

# 为了防止粉末样品从样品杯散射而开发的不含邻苯二甲酸盐的石英垫

## Part 1:使用石英棉·石英垫时的比较与回收率

**[背景]** 自由下落式将样品导入的热裂解GC测定中，为了防止加热炉内的粉末样品的散射，通常在样品的上面用石英棉塞住。然而，样品杯用石英棉塞住的步骤烦杂，并且因分析者不同而石英棉的塞住方法和用量都有差异，因此会影响分析结果的重现性。因此在这里开发了，容易消除个人差异的，防止样品散射的不含邻苯二甲酸盐石英垫（以下简称石英垫，Fig.1）。这篇中，含有邻苯二甲酸酯类的聚苯乙烯（PS）为样品的进行测定，并且对于有无使用石英垫的结果影响进行评价。

**[方法]** 石英垫是，将石英滤纸剪成直径为3 mm的圆形后，进行去活化处理。样品是，在IEC 62321-8 规定的含7种邻苯二甲酸酯各1000 ppm的PS的二氯甲烷：二甲苯（9:1）溶液（50 μg/μL），并採取5 μL至样品杯并干燥溶剂。再用1枚石英垫塞住后进行热脱附-GC/MS测定。测定使用多功能热裂解器直接连接GC进样口的GC/MS系统。

**[结果]** Fig.2所示有石英棉（填充量约1 mg）和有石英垫状态测定所得到的色谱图。两种都得到了相同的色谱图。Table 1所示有石英垫时各邻苯二甲酸酯的回收率（有石英棉为基准）和  $n=3$ 测定的重现性。化合物回收率是几乎为100%，重现性为良好。由上可知，石英垫是邻苯二甲酸酯类的分析中没有显示任何影响。



Fig. 1 石英垫的照片

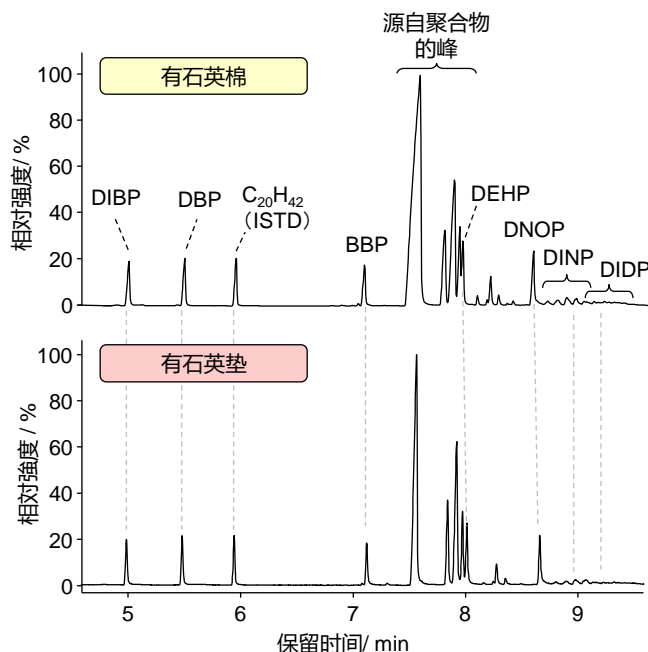


Fig. 2 有石英棉·有石英垫时得到的色谱图

Table 1 有石英垫的各化合物的回收率与重现性 (n=3)

	回收率 [%]	RSD值 [%]
DIBP	107	0.7
DBP	105	1.2
BBP	100	0.9
DEHP	104	0.6
DNOP	100	2.9
DINP	106	1.9
DIDP	107	1.1

加热炉温度: 200 - 20 °C/min - 340 °C (1 min 保持), 分离色谱柱: UA-PBDE (L=15 m, i.d.=0.25 mm, df=0.05 μm), 柱流量: 1 mL/min, 分流比: 1/20, GC柱箱: 80 - 20 °C/min - 300 °C (5 min 保持), MS扫描范围:  $m/z$  29 - 450, 样品量: 0.25 mg (PS).

参考: 太田 等、日本分析化学会第68年会、演讲号H2002 (2019).

**Keywords:** 样品调制法, 邻苯二甲酸酯, RoHS 2.0, RoHS法规, 热脱附

**使用产品:** 不含邻苯二甲酸盐的石英垫, 样品杯LF, 多功能热裂解器, 自动进样器, UA-PBDE, 免放空 GC/MS 适配器

**应用领域:** 高分子分析, 样品调制法

**关联的技术笔记:** [PYA1-153C \(Part 2\)](#)

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)