



热萃取热脱附-气质联用 TED-GC-MS

TED-GC-MS 微塑料分析

- 适用于饮用水、饮料和环境样品
- 定量聚合物的质量浓度、样品量具有代表性
- 消除高沸点残留物、系统更稳定



用于微塑料分析的 GERSTEL TED-GC-MS 系统

GERSTEL 的热萃取热脱附 TED-GC-MS 系统可以对环境样品中的微量塑料进行全自动测定,如饮用水、饮料、环境水、土壤、沉积物和堆肥等。

运用经典热重分析(TGA)形式的热裂解,结合浓缩步骤和使用 GC-MS 确定热分解产物,代表了最新的微塑料检测方法。该技术可通过化学分析间接表征微塑料,从而提供定性和定量结果,即可以获得微塑料的质量浓度。

TED-GC-MS 法是相对于常规光谱法而言,工作强度较低的一种检测技术,该方法由德国联邦材料研究和测试研究所(BAM)发明。BAM 是联邦科学技术高级机构,负责测试、研究并建议保护人员、环境和物质财产。

在与 BAM 的合作中,GERTEL 开发了获得专利的 TAU 接口,使整个分析过程自动化。TED-GC-MS 系统使用吸附相(如 GERSTEL Twister®),将其放置在 TGA 的气体出口处,以捕集和浓缩气态的热裂解产物。然后,自动进样器将吸附了分析物的 Twister 转移到热脱附 TD-GC-MS 系统中进行分析,使分析人员可以确定原始样品中存在的痕量聚合物料。完整的分析周期通常只需要2个小时。

使用 TGA 技术,可以的样品量比与传统的 Py-GC-MS 技术多达2000倍的样品量,从而获得更具代表性的分析结果,同时保持 GC-MS 系统的清洁。

TED-GC-MS 系统中使用的专利 TAU 接口可确保非挥发性残留物永远不会进入分析系统,并且仅需要极少的样品制备过程,例如干燥和均化样品。



1 TGA 热重分析

带有专用自动进样器的热重分析仪,可分析高达34个样品

2 专利的 TAU 接口

由 BAM 和 GERSTEL 合作开发的专利接口,用于从 TGA 气体 出口处捕集并浓缩挥发性化合物,并使用 MPS 自动在 TGA 和 TDU 之间转移,实现热脱附进样。

3 分析化合物的捕集和浓缩

热脱附单元,用于捕集和浓缩从 TGA 吹扫气体中释放的热裂解产物,并将其收集到 PDMS 吸附剂上(如 GERSTEL Twister®)

4 热脱附进样

用于 PDMS Twister 的热解析,大体积冷进样口(CIS)用于分析物的聚焦、二次热脱附并将其转移到 GC-MS 上

5 GC-MS 系统

用于定性和定量测定聚合物的挥发性热裂解产物和释放的 添加剂

6 多功能进样器 MPS

在集成的 GERSTEL MAESTRO 软件控制下,MPS 可以将装有 Twister 的热脱附管在 TGA 和 GC-MS 系统之间自动转移,完成样品收集和热脱附进样的分析步骤



TED-GC-MS 的功能和优点

- 全自动系统,包括可选的 TGA 自动进样器和 GC-MS 自动进样器 MPS
- 测定聚合物及其热裂解产物的两步法:
 - 1. 使用 TGA 中的程序升温热裂解样品,通过吸附相捕 集和浓缩分析物
 - 2. 对吸附相进行 TD-GC-MS 分析
- 通过吸附相的富集可以测定痕量聚合物
- 基于化学分析的测定可以获得定性和定量结果
- 无需额外样品制备即可对空气和水过滤样品进行分析
- 适用于测定环境样品中的微塑料:
 - 水过滤样品
 - 土壤和沉淀物
 - 堆肥
- BAM 可供应参照样品

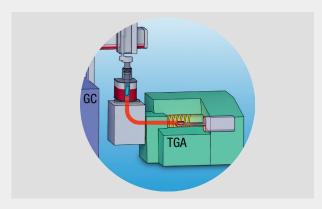
https://webshop.bam.de/webshop_en.html

- 用于聚合物表征:
 - 初级微塑料和次级微塑料
 - 热塑性塑料, 热固性塑料和弹性体
 - 木质塑料复合材料(WPC)的分级表征
- 与 Py-GC-MS 相比, TED-GC-MS具有明显的优势:
 - 更大、更具代表性且更易于处理的样品量(最大100 mg)
 - 可在不锈钢过滤坩埚中过滤高达10 L的水或饮料样品,并 直接分析残留物
 - TGA 专利界面,避免高沸点和非挥发性的热裂解产物直接进入 GC-MS 系统,实现了最佳的 GC-MS 系统稳定性
 - 在氧气环境及高温下实现高效的 TGA 炉净化
 - 在 TGA 过程中跟踪样品重量

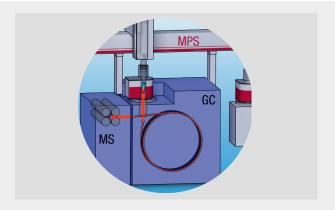
- 样品的均一性高, 重复测量样品所得到的标准偏差小
- 与 Py-GC-MS 相比, TGA 炉子的加热速度较慢, 并通过载气不断吹出热裂解分解产物, 因此消除了二次热裂解的副反应, 可获得更干净、更有用的色谱图

ChromIdent® PYRO 热裂解分析软件

- ChromIdent 软件可使用基于峰值列表的新型数据库,从分解产物的组合中准确识别复杂样品中的聚合物材料
 - 数据库中包含>100多种常见聚合物的图谱数据
 - 用户生成的数据可以添加到数据库中
 - 对于不同的目标混合物,ChromIdent 软件可帮助进 行标记物的识别
 - 从空白基质中添加数据可以进一步提高标记物搜索结果的准确性



MPS 将装有 PDMS Twister 的热脱附管放置到与 TGA 同步运行的 TAU 接口。从样品中散发的挥发性有机化合物和在 TGA 热重分析中形成的热裂解分解产物从熔炉区域被吹扫至热脱附管,并被捕集和浓缩在 Twister 上。



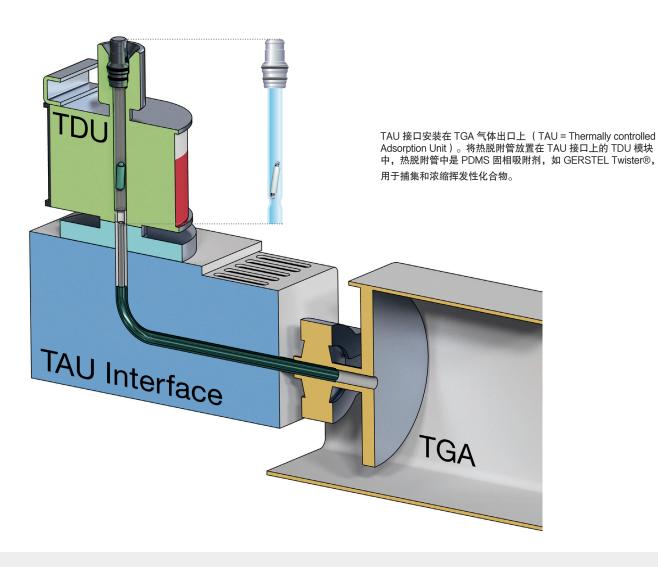
经过 TGA 热重分析后,MPS 抓取热脱附管,并将其转移到第二个热脱附单元进行热脱附进样。分析物被释放到低温冷阱 CIS 上进行冷聚焦,然后快速升温将其转移到 GC 色谱柱上。

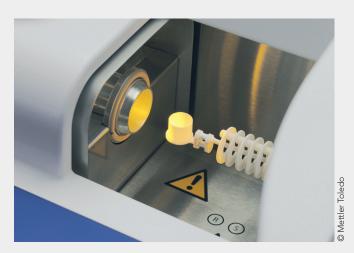


独特的 TAU 接口

由 BAM 与 GERSTEL 合作开发的专利 TAU 接口安装在TGA 气体出口上。TGA 热裂解过程中释放出的气体被转移到位于 TAU 接口上的热脱附单元 TDU 内部的吸附材料中。

界面保持在适当的温度下,有助于通过冷凝消除吹扫 气体中的高沸点分解产物。复杂的残留物永远不会到 达 GC-MS 系统,从而确保了系统稳定性,低背景信 号以及最佳的正常运行时间和生产率。





TGA 炉,样品坩埚放在样品支架上,在两次分析之间缩回。在 GC-MS 运行期间,对 TGA 炉进行烘烤和老化,以确保其清洁并准备进行以下分析。





两步法自动分析微塑料

将 TGA 的热裂解过程与捕集浓缩过程相结合,然后通过单独的 GC-MS 步骤分析被捕集的挥发性热裂解化合物。 该过程可以通过提供定性和定量的化学分析结果间接测定微塑料,从而实现对聚合物质量浓度的计算。

放置在 TGA 炉出气口的基于吸附材料的收集装置负责捕集和浓缩挥发性聚合物分解产物。 非挥发性残

留物被滞留在 TAU 接口,防止其到达并污染 GC-MS 系统。 然后自动进样器将加载的捕集装置转移 到热脱附 TD-GC-MS 系统进行分析。

分析人员能够通过此方法确定样品中存在的聚合物 材料,甚至是痕量浓度。 分析周期时间通常为仅仅 为2小时。

第一步: 热萃取 TGA +捕集浓缩 Twister

放置样品

将干燥的样品放入 TGA 坩埚中: 可直接分析沉积物和土壤等代表性 样品、 使用过滤坩埚可以过滤和 分析高达10 L的水或饮料样品



300°C - 600°C

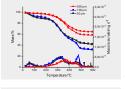
TGA 热裂解

环境样品在 TGA 炉中进行热萃取, 微塑料中的挥发性分解产物被捕集 和浓缩在吸附相上,如 GERSTEL PDMS Twister

TGA 分析曲线

BAM

可监测样品的重量损失与温度的关 系曲线,验证样品干燥度或检查复 制样品是否具有相同的曲线,以作 为样品均匀性的指标





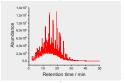
TDU 热脱附管

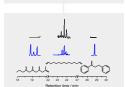
加载了分析物的 PDMS Twister 被转移到 TD-GC-MS 系统进行下一步分析

第二部:热脱附 TD-GC-MS 分析

热脱附气质联用 TD-GC-MS

对 PDMS Twister 进行热脱附, 随后引入GC-MS 进行分析





确定标记化合物

使用 ChromIdent® 热裂解分析软件根据数据库中的色谱图,准确识别各种聚合物的典型标记化合物

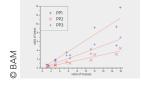
确认聚合物种类

样品中的聚合物根据标记化合 物进行鉴定和量化,并显示其 颗粒大小的分布



定量聚合物质量浓度

使用标记化合物的浓度计算样品 中聚合物的量



饮用水和饮料中的微塑料分析

■ 过滤坩埚可直接对高达10 L的水样过滤残留物进行 TED-GC-MS 分析

- 材料: 不锈钢, 耐热至600℃

- 孔径: 5 μm - 体积: 500 μL

- 过滤器尺寸适合直接用于 TED-GC-MS, 过滤坩 埚适用于过滤具有低基质的水性样品,例如水、饮 用水或饮料
- 过滤器可以直接使用:在过滤过程和干燥步骤之后,将坩埚直接放置在 TED-GC-MS 中进行分析。坩埚可重复使用。

■ 文献:

U. Braun, K. Altmann, C. Bannick et al. (2021) Smart filters for the analysis of microplastic in beverages filled in plastic bottles, Food Additives & Contaminants: Part A, 38:4, 691–700,

DOI:10.1080/19440049.2021.1889042



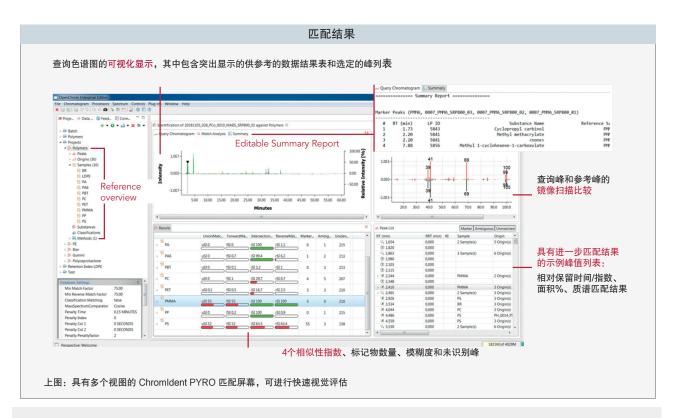
Copyright GKD Gebr. Kufferath AG

GERSTEL CHROMIDENT® PYRO 热裂解分析软件

清晰了解复杂样本中的聚合物成分

GERSTEL ChromIdent® PYRO 热裂解分析软件支持快速搜索和对比数据库中的色谱图,此数据库是基于峰列表的数据库,能够可靠的匹配聚合物种类以及鉴定样品中存在的聚合物混合物。 通过使用特定的标记峰和基于峰值列表查询的相似性指数,可以准确可靠地识别聚合物。提供超过100多种聚合物数据库,客户可以根据需要自行建立数据库。

即使对于复杂的样品,也不需要使用与样品基质类似的标准品或参考色谱图来获得正确的答案。通过使用基于峰列表查询的特定标记和相似性指数,软件可以可靠、准确地识别聚合物。适合分析通过 TED-GC-MS 法测定的环境样品中微塑料的热裂解产物。



聚合物、共聚物、生物聚合物以及车辆轮胎橡胶等混合物的热解图包含在随软件提供的 ChromIdent PYRO 数据库中。 该数据库包含许多聚合物的多个重复测量结果,从而提高了准确性和可靠性。

可以执行多种不同的操作,以实现化合物的识别和上下文分配。数据库可以通过 TED-GC-MS 数据或 Py-GC-MS 数据不断被扩充。 ChromIdent PYRO 亦可分析一系列不同仪器供应商的 MS 数据格式。



在处理过程中,软件执行不同的操作以实现样品中成分的确定和分类,例如聚合物或共聚物。

颜色编码的匹配质量指示提供了对结果一目了然的概述。 根据需要,可以将单个峰信息与数据库中的信息一起显示在镜像视图中,以便进行简单可靠的直接视觉比较。







同行评审的期刊论文

由 BAM 科学家基于 TED-GC-MS 出版 这些包括聚合物表征以及测定 饮用水、饮料和环境中的微塑料 样品范围从水过滤部分到土壤、淤泥和沉淀堆肥



满足您更多的需要

GERSTEL 可根据您的需求提供集成的 GC/GC-MS 和 LC/LC-MS 的样品制备解决方案。我们经过验证的解决方案基于市场领先的色谱仪器与 GERSTEL 样品制备技术的智能组合,并通过集成的软件控制。GERSTEL 经验丰富且积极进取团队为您提供全面的技术和应用支持。 如需更多信息,请联系您当地的销售代表。

提供终身服务

由经过全面培训的技术人员进行安装和培训

安装后,您的系统将接受测试,我们的工程师会帮助用户悉度系统和软件熟,以确保用户可以操作系统并得到可靠的分析结果,并且可选择执行安装认证(IQ)以符合法规要求。

培训课程

我们的应用专家开发了一系列培训课程,传授实用技能。 除了知识之外,还可以上机操作,获得对实际工作有用的技能。

GERSTEL 系统和解决方案是在经过认证的质量 体系下开发、生产和分销的,以满足严格的 ISO 001:2015 质量标准。 在仪器或样品制备解决方案投 入运行之前,会对其进行技术和应用功能测试,以确 保其可靠地按照规范运行。

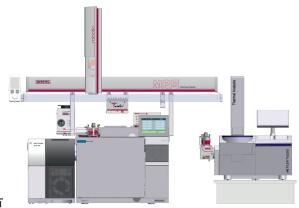
我们的售后服务

对我们的支持包括客户需求的各个方面:我们提供全面的专业建议、可靠的交付和全面的培训。每当出现技术问题时,我们都会迅速做出响应并采用最新的支持和通信技术,以确保无论我们的客户位于世界何处,都能以最快的速度解决问题。

GERSTEL 在全球80多个国家设有代表处,在其他地区,我们有经过培训和认证的经销商网络提供及时、高质量的支持。全球领先的实验室都依赖GERSTEL 的解决方案。



TED-GC-MS 彩页



GERSTEL

MAKING LABS WORK 哲斯泰(上海)贸易有限公司 上海市金海路1000号56幢206室

电话: 021-50719398 邮箱: china@gerstel.com



Subject to change. GERSTEL®, GRAPHPACK®, TWISTER® and TWICESTER® are registered trademarks of GERSTEL GmbH & Co. KG. Copyright by GERSTEL GmbH & Co. KG. Agilent® is a registered trademark of Agilent Technologies, Inc.





