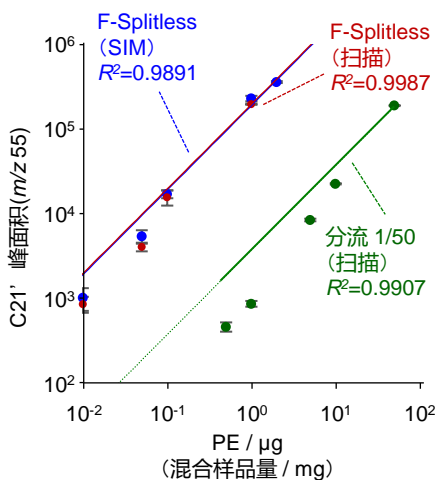


Fig. 1 各进样法、MS测定模式得到的校正曲线

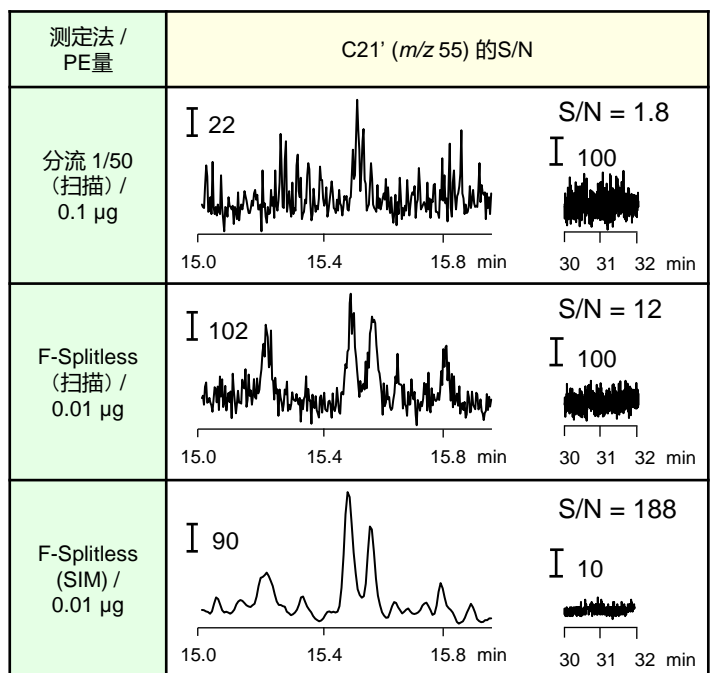


Fig. 2 各进样法、MS测定模式得到的S/N

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 %二甲基聚硅氧烷; L=2 m, i.d.=0.25 mm, df=1 µm), 主色谱柱: UA*-5 (5 %二苯基-95 %二甲基聚硅氧烷; 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), GC/MS接口温度: 300 °C, MS扫描范围 (扫描模式): m/z 29-550, Dwell time (SIM模式): 200 ms
载气流量: 分流进样法 总流量50 mL/min / F-Splitless进样法 总流量 30 mL/min

参考: 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

应用领域: 环境分析, 微量分析, 高分子分析

关联的技术笔记: PYA1-165C (Part 1), PYA1-156C, PYA1-157C, PYT-037C, PYT-038C

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