

邻苯二甲酸酯类分析用UA-PBDE色谱柱专用的 UA保护柱的开发

Part 2 : UA保护柱的有效性

[背景] 在Part1 ([UAT-008C](#)) 中, 介绍了我们开发的UA-PBDE色谱柱专用的UA保护柱和UA连接器的结构。在本报告中, 通过假设聚氯乙烯 (PVC) 经过多个样品处理进行的测量来评价UA保护柱的有效性。

[方法] UA-PBDE分离色谱柱与UA保护柱连接和未连接的情况进行了比较。将粉末状PVC作为测量样品。为了评价有效性, 采取含500 ppm IEC62321-8¹中所指定的7种邻苯二甲酸酯类²的二氯甲烷溶液1 μL到热裂解样品杯, 蒸发溶剂后使用。对PVC样品的测定前, 400个0.5 mg的PVC样品测定后, 200个5.0 mg的PVC样品测定后, 最后移除保护柱后的各个阶段, 和7种邻苯二甲酸酯类的测定, 进行了分离色谱柱的劣化评价。

[结果] 400个0.5 mg 的PVC样品在连续测定后, 连接保护柱时, 色谱柱的形状变化不大, 但未连接保护柱时, BBP的峰面积减小。接着测定200个5.0 mg PVC后, 不管保护柱的有无, 都观察到峰形拖尾现象, 并且不能检测到BBP。劣化评价测定后移除保护柱, 只用分离色谱柱评价时, 各个峰形的拖尾和BBP的峰面积得以恢复。以上所知, 分离色谱柱被保护柱所保护。在[UAT-010C](#) (Part 3) 中展示对定量值的影响。

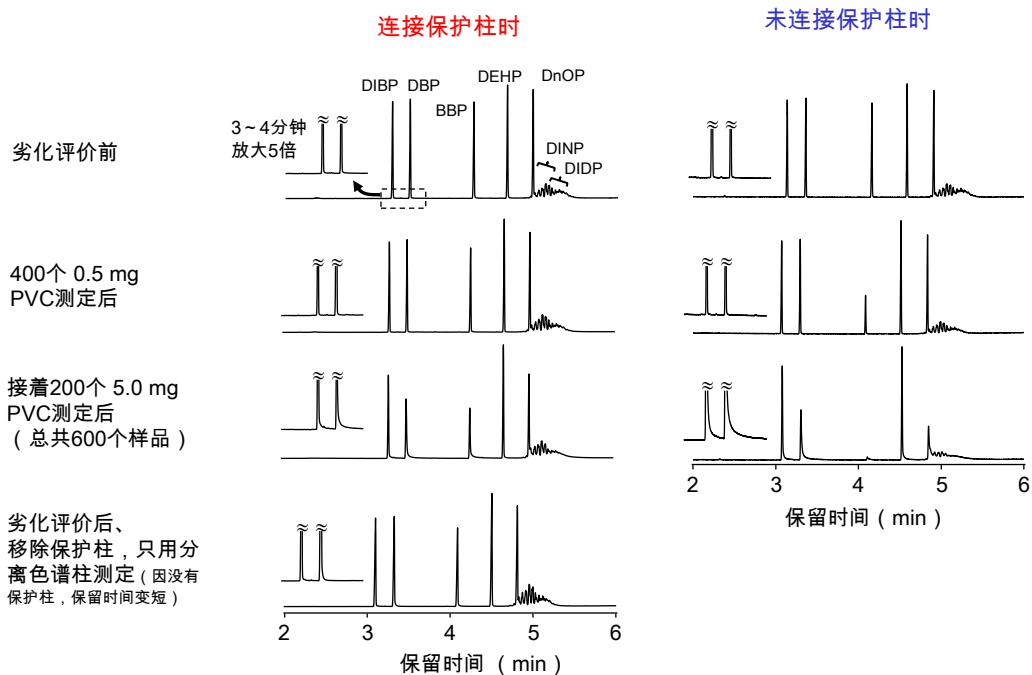


Fig. 1 连接保护柱和未连接时的邻苯二甲酸酯类的TD-GC/MS色谱图

热裂解温度: 200 °C - 340 °C (20 °C/min 升温, 1 min 保持), 分流比: 1/50, GC柱箱温度: 80 °C - 300 °C (40 °C/min 升温, 5 min 保持), 分离色谱柱: UA-PBDE (聚二甲基硅氧烷), L=15 m, i.d.=0.25 mm, df=0.05 μm, UA保护柱: L=1.5 m, i.d.=0.25 mm, df=0.1 μm, 柱流量: 1.2 mL/min, MS扫描范围: m/z 50 - 1000, 样品量: 含7种邻苯二甲酸酯类各500 ppm的二氯甲烷溶液1 μL (各0.5 μg)

*1 IEC62321-8, Determination of certain substance in electrotechnical products-Part 8: 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 Di-isobutyl phthalate (DIBP), Di-*n*-butyl phthalate (DBP), Benzyl butyl phthalate (BBP), Di(2-ethylhexyl)phthalate (DEHP), Di-*n*-octyl phthalate (DnOP), Di-isononyl phthalate (DINP), Di-isodecyl phthalate (DIDP)

Keywords : 邻苯二甲酸酯类, 保护柱的有效性, 连接器, PBDE色谱柱

使用产品 : 多功能热裂解器, UA-PBDE色谱柱, UA连接器, UA保护柱Ph

应用领域 : 高分子分析, 品质管理

关联的技术笔记: UAT-008 (Part 1), UAT-010 (Part 3)

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