

Application News

No. G301

气相色谱法

利用 GC 反吹系统快速分析低分子量环硅氧烷

有机硅具有良好的耐热性、耐化学性、低毒性等，可广泛用于电机和电子产品。此类有机硅产品中含有的低分子量环硅氧烷，会导致传导断层断层的故障。环硅氧烷是指由 3 个或 3 个以上的硅氧烷键合而成的化合物，以 D_n (n 为硅氧烷的键合数) 表示。低分子量环硅氧烷多指由 3 个 (D3) ~10 个 (D10) 键合而成的硅氧烷，D3 ~ D10 的总质量可作为其性能指标。

气相经常用于分析低分子量环硅氧烷，但 GC 方法有其自身的弊端。有机硅产品的提取物中含有很多高沸点成分，因此为了将高沸点成分从柱中排出，需要长时间高温烘烤，从而延长分析时间。此外，如果高沸点成分未充分除掉，则可能导致在下次分析中检测出残留物。

因此，本应用报告介绍能够快速分析低分子量环状硅氧烷的 GC 反吹系统。

A. Miyamoto, S. Uchiyama

GC 反吹系统

GC 反吹系统可以在检测对象成分出峰后，使载气回流，让高沸点成分从分流出口排出 (图 1)。

将反吹元件和阻尼管连接到色谱柱检测器端，用先进压力控制器 (APC) 控制柱子检测器端的压力。

使用反吹功能时，在分析目标组分时进行常规分析，目标组分出峰后升高反吹元件的压力，同时降低进样口压力，由此逆转常规分析时的压力差。反吹系统可以除去柱中的高沸点成分，因此能够防止柱子和检测器受到污染，并大幅缩短分析时间。

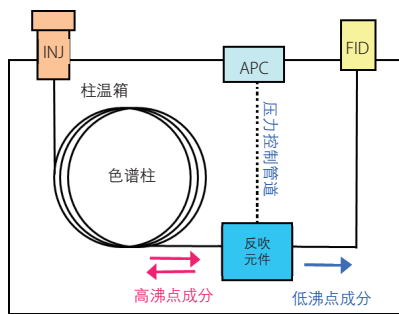


图 1 GC 反吹系统

前处理和分析方法

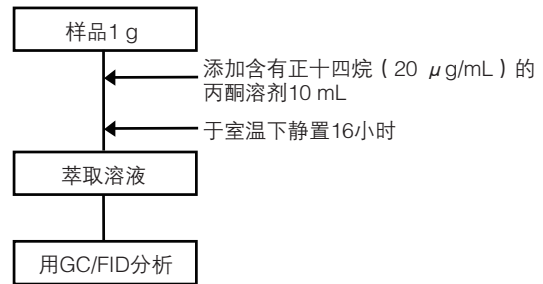


图 2 有机硅产品的前处理方法

向 1 g 有机硅样品添加内标物质—含正十四烷 (20 μg/mL) 的丙酮 10 mL，于室温下静置 16 小时后萃取，将萃取物注入 GC 中。

色谱柱使用 SH-Rxi™-5 Sil MS (30 m, 0.25 mm I.D., 0.25 μm)，通过 GC/FID 分析了有机硅产品的萃取溶液。常规测定条件如表 1 所示，使用 GC 反吹系统时的测定条件如表 2 所示。

表 1 常规测定条件 (未使用反吹时)

Model	: Nexis™ GC-2030 AF/AOC-20i	Total : 70.93 min
Column	: SH-Rxi™-5 Sil MS (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.25 μm)	
Column Temp.	: 60 °C (0 min) - 25 °C/min - 250 °C (0 min) - 15 °C/min - 300 °C (60 min)	
Injection Temp.	: 300 °C	
Carrier Gas	: He, 40 cm/sec	
Injection Method	: Split 1 : 15	
Carrier Gas Controller	: constant linear velocity mode (He)	
Injection Volume	: 1.0 μL	
Detector	: FID	
Detector Temp.	: 320 °C	

表 2 使用反吹时的测定条件

Model	: Nexis™ GC-2030 AF/AOC-20i	Total : 11.93 min
Column	: SH-Rxi™-5 Sil MS (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.25 μm)	
Column Temp.	: 60 °C (0 min) - 25 °C/min - 250 °C (0 min) - 15 °C/min - 300 °C (1 min)	
Injection Temp.	: 300 °C	
Carrier Gas	: He, 40 cm/sec	
Injection Method	: Split 1 : 15	
Carrier Gas Controller	: constant linear velocity mode (He)	
Injection Pressure	: 233.3 kPa (8 min) - 20 kPa	
APC Pressure	: 100 kPa (8 min) - 225 kPa	
Injection Volume	: 1.0 μL	
Detector	: FID	
Detector Temp.	: 320 °C	

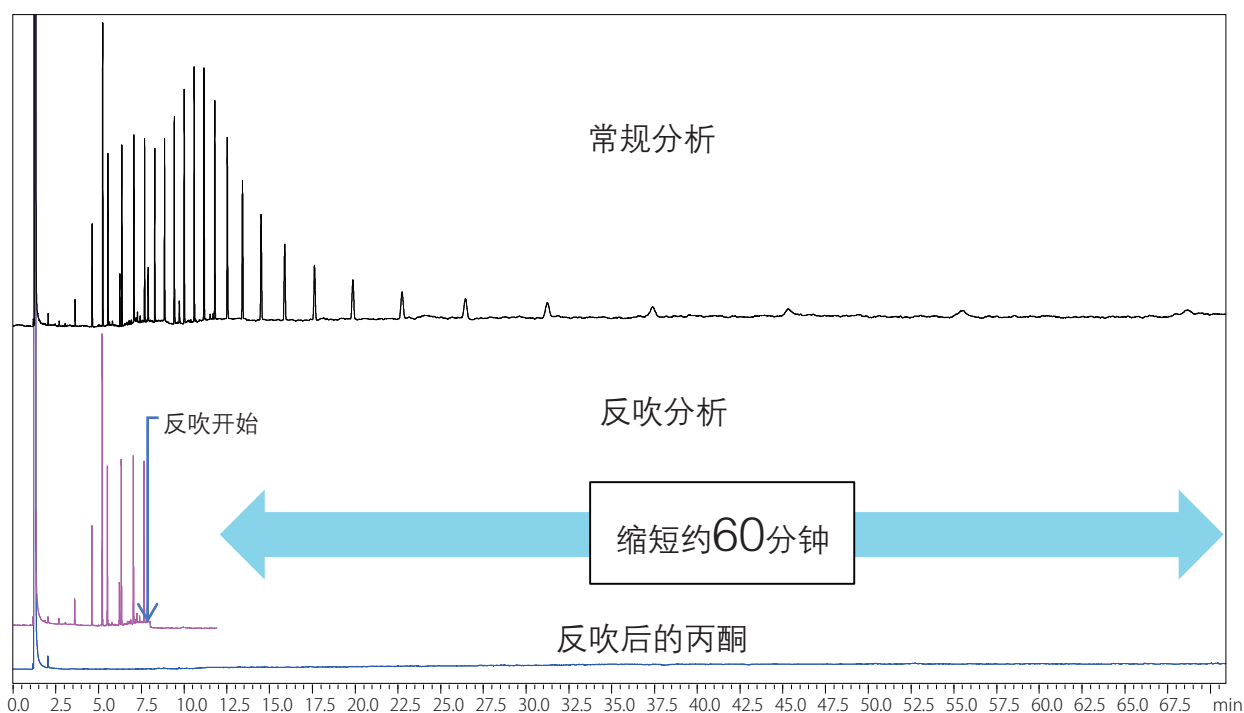


图 3 GC/FID 的色谱图比较

■ 环硅氧烷的分析结果

分析有机硅产品的萃取溶液，对常规分析与在 D10 出峰后进行反吹的情况进行了比较。两个色谱图的重叠对照图如图 3 所示。在常规分析中，未去除高沸点硅氧烷，此时需要让柱子在 300 °C 的高温下保持 60 分钟，分析该样本总共需要约 71 分钟的时间。

从 D10 出峰 8 分钟后开始进行 4 分钟的反吹，通过除去高沸点成分，能将 71 分钟的分析时间缩短为 12 分钟，使分析时间大幅缩短 60 分钟。

此外，在反吹后进行丙酮溶剂的分析中也未检测出丙酮以外的峰，由此表明通过反吹能够高效地除去高沸点成分。

■ 低分子量环硅氧烷重现性

使用反吹时的放大色谱图如图 4 所示。低分子量环硅氧烷以及十四烷峰面积值的 %RSD (n = 5) 如表 3 所示。各峰面积的 %RSD 均低于 1%，重现性良好。

综上所述，通过使用 GC 反吹系统，能够大幅缩短低分子量环硅氧烷的分析时间，并使生产率提高了约 6 倍。

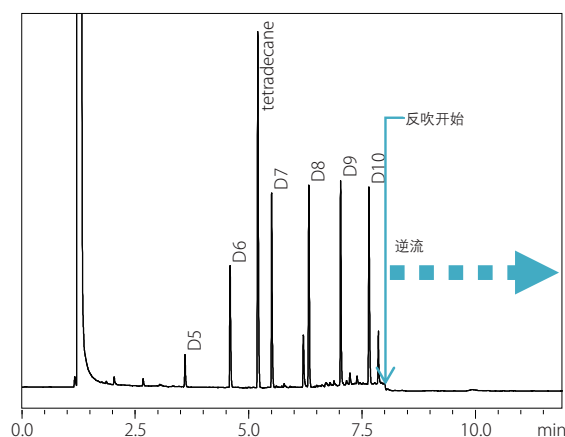


图 4 使用反吹时的放大色谱图

表 3 峰面积的重现性 %RSD (n = 5)

Compounds	使用反吹时的 %RSD Peak area	未使用反吹时的 %RSD Peak area
D5	0.47	0.99
D6	0.48	0.87
tetradecane	0.33	0.63
D7	0.49	0.57
D8	0.48	0.59
D9	0.39	0.53
D10	0.48	0.62

Nexis 是岛津制作所株式会社的商标。
Rxi 是 Restek Corporation 的注册商标。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2018 年 3 月