

高速分析邻苯二甲酸酯类的系统的开发

Part 2: 使用UA-PBDE高速分析邻苯二甲酸酯类

[背景] 电器电子设备中的邻苯二甲酸酯的定量分析方法, 国际电器委员会决定使用(TD)-GC/MS的选择离子检测(SIM)分析法(IEC62321-8)¹⁾。为了加快邻苯二甲酸酯的分析, 开发了前端附保护柱连接长为3 m的分离色谱柱的UA-PBDE(GU), 它的耐久性和定量分析的重现性已被报告^{2,3)}。在本报告中讨论, 使用UA-PBDE(GU)通过TD-GC/MS分析对含有邻苯二甲酸酯的样品进行一个样品分析10分钟以内的快速分析。

[方法] 为了进行分析, 使用了多功能热裂解器(EGA/PY-3030D: Frontier Lab制造)直接连接到GC进样口的热裂解-GC/MS系统。首先, 为了进行自动进样分析, 安装了自动进样器(AS-1020E: Frontier Lab制造)。UA-PBDE(GU)作为分离色谱柱使用, 为了防止由于色谱柱短而产生色谱柱入口的负压, 使用了GC/MS免放空接口充当抵抗管。将样品的TD温度设定为150-320 °C(200 °C/min, 保持0.5分钟), 并将GC柱箱温度设置为80-280 °C(50 °C/min, 保持1分), 分析条件为热脱附和GC柱箱的冷却包含在内一个样品花9.5分钟。

[结果] Fig. 1所示, 含有14种组分的邻苯二甲酸酯类各1000 ppm的PVC样品的TIC色谱图和提取离子流色谱图(EIC)。邻苯二甲酸酯类全部在5分钟内洗脱出来。另外, 通过特征质量数的EIC确认了各邻苯二甲酸酯中各成分的明确分离。在使用自动进样器分析多个样品中, 每个样品所花时间为9.5分钟, 以良好的重现性进行了连续分析。由上可知, 使用附保护柱的UA-PBDE(GU)分离色谱柱通过样品自动导入分析系统, 1个样品约10分钟以内完成邻苯二甲酸酯类高速分析。

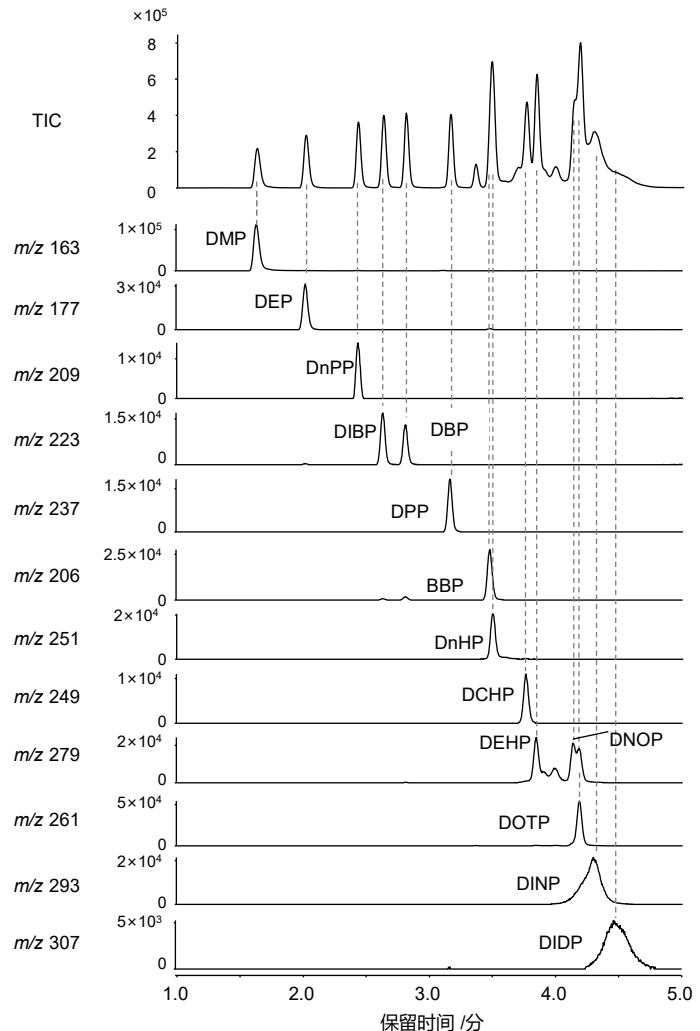


Fig. 1 含有各类邻苯二甲酸酯1000 ppm的PVC样品的色谱图和EIC

邻苯二甲酸二甲酯 (DMP)、邻苯二甲酸二乙酯 (DEP)、邻苯二甲酸二异丁酯 (DIBP)、邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)、邻苯二甲酸丁基苯基酯 (BBP)、邻苯二甲酸二环己酯 (DCHP)、邻苯二甲酸二(2-乙基己酯) (DEHP)、邻苯二甲酸二正辛酯 (DNOP)、对苯二甲酸二-2-乙基己酯 (DOTP)、邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)

TD温度: 150 °C – 320 °C (200 °C/分, 0.5分保持), GC柱箱温度: 80 °C – 280 °C (50 °C/分, 1分保持), 分流比: 1/50, 柱流量: 1.5 mL/min, MS扫描范围: m/z 50 – 350, 样品量: 约 0.5 mg

1) IEC62321-8, Determination of certain substance in electrotechnical products-Part8: Phthalates in polymers by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyzer/thermal desorption accessory(Py/TD-GC-MS)

2) 塩野 等, 第23回高分子分析讨论会 (2018), II-10

3) 技术笔记 UAT-007C

Keywords : UA-PBDE(GU)色谱柱, 邻苯二甲酸酯, 热脱附(TD)-GC/MS, 高速分析, 品质管理

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

应用领域 : 高分子分析, 不良产品解析, 品质管理

关联的技术笔记 : PYA1-092C, PYA1-094C, UAT-007C

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