

通过热脱附GC/MS成分分析煤焦油

Part 2: 热脱附(TD)-GC/MS分析

[背景] 在前篇 (PYA1-182C) 中, 我们对来自不同厂家的两种煤焦油样品进行释放气体分析(EGA)-MS, 并确定了热脱附(TD)-GC/MS的炉温为450°C。在本篇中, 我们对这些样品进行TD-GC/MS分析, 以确认各样品的成分是否存在差异。

[方法] 测定与前篇一样, 使用多功能热裂解器 (EGA/PY-3030D) 直接连接至GC/MS进样口的系统。将20 mg煤焦油样品溶解于1 mL甲苯中, 配制成浓度为0.02 mg/μL的样品溶液。取10 μL样品溶液置于样品杯中, 并加入10 μL浓度为0.1 μg/μL的三十烷(C₃₀)的己烷溶液作为内标 (IS), 然后将样品导入到450°C的加热炉中进行热脱附。热脱附后的成分经分离柱(UA1-30M-0.1F)分离, 通过免放空GC/MS适配器并由MS进行检测。

[结果] Fig.1所示各煤焦油样品的TD色谱图。检测到了多种芳烃, 例如萘和菲。此外, 样品A和样品B的比较证实, Table 1所示五种化合物的峰面积与内标峰面积比 (强度比) 存在显著差异。由上可知, TD-GC/MS 分析能够清晰地得到煤焦油成分的差异, 并且 TD-GC/MS 分析对成分分析是有效的。

Table 1 强度比*的比较

	Area / C ₃₀	结构式	样品A	样品B
1	喹啉	<chem>C1=CN2C=CC=CC2=C1</chem>	9 %	65 %
2	1-甲基萘	<chem>CC1=CC=C2C=CC=CC12</chem>	70 %	212 %
3	联苯	<chem>c1ccc(cc1)-c2ccccc2</chem>	26 %	78 %
4	蒽	<chem>C1=CC=C2C=CC=C3C=CC=CC123</chem>	34 %	113 %
5	二苯并呋喃	<chem>C1=CC=C2C=C3C=CC=C3OC2=C1</chem>	117 %	201 %

* 化合物对IS的峰面积比

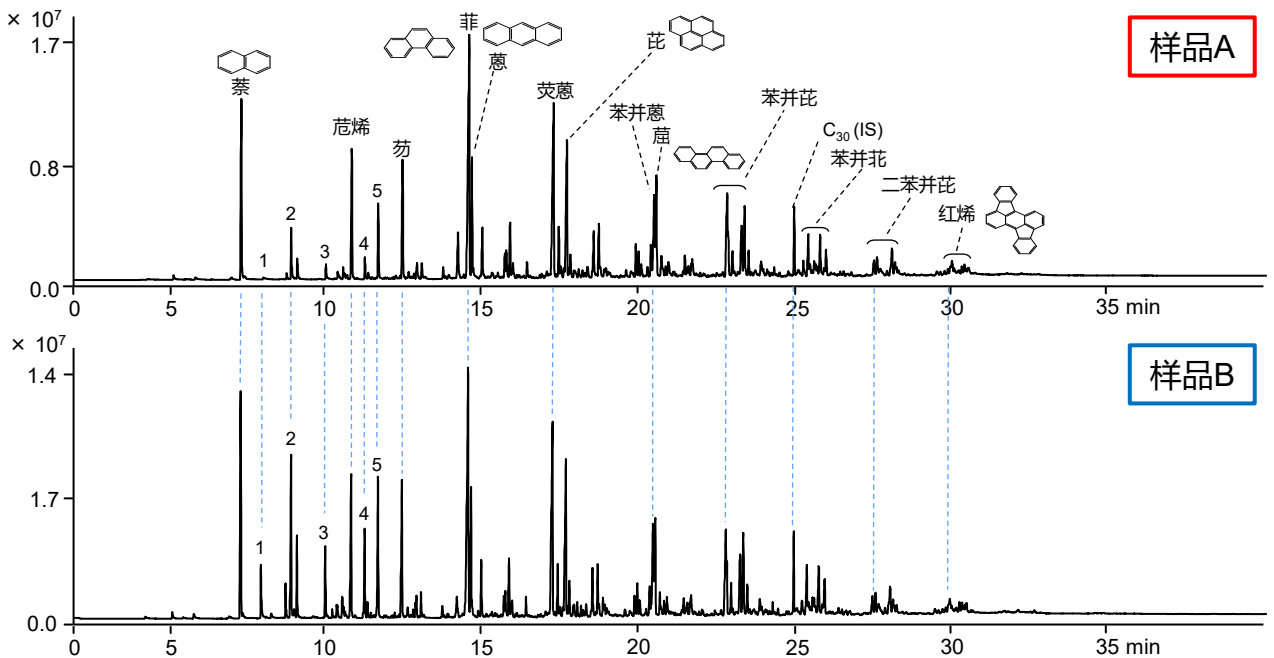


Fig. 1 来自不同厂家的两种不同煤焦油的TD色谱图

加热炉温度: 450 °C, GC 进样口温度: 300 °C, GC 柱箱温度: 40 °C (0 min) - 350 °C (10 °C/min, 保持 9 min), 分离色谱柱: UA⁺-1 (二甲基聚硅氧烷, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.1 μm), 柱流量: 1.0 mL/min, 分流比: 1/100, MS扫描范围: m/z 29 - 400, 样品量: 约 0.2 mg.

Keywords: 煤焦油, 成分分析, TD-GC/MS, 热脱附

使用产品: 多功能热裂解器, UA⁺-1, 样品杯LF, F-Search, 免放空GC/MS适配器

应用领域: 高分子分析

关联的技术笔记: PYA1-182C (Part1)

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