

# 高速分析邻苯二甲酸酯类的系统的开发

## Part 1 附保护柱的Ultra ALLOY分离色谱柱UA-PBDE ( GU ) 的开发

**[背景与目的]** 邻苯二甲酸酯广泛用作聚氯乙烯 ( PVC ) 树脂等的增塑剂。但是，电器电子设备所含对人体产生不利影响的7种邻苯二甲酸酯类被国际电器委员会制定含量不得超过1000 ppm ( IEC62321-8 )<sup>1)</sup>。在采用热脱附 ( TD ) -GC/MS作为分析方法时，分析一个样品大约需要30分钟，因此需要进一步加快分析速度。另外使用自动进样器对PVC等氨基聚合物样品进行连续分析时 ( 几百个样品/月 )，由于分离色谱柱加热至250 °C时产生的高温氯化氢而逐渐劣化，需要采取措施。因此，本报告中报告了新开发的，长度为3 m的金属毛细管柱末端附保护柱，并检讨了其耐用性和定量分析的重现性。关于加快整个分析系统的速度的技术笔记PYA1-097E中进行了报告。

**[方法]** 使用Ultra ALLOY®金属毛细管柱 ( UA-PBDE ( GU )、固定相：二甲基聚硅氧烷、长度3 m、内径0.25 mm、膜厚0.05 μm、由Frontier Lab制造) 来分离热脱附成分。这个分离色谱柱的进样口，为了防止劣化将用附焊银的保护柱 ( 长度1 m，内径0.53 mm，内表面惰性化 Ultra ALLOY®管)。另外，此分离色谱柱比通常的色谱柱短，为了防止进样口变成负压还使用了GC/MS免放空接口 ( Frontier Lab制) 和抵抗管。在分离色谱柱的劣化测试中，使用0.5 mg 的PVC分别与7种邻苯二甲酸酯类混合的细粉，通过TD-GC/MS进行了500次的连续分析。

**[结果]** Fig. 1显示使用附保护柱的UA-PBDE ( GU ) 色谱柱连续分析含有邻苯二甲酸酯的PVC样品的TIC色谱图。如图所示，可以在几分钟内完成TD-GC/MS分析，而且连续分析500次以上后色谱图形状也不会变化，表明该色谱柱具有出色的耐用性。如Fig. 2所示，通过选择性离子检测 ( *m/z* 279 ) 对DEHP的校正曲线和各浓度的分析值展现良好的重现性。其他的邻苯二甲酸酯也表现出与DEHP相似的良好线性，分析值的重现性5 % 以下。由以上结果可知，附保护柱的UA-PBDE ( GU ) 色谱柱是耐用性优异的色谱柱。

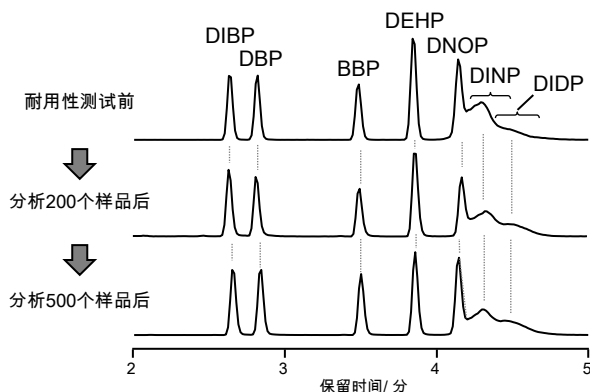


图1 使用附保护柱的PBDE(GU)色谱柱连续分析0.05 mg PVC含有各类1000 ppm的邻苯二甲酸酯的色谱图

邻苯二甲酸二异丁酯 ( DIBP )、邻苯二甲酸二丁酯 ( DBP )、邻苯二甲酸丁基苯酯 ( BBP )、邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯 ( DEHP )、邻苯二甲酸二正辛酯 ( DNOP )、邻苯二甲酸二癸酯 ( 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 )，分流比：1/50, GC柱箱温度：80 °C – 280 °C ( 50 °C/分, 1 分保持 )，柱流量：1.5 mL/分, MS扫描范围： *m/z* 50 – 350

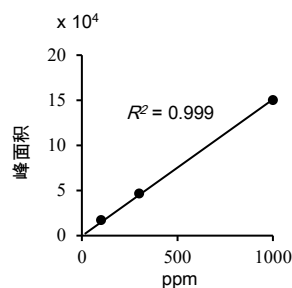


图2 DEHP在100 – 1000 ppm的校正线和它的重现性

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) 堀野等, 第23回高分子分析讨论会 ( 2018 ), II-10

**Keywords :** 保护柱, 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, 不良品解析, 品质管理

**关联的技术笔记:** [PYA1-092E](#), [PYA1-094E](#), [PYA1-097E](#)

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](http://www.frontier-lab.com)