

热裂解GC/MS分析中 用Smart Pre-column连接时的反吹研究

[背景] 在热分解 (Py-)GC/MS分析中, 由于热分解生成的高沸点化合物会残留在分离柱中, 其烧除过程需要耗费较长时间是个问题。为了避免分离柱的污染, 理想的做法是防止高沸点化合物进入分离柱, 使用预柱或采用多功能无分流进样器 (MFS-2015E) 进行反吹(BF)是有效的方法。此外, 进行反吹后, 无需等待目标成分沸点更高的化合物群通过分析柱, 从而可以缩短分析时间。另一方面, 高沸点化合物也可以在没有固定相的预柱 (Smart Pre-column: SMC) 中被保持, 并且由于SMC没有固定相, 预计可以通过反吹快速排出高沸点化合物。因此, 本报告为了确认使用SMC进行反吹的实用性, 在将SMC连接到分离柱并使其保持高沸点化合物后, 进行了反吹并探讨了反吹对检测化合物峰面积重现性的影响。

[方法] 在测定中, 将多功能热裂解器 (EGA/PY-3030D) 直接连接到GC进样口, 并在进样口连接SMC, 然后依次连接MFS-2015E的分流器、分离柱 (UA5-30M-0.25F) 和检测器 (如图Fig.1 所示)。进样口使用作为填充料添加粒径为0.5 mm的 α -氧化铝的衬管。高密度聚乙烯 (HDPE) 取约0.3 mg置于样品杯LF中, 在600 °C下进行热裂解。分别进行没反吹的测定, 以及在测定开始后8分钟、10分钟、12分钟开始反吹的情况下的测定。

[结果] 将实施反吹后获得的热裂解图于Fig. 2 (a)~(c)。在未进行反吹的情况下, 高沸点化合物检测到C44; 在测定开始后8分钟开始进行反吹时, 检测到C25; 10分钟时检测到C30; 12分钟时检测到C36。在进行微塑料分析等主要针对高产量聚合物 (聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、聚氯乙烯、聚碳酸酯、聚甲基丙烯酸甲酯、聚对苯二甲酸乙二醇酯、尼龙6、尼龙66、丙烯酸-丁二烯-苯乙烯树脂、苯乙烯-丁二烯橡胶、聚氨酯) 分析时, 需确保检测到具有最迟保留时间的热裂解产物——苯乙烯三聚体, 同时缩短分析时间, 因此将最佳反吹开始时间确定为10分钟。为了研究反吹对重现性的影响, 添加了硬脂酸甲酯作为内标物 (ISTD) (如图Fig. 3所示), 并使用碳氢化合物 EIC (m/z 82) 中二烯和单烯峰的总面积与ISTD的 EIC (m/z 298) 峰面积的比值来进行评估。结果显示, 在C14~C29范围内的重现性 ($n=4$) 相对标准偏差低于2%, 确认了可以高精度地进行定量分析。

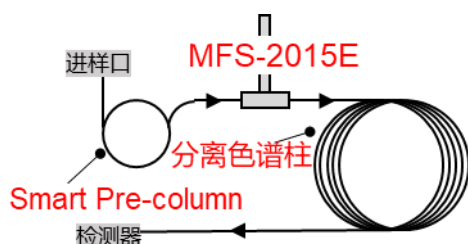


Fig. 1 Smart Pre-column、MFS-2015E分流器、分离色谱柱的连接构成

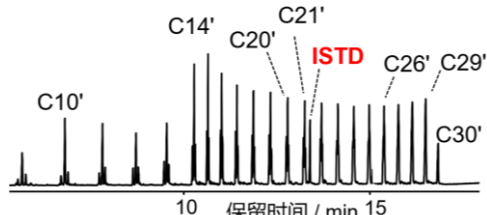


Fig. 3 ISTD添加的HDPE重现性测定中代表型热解图

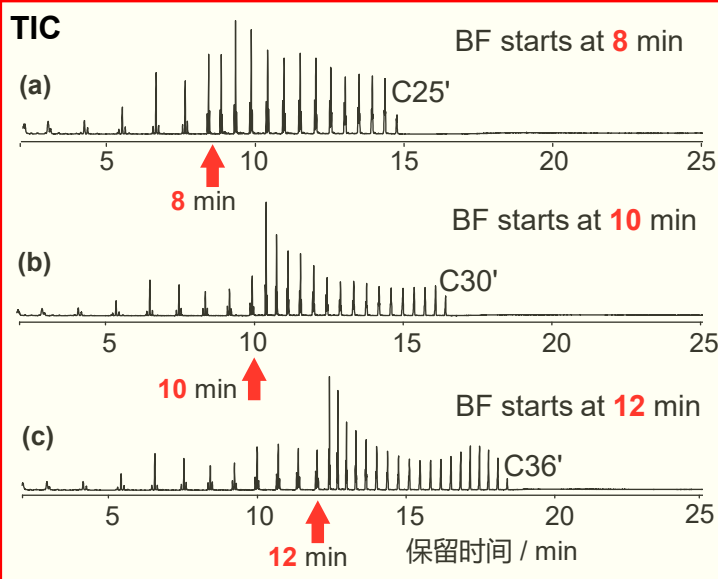


Fig. 2 HDPE的热解图 ((a) 反吹开始时间8分、(b) 反吹开始时间10分、(c) 反吹开始时间12分)

裂解炉温度: 600 °C, GC进样口温度: 300 °C, 分流比: 1/50,
进样口压力: Fig.2: 恒压 (75 kPa), Fig.3: 恒流,
GC柱箱温度: 40 (保持 2 min) - 350 °C (20 °C/min, 保持 12.5 min),
预柱 (Smart Pre-column): UADTM-2M (L=2.0 m, i.d.=0.25 mm),
分离柱: UA*-5 (5 % 二苯基 95 % 二甲基硅氧烷; L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.5 μ m),
MS扫描范围: m/z 29 - 600, 样品量: ca. 0.3 mg.

Keywords : Smart Pre-column, 反吹, 高沸点化合物

使用产品 : 多功能热裂解器, 自动进样器, 多功能无分流进样器, UADTM-2M, 样品杯LF, 免放空GC/MS适配器

应用领域 : 高分子材料分析

关联的技术笔记 :

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