

## 通过热脱附气相色谱(TD-GC)法分析高分子材料中的挥发性添加剂时的注意点

**[背景]** BHT等的挥发性的高分子材料用添加剂的定量分析中，它们接近室温的温度中由材料表面的挥发成分会将定量精度降低。在这里通过TD-GC法定量分析PE中的BHT，并讨论挥发成分对定量分析的影响程度和关于它的对策。

**[方法]** 约含500 ppm浓度BHT的PE样品3 mg，削切法1: 将样品切成0.5 mm<sup>3</sup>的大小的小片约20片，削切法2: 为切成1x1x3 mm的小片，再采样到样品杯，通过TD-GC测定得到的定量值进行比较。讨论样品进行削切后测定开始间经过时间对定量结果的影响。

**[结果]** TD-GC法得到的色谱图如图Fig. 1所示。在这里BHT的定量值和反复测定5次的重现性(RSD值)为，削切法1所得到的定量值为456 ppm (RSD=5.3 %)，削切法2为510 ppm (RSD=2.5 %)。由这结果可知，用削切法2得的样品由于表面为削切法1的样品表面积的1/3左右，因此再进行削切步骤时，由样品表面挥发的BHT得到抑制。样品削切至测定开始间的时间影响已检查，结果为如图Fig. 2所示。经过时间较长时，BHT的定量值减少，减少值所对应为1个小时后约8 %，3小时后约减少13 %。从这结果可知，温度接近室温时，样品表面分布的BHT将会挥发。另外时间经过3小时以上是，峰面积几乎为一定，可认为分布在样品中心的BHT，在室温情况下不会扩散到表面。由这结果可知，通过TD-GC法进行高分子材料中BHT等挥发性成分的定量分析中，为了减少室温时样品表面的挥发影响，尽可能的让样品表面小点，并且削切后尽可能快速测定样品也是关键。

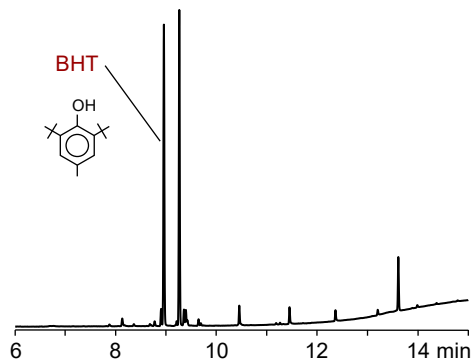


Fig. 1 PE样品的热脱附成分的色谱图

热裂解温度: 100 – 200 °C (20 °C/min, 3 min保持)  
柱流量: 1 mL/min, 分流比: 1/50  
GC柱箱温度: 40 – 320 °C (20 °C/min)  
样品量: 约 3 mg, 样品预处理: 削切法2, 检测器: FID  
分离色谱柱: Ultra ALLOY-5  
(5 %二苯基95 %二甲基聚硅氧烷, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm)

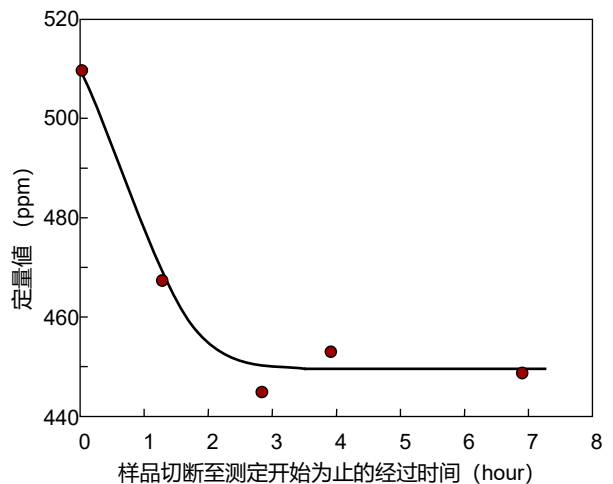


Fig. 2 样品采样时切断至测定为止的经过时间对BHT定量值的影响  
分析条件与Fig. 1相同

**Keywords :** 添加剂, 热脱附, BHT, 抗氧化剂, 聚乙烯

**使用产品 :** 多功能热裂解器, 自动进样器, GC/MS免放空接口, UA-5

**应用领域 :** 高分子分析

**关联的技术笔记 :** [PYA1-055C](#)

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](http://www.frontier-lab.com/cn)