

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 3 : 对定量分析的影响

[背景] 在Part 2 ([UAT-009C](#)) 中报告了UA-PBDE色谱柱专用的UA保护柱和UA连接器的开发并且评价了它的有效性。在本报告中介绍, 在连接UA保护柱时的邻苯二甲酸酯类的定量性和它的重现性, 跟UA保护柱的更换时期的建议。

[方法] 对400个粉末状的氯乙烯 (PVC) 样品 (各含量0.5 mg) 进行热脱附-GC/MS分析, 以劣化分离色谱柱。在劣化前, 测量200个后和400个后这三个点, 分别评估了定量值及其重现性。为了进行评价, 准备含500 ppm IEC62321-8^{*1}中所规定的7种邻苯二甲酸酯类^{*2}的聚乙烯样品进行了定量分析。

[结果] Fig. 1显示了定量值和重现性。在没有保护柱的情况下, 测量400个PVC样品之后, 本是500 ppm的BBP定量值结果为400 ppm或更小, 另外重现性也恶化到RSD 20 %以上。BBP的化学结构其容易由于色谱柱的污染而分解, 因此导致定量值和重现性的降低。而使用保护柱时, 即使在测量400个PVC样品 (每个包含 0.5 mg) 之后, 定量值也没有显著变化并BBP的重现性也只是轻微下降。根据以上结果, 认为观察到峰形状或重现性降低时通过更换保护柱来维持良好的重现性和定量值。

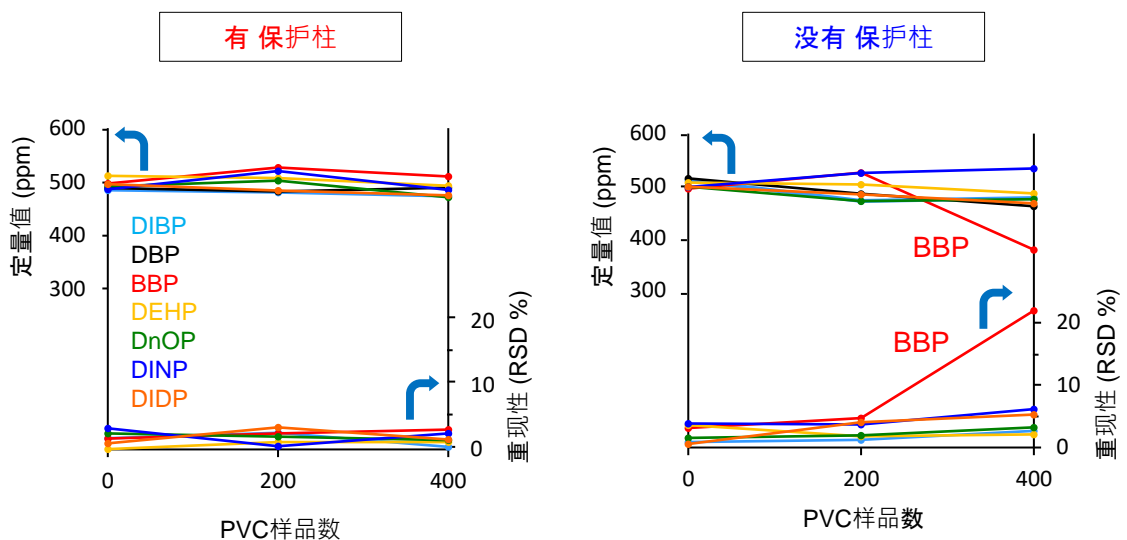


图1 多个 PVC 0.5 mg 样品测定后的邻苯二甲酸酯类的定量值和重现性

热脱附温度: 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 (20 °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: 含各邻苯二甲酸酯类500 ppm的聚乙烯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 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, 保护柱的更换时期, 连接器, PBDE色谱柱

使用产品: 多功能热裂解器, UA-PBDE, UA连接器, UA保护柱

应用领域: 高分子分析, 品质管理

关联的技术笔记: [UAT-008C](#) (Part 1), [UAT-009C](#) (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