

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 2: 绝对校正曲线法和标准添加法的讨论

[背景] 用在PYA1-068C中所决定的热脱附温度，样品中包含大量增塑剂时的邻苯二甲酸酯的分析，为了减少基质效应，使用绝对校正曲线法和标准添加法进行研究讨论。

[方法] 热脱附 (TD) -GC/MS测量系统是由多功能热裂解器EGA/PY-3030D连接到GC/MS的分流/不分流进样口而构成的。样品 (PVC-DINCH) 的制备法，用在PYA1-068C所示的溶液流延法制0.2 mg的薄膜用以测量。热脱附温度为100至320 °C。为了进行定量分析，制备含6种邻苯二甲酸酯各0.1 %的标准溶液 (Ph-Mix)，并根据每种特征离子和共通离子 (m/z 149) 的保留时间来进行鉴定。通过每个离子的峰面积计算来得到定量值。

[结果] 如图1所示，DINCH对于DBP, BBP和DEHP的峰形没有影响，并且两种定量分析方法均获得相似的结果。但是，对于DNOP, DINP和DIDP，在保留时间10到12分钟与DINCH的主峰重叠，受DINCH很明显的影响。特别是，DNOP与Ph-Mix的DNOP峰相比较，保留时间延迟，峰高也减半，而且 m/z :149的峰高也减到原来的40 %。这个结果与表2所示的，使用绝对校正曲线法时，由于DINCH的基质效应，DNOP, DINP, DIDP的含量与真实的0.1 %相差甚远。另一方面，当使用标准添加法时，这些含量接近真实的0.1 %。从以上结果可知，在使用TD-GC/MS分析聚氯乙烯中的管制对象邻苯二甲酸酯时，考虑到增塑剂百分之几十的浓度引起基质效应的影响，显然使用标准添加法是合适的。

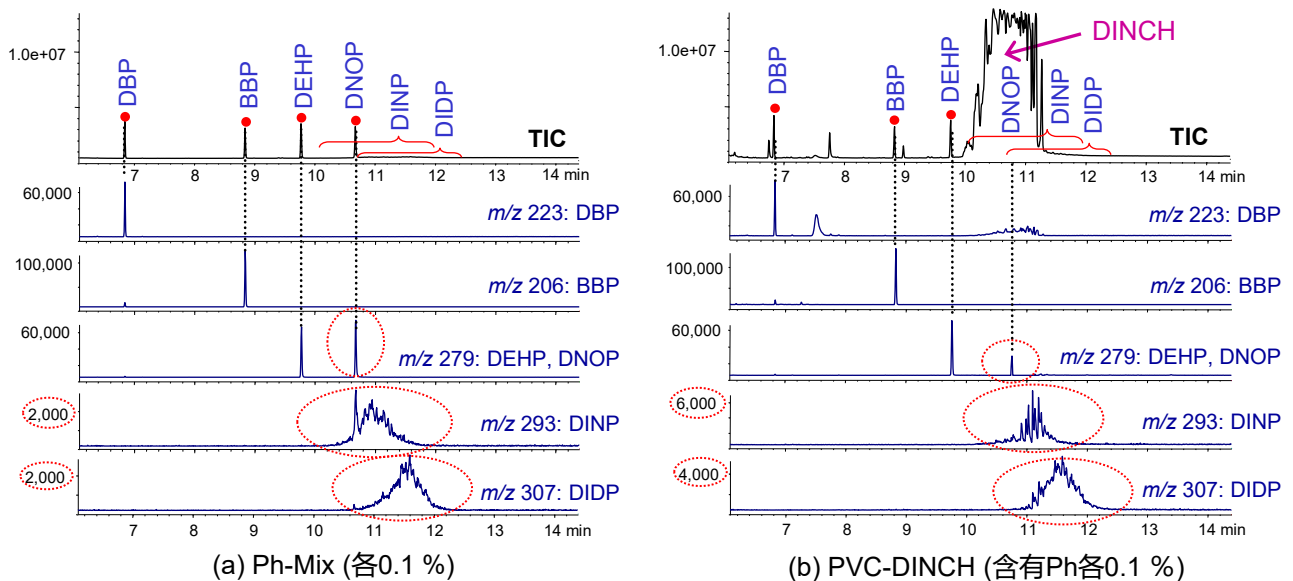


Fig. 1. 各样品中的TD色谱图和DINCH干扰各邻苯二甲酸酯的影响 (TD: 100 - 320 °C (20 °C/min, 5 min保持))

Table 2. 使用绝对校正法和标准添加法定量分析PVC-DINCH中各邻苯二甲酸酯的峰面积的定量值和重现性

邻苯二甲酸酯: 各0.1 %		DBP	BBP	DEHP	DNOP	DINP	DIDP
RSD (%) (n=5)		0.79	0.85	0.69	1.59	1.59	0.98
定量值 (%)	绝对校正法	0.122	0.117	0.121	0.029	0.126	0.193
	标准添加法	0.115	0.093	0.096	0.098	0.103	0.088

Keywords : 管制对象邻苯二甲酸酯, 增塑剂, 绝对校正法, 标准添加法, 热脱附, 塑料儿童玩具

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 : 管制对象邻苯二甲酸酯, 增塑剂

关联的技术笔记 : [PYA1-063C](#), [PYA1-064C](#), [PYA1-068](#)

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