

# 用热脱附GC/MS法对聚氯乙烯中的管制对象邻苯二甲酸酯的定量法

## Part 1: 通过EGA讨论热脱附温度范围

**【背景】** 邻苯二甲酸酯作为塑料的增塑剂广泛使用，关于儿童玩具和婴幼儿用品，在欧美对表1中所示的6种邻苯二甲酸酯的使用进行了管制。日本也同样，2010年9月6日，根据厚生劳动省公告第336号，将从以前的2种扩展到6种类型，邻苯二甲酸酯的分析也变得越来越重要。目前所使用的邻苯二甲酸酯的分析方法需要溶剂萃取等复杂的预处理，因此我们提出了更简易的热脱附 (TD) -GC/MS方法<sup>1)</sup>。然而，聚氯乙烯中所含的百分之几十的增塑剂于百分之几的邻苯二甲酸酯的保留时间重叠时，则会引起基质效应对定量分析的影响。因此在本报告中，为了减少基质效应在定量分析中的影响，讨论绝对校正曲线法和标准添加法的哪个更适合，使用释放气体分析EGA-MS确定了最佳的热脱附温度范围<sup>2)</sup>。

**【方法】** 样品是PVC片材(PVC-DINCH)、Fig. 1所示，其包含40%的DINCH作为增塑剂，以及6种管制对象的邻苯二甲酸酯类各0.1%。从这个PVC片材的多个位置切下约20 mg的小片，溶解在1 mL的THF (20 mg/mL) 中。采取这个溶液10 μL到样品杯，并通过溶剂流延法制成0.2 mg薄膜，使用多功能热裂解器EGA/PY-3030D，进行EGA测定。

**【结果】** Fig. 2中所示，PVC片材的EGA热分析图，源自增塑剂的峰，PVC热裂解所产生的氯化氢的峰，以及由于PVC的脱氯化氢而产生的芳香烃化合物由来的多烯结构的热裂解峰。其中，由DINCH，氯化氢的特征离子以及与邻苯二甲酸酯共通离子的质谱片段图得知定量分析时热脱附的最佳温度范围为100至320 °C。

(技术报告PYA1-069C中展示，使用TD-GC/MS法对该PVC样品中的邻苯二甲酸酯进行定量方法的研究。)

Table1. 管制对象的邻苯二甲酸酯类  
( Directive 2005/84/EC 上限标准为0.1 %)

邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯 (DEHP)
邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)
邻苯二甲酸丁基苄基酯 (BBP)
邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP)
邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)
邻苯二甲酸二正辛酯 (DNOP)

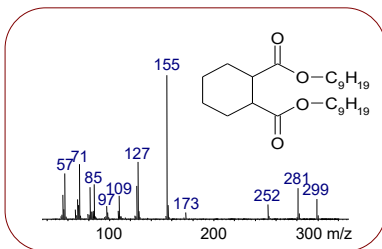
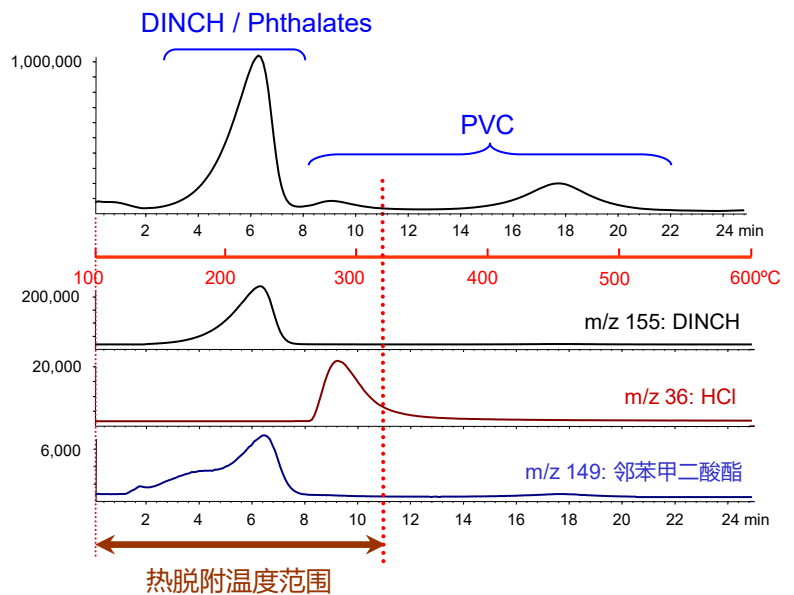


Fig. 1. DINCH的结构和质谱图

DINCH: 1,2-Cyclohexane dicarboxylic acid di-isononyl ester

参考 1) T. Yuzawa, et al., *Anal. Sci.* **25** (2009), 1057  
2) 小田桐等, 日本分析化学会第59年会(2010), G2004



TD: 100 - 320 °C (20 °C/min, 5 min保持)

Fig. 2. PVC样品的EGA热分析图和质谱片段图

热裂解炉: 100 - 600 °C (20 °C/min), GC柱箱温度: 300 °C  
EGA管: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm)  
柱流量: 1 mL/min He, 分流比: 1/20, 进样口温度: 320 °C

**Keywords :** 管制对象邻苯二甲酸酯, 塑料儿童玩具, 热脱附温度, EGA, 热分析图, PVC

**使用产品 :** 多功能热裂解器, GC/MS免放空接口, 惰性化金属毛细管柱

**应用领域 :** 管制对象邻苯二甲酸酯, 增塑剂

**关联的技术笔记 :** [PYA1-063](#), [PYA1-064](#), [PYA1-069](#)

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)