

通过中心切割EGA-GC/MS法分析矿物油中的界面活性剂

[背景] 矿物油是作为润滑剂和化妆品的原材料而广泛使用，根据使用目的进行修改，将添加各种界面活性剂为首的添加剂。作为分析这些添加剂的方法，GC/MS因为简便而广泛使用，因为矿物油是由多种烃类构成的混合物，由于它们的干扰经常无法确认作为分析目标的添加剂成分。在本报告中介绍，用热裂解装置通过中心切割EGA-GC/MS法，尽量抑制矿物油成分进入分离色谱柱干扰，分析矿物油中的界面活性剂的方法¹⁾。

[方法] 测定样品是，用作为界面活性剂的含500 ppm的二(2-乙基己基)磺基琥珀酸钠 (DESS)的矿物油，Hygold100 (Ergon Refining社, USA)。测定是进样口下部安装进行温度区间内中心切割的装置，选择性进样器的热裂解GC/MS系统。

[结果] Hygold100以及DESS的标准样品EGA热分析图如图Fig. 1所示。Hygold100主成分的烃类是约100-180 °C会挥发，DESS是约180-270 °C时分解生成二(2-乙基己基)富马酸酯 (DEF)。这个如图Fig. 2所示的方案，认为SO₃Na从DESS脱离而产生的。由此结果可知，利用在100-300 °C的热脱附温度产生的DEF的峰，可对Hygold100中的DESS进行定量分析。然而，含约 500 ppm DESS的Hygold100没有通过中心切割而测定热脱附GC/MS时所得到的色谱图如图Fig. 3(a)所示，DEF的峰与源自Hygold100的烃的峰相重合，在TIC上观测不到，在质谱图上S/N比为11，与各种化合物混着的状态被观测到。在这里，生成DEF的温度区间进行中心切割，看能否抑制干扰成分导入分离色谱柱影响GC/MS分析。中心切割的温度条件是由Fig. 1结果决定为160-300 °C，所得结果为Fig. 3(b)所示。DEF的峰并没有受到源自Hygold100的烃类的干扰，TIC上能明确观测到，质谱图的S/N比也提高10倍以上。另外，定量值的重现性为，得到相对标准偏差(RSD)为4.7 % (n=5)的极佳的结果。

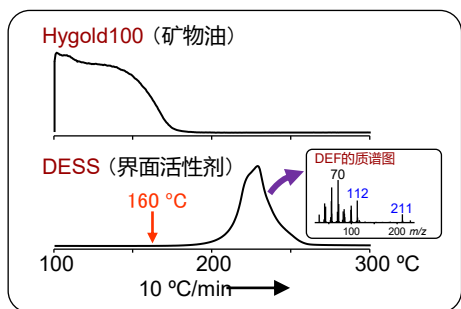


Fig. 1 DESS和Hygold100的EGA热分析图

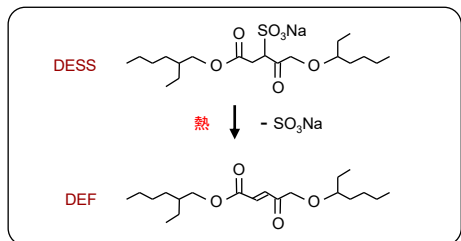


Fig. 2 DESS热裂解的方案

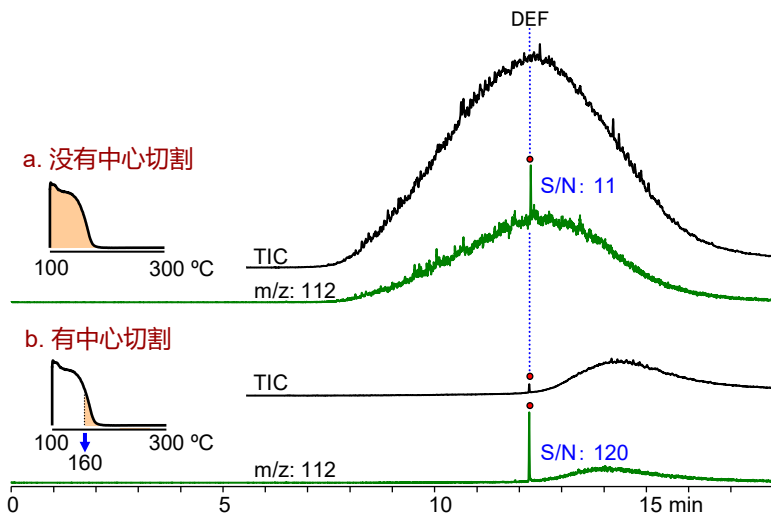


Fig. 3 Hygold100中的DESS(含 500 ppm)定量分析中通过中心切割法改善检测界限

热裂解温度: 100 – 300 °C (10 °C/min), GC柱箱温度: 40 – 320 °C (20 °C/min, 4min)
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)
载气流量: 1 mL/min: He, 分流比: 1/20, 样品量: 100 μg

1) 穗坂 等, 日本分析化学会第57年会, 2008, C3004

Keywords : 矿物油, 界面活性剂, 中心切割, 热脱附, GC/MS

使用产品 : 多功能热裂解器, 选择性进样器, GC/MS免放空接口, UA-5

应用领域 : 油脂, 化妆品

关联的技术笔记 : [PYA1-012C](#), [PYA1-031C](#)

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