

塑料产品挥发物  
的分析

应用通讯#283078

## 采用顶空加热和GC/MS直接分析塑料成品

采用顶空自动进样器可以直接分析原料或成品样品的挥发物。由于顶空自动进样器几乎不需要对样品进行前处理,使得它成为高产量加工过程中质量控制的理想技术。使用SIM/Scan模式同时采集时,布鲁克SCION SQ单四极杆质谱可以提供化合物定量数据以及初步的定性结果(非目标化合物)。

### 内容简介

许多行业的材料测试要求对挥发性有机化合物的释放量进行检测,以确保消费者免受于污染物的毒害。当一种材料如塑料处于过热、通风少甚至是无通风的环境中,这项测试则非常重要。汽车中的塑料仪表盘就是一个很好的例子,它受到阳光的直射而暴露于高温环境中。挥发性化合物也常见于地毯和聚氯乙烯管中,这些化合物在通风差的房屋中也会造成危害。

人们普遍认为从材料中释放的含氯成分是有毒的,因为它们被归类为致癌物或环境危害物。其他化合物的检测可能确定不了它的毒害程度。如邻苯二甲酸酯类,它会导

致一些动物内分泌的紊乱,所以控制塑料瓶中有毒物质的标准也随之产生(1)。

### 实验部分

从汽车制造厂获取的聚丙烯样品和聚氯乙烯管分别被切成小片并直接放置在20ml的顶空进样瓶中。样品量大约为500mg-1g。布鲁克SHS-40自动进样器的使用条件见表1。

表1. SHS-40进样条件

参数	设定值
加热温度	70°C
阀/定量环温度	160°C
传输线温度	125°C
压力	500psi
定量环体积	1mL
振荡平衡时间	30 min
GC/MS运行时间	20 min
振荡选项	ON

图1.布鲁克SHS-40顶空自动进样器(左)和SCION GC/MS



**SCION GC/MS色谱柱、柱温箱升温程序和进样口条件:**

色谱柱: BR-624ms, 20M x 0.18mm x 1.0um  
 进样口: BR-1079, PTV进样口, 附带3.4mm单颈分流衬管, 进样口温度200°C  
 分流比: 1:20  
 柱流量: 1mL/min  
 柱温箱升温程序: 初始35°C, 保持2 min; 以10°C/min速率升至170°C, 保持0min; 以50°C/min速率升至250°C, 保持1min, (总运行时间17.9min。)

**结果**

聚丙烯仪表板的样品通过全扫描进行分析。图2显示了利用NIST08谱库自动检索得到的初步鉴定的化合物结果。

图2. 聚丙烯样品中全扫描鉴定的化合物。

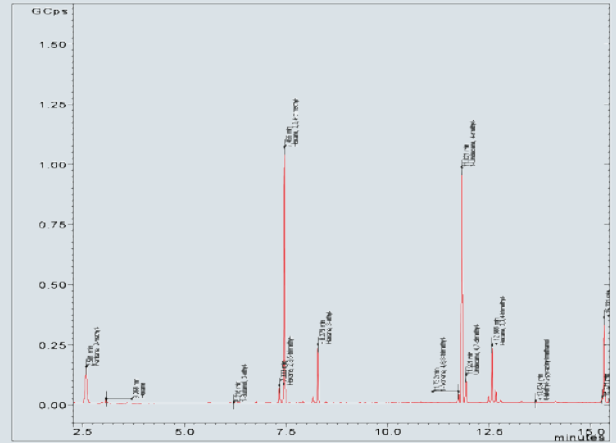


表2. 聚丙烯仪表盘样品中鉴定的化合物

保留时间	峰名称	结果类型	峰面积精确值	匹配度	结果	谱库
2.581	二甲基戊烷	TIC	450552256	1	933	NIST
3.066	正己烷	TIC	43213484	1	903	NIST
6.216	二乙基正丁醇	TIC	10450404	1	877	NIST
6.766	甲苯	TIC	10159705	1	901	NIST
7.333	2,3,5-三甲基己烷	TIC	139044608	1	925	NIST
7.455	2,3,4-三甲基己烷	TIC	1922249344	1	922	NIST
7.919	2,4-二甲基正庚烯	TIC	16034614	1	858	NIST
8.16	4-乙基-5-甲基壬烷	TIC	48203884	1	909	NIST
8.279	3-乙基己烷	TIC	418871424	1	921	NIST
11.732	4,6,8-三甲基正壬烯	TIC	85041800	1	876	NIST
11.821	4-甲基正十一烯	TIC	1740321664	1	884	NIST
11.921	4,7-二甲基十一烷	TIC	208282336	1	883	NIST
12.482	2,3,6,7-四甲基辛烷	TIC	48176440	1	878	NIST
12.565	2,3,4-三甲基己烷	TIC	417671808	1	877	NIST
12.657	2,3,4-三甲基己烷	TIC	92484168	1	889	NIST
12.775	4-甲基十一烷烃	TIC	21904856	1	870	NIST
13.634	6-甲基-2-羟甲基吡嗪	TIC	15546811	1	766	NIST
14.128	异丁基壬基草酸酯	TIC	11080139	1	885	NIST
15.271	2-甲基十一烷	TIC	40731856	1	882	NIST
15.321	2,6,10,14-四甲基十七烷烃	TIC	638716608	1	911	NIST

表3. SIM/SCAN同时采集参数

化合物名称	保留时间	保留时间窗口	扫描模式, 离子监测	驻留时间(ms)
氯乙烯	3.10	1.0	SIM, 62, 64	49
1,2-二氯甲烷	4.67	1.0	SIM, 62, 64	49
全扫描	NA	2.0-17.9	Full (m/z 35-300)	300

表4. 聚氯乙烯样品中化合物的初步鉴定结果。

保留时间	峰名称	结果类型	峰面积	峰面积精确值	匹配度	结果	谱库
1.184	1-十二烷基甲胺	TIC	6.79E+07	67918424	1	735	NIST
1.283	氨基甲酸肼	TIC	6.61E+06	6613686	1	762	NIST
1.389	氟乙炔	TIC	546473	546473	1	665	NIST
2.159	丙酮	TIC	4.23E+06	4234303	1	867	NIST
3.116	环硫乙烷	TIC	4.68E+08	4.68E+08	1	907	NIST
3.583	2-硝基丁烷	TIC	1.32E+07	13169822	1	760	NIST
5.659	戊醛	TIC	5.34E+06	5341163	1	796	NIST
5.705	2-甲基丙烯酸甲基酯	TIC	5.40E+06	5398963	1	806	NIST
5.807	乙醛	TIC	5.83E+06	5825911	1	830	NIST
7.752	正乙醛	TIC	2.89E+07	28887902	1	886	NIST
9.732	庚醛	TIC	6.03E+06	6025094	1	867	NIST
9.848	1-甲基乙基苯	TIC	6.89E+06	6891179	1	853	NIST
10.159	2,2,7,7-四甲基辛烷	TIC	2.41E+07	24139264	1	872	NIST
10.348	3,3-二甲基正丁醇	TIC	5.30E+06	5302461	1	747	NIST
10.421	2,2,7,7-四甲基辛烷	TIC	1.39E+07	13884072	1	846	NIST
10.516	11-(2,2-二甲基丙基)二十一烷	TIC	8.77E+06	8773806	1	824	NIST
10.657	2-乙基己醛	TIC	5.78E+06	5782036	1	776	NIST
10.763	正十四碳烷	TIC	1.00E+07	9995009	1	793	NIST
10.787	2,3,4-三甲基戊烷	TIC	5.01E+06	5005334	1	764	NIST
10.885	1,1-二甲基丙基戊酸酯	TIC	3.35E+06	3354330	1	733	NIST
11.25	11-(2,2-二甲基丙基)二十一烷	TIC	2.04E+07	20381632	1	890	NIST
11.409	3-乙基-2,2-二甲基戊烷	TIC	8.05E+06	8048495	1	896	NIST
11.543	2,4,6-三甲基辛烷	TIC	4.56E+07	45579500	1	867	NIST
11.802	异丁基壬基草酸酯	TIC	6.71E+06	6708442	1	850	NIST
11.88	3-乙基-2,2-二甲基戊烷	TIC	2.68E+07	26790618	1	886	NIST
11.919	11-(2,2-二甲基丙基)二十一烷	TIC	2.79E+06	2789403	1	795	NIST
11.983	异丁基壬基草酸酯	TIC	2.44E+07	24356798	1	886	NIST
12.224	2,4-二甲基己烷	TIC	2.94E+07	29438408	1	817	NIST
12.554	1,1-二氯-3-甲基己烷	TIC	8.90E+06	8901146	1	656	NIST
13.033	2,2-二羟基-1-苯基乙酰	TIC	1.32E+07	13228981	1	879	NIST
13.282	Nonanal壬醛	TIC	2.19E+07	21900612	1	865	NIST
13.367	$\alpha$ - $\alpha$ -二甲基苯甲醇	TIC	8.96E+06	8960782	1	727	NIST
13.63	6-甲基-2-羟甲基吡嗪	TIC	9.97E+06	9966499	1	741	NIST
14.874	2-癸烯-1-醇	TIC	1.31E+07	13070243	1	888	NIST

聚氯乙烯样品在SIM/Scan模式下检测。图3显示了1, 2-二氯乙烷的检测结果, 包括1, 2-二氯乙烷和其定量离子色谱图。

图3.聚氯乙烯样品的SIM/Scan分析。

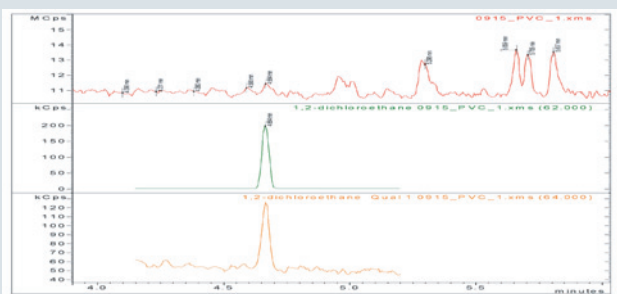
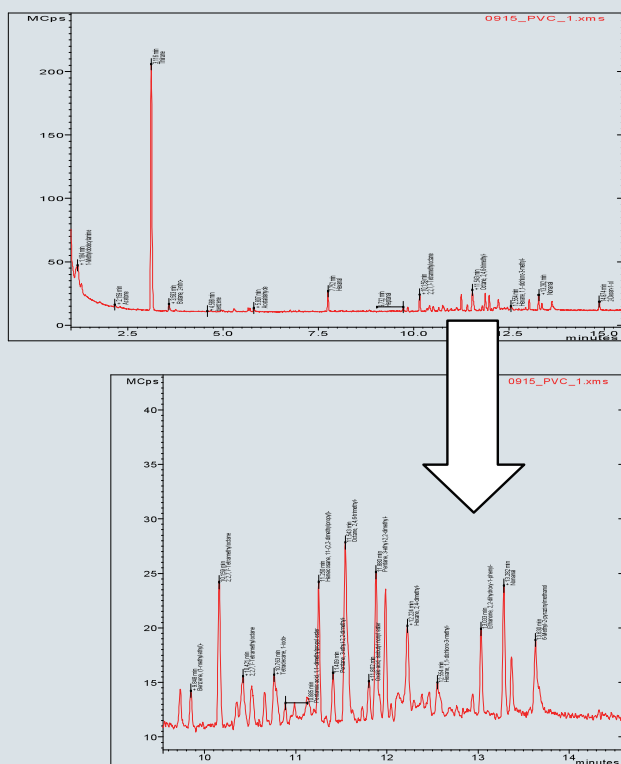


图4.聚氯乙烯样品的TIC。



初步鉴定的化合物列在表4中; 下图所示在10-14分钟之间放大的色谱图。

## 结论

布鲁克 SHS-40顶空与SCION GC/MS联用是一项杰出的分析手段, 在挥发性化合物原料的定性和定量分析中显示出了强大的能力。采用SIM模式可以选择性测定低浓度的化合物。全扫描数据可以初步鉴定化合物 (TICs) 并可用作“指纹图谱”进行质量控制。

## 参考文献

(1) Developmental Effects of Endocrine-disrupting Chemicals in Wildlife and Humans; T. Colborn, F. S. vomSaal, and A. M. Soto, W. Alton Jones Foundation, Washington, DC 20037.

Author: Ed George

### ● Bruker Daltonics Inc.

Billerica, MA · USA  
Phone +1 (978) 663-3660  
Fax +1 (978) 667-5993  
ms-sales@bdal.com

[www.bruker.com](http://www.bruker.com)

Fremont, CA · USA  
Phone +1 (510) 683-4300  
Fax +1 (510) 490-6586  
ms-sales@bdal.com

### Bruker Daltonik GmbH

Bremen · Germany  
Phone +49 (0)421-2205-0  
Fax +49 (0)421-2205-103  
sales@bdal.de