

GCMS 热裂解使用说明书

1、 基本原理

GCMS:

色谱原理：当多组分的混合样品进入色谱柱后，由于吸附剂对每个组分的吸附力不同，经过一定时间后，各组分在色谱柱中的运行速度也就不同。吸附力弱的组分容易被解吸下来，最先离开色谱柱进入检测器，而吸附力最强的组分最不容易被解吸下来，因此最后离开色谱柱。如此，各组分得以在色谱柱中彼此分离，顺序进入检测器中被检测、记录下来。

质谱原理：质谱分析是一种测量离子荷质比(电荷-质量比)的分析方法，其基本原理是使试样中各组分在离子源中发生电离，生成不同荷质比的带正电荷的离子，经加速电场的作用，形成离子束，进入质量分析器。在质量分析器中，再利用电场和磁场使发生相反的速度色散，将它们分别聚焦而得到质谱图，从而确定其质量。

二、 操作规程

1、 制样

- 1) **固体样品**：称取 0.1mg 样品至热裂解小坩埚中，插入铁丝，小炉进样前可放置于专用平台。
- 2) **液体样品**：取 0.1uL 样品至热裂解小坩埚中，插入铁丝，小炉进样前可放置于专用平台。

2、 GCMS 测试

1) Cryo-trap

Cryo-trap(微分冷阱)有助于热裂解后的样品聚集起来，便于分离，形成的峰形更明显，防止出现包峰的出现。

操作：将长管状的微分冷阱从空瓶中取出放入液氮瓶中。(若需要微分冷阱)

2) 仪器开机

- a. 将电脑旁的两台机器从左到右打开，连接设备与电脑。
- b. 打开热裂解软件 EGA,GCMS 软件 8890-5977。

3) 进样

- a. 将制备好的样品固定在进样注射器。
- b. 拧开后位于热裂解炉的进样口的盖子，将进样注射器拧紧固定在裂解炉的后进样口。

4) EGA-GCMS 测试软件操作（两步法）

- a. 打开热裂解软件 EGA 的界面，在 pyrolyzer 中设置所需的温度设定。
- b. 在 sampling 中勾选 TD 和 PY 的 cryo-trap(若需要微分冷阱)。
- c. 在 GCMS 软件 8890-5977 从待机模式在方法中选调出“傅老师裂解方法”（参数工程师设定），在样品名称中点击绿色箭头，保存文件,文件后缀为.D，例如张三样品-TD1.D。
- d. 在热裂解软件 EGA 中勾选 furnace 和 interface,热裂解炉开始升温至设置的起始温度。
- e. 温度稳定后，点击右侧的 Start,待 Cryo-trap 温度冷却至-176℃左右稳定后，会弹出 deposition 的弹窗，将位于裂解炉的后进样口上方的进样注射器推挤至下方，左旋扣紧，点击弹窗的 YES。
- f. 待 TD 阶段升温至设定温度，会有弹窗提醒将进样器重新提起，提起后点击确定，GCMS 软件 8890-5977 开始分析，时间为 23min，同时热解炉第二 PY 阶段升温至指定温度。
- g. GCMS 软件 8890-5977 分析结束后，在样品名称中点击绿色箭头，保存文件,文件后缀为.D，例如张三样品-PY1.D。
- h. 在热裂解软件 EGA 界面会弹出弹窗提醒将进样注射器重新推挤至下方进行热解，然后确定后 GCMS 软件 8890-5977 开始分析，时间为 23min，同时炉体开始降温。

3、关机

- 1 测试结束后，将 cryo-trap 放置原处，将 GCMS 软件 8890-5977 方法调至为“待机”

方法;

- 2 关闭热裂解软件 EGA，并从右到左关闭电脑旁的两台机器
- 3 取出裂解炉的后进样口上方的进样注射器，放回原位，高温火焰清理小坩埚。
- 4 气相色谱和质谱仪不关机，氦气不用关