

应用通讯 #283078

## 顶空-气质联用法直接分析塑料制品中挥发性组分

作者：Ed George

### 摘要

本文建立了一种顶空-气质联用直接分析塑料原料及成品样品中挥发性组分的方法。顶空进样的前处理步骤简单，是工业生产过程中理想的高通量质量监控和检测方法。本方法使用 SCION SQ 单四极杆质谱仪，SCAN/SIM 同时扫描模式，对目标化合物准确定量，并能通过谱库检索初步鉴定非目标化合物。

关键词：SCION SQ，SCAN/SIM，顶空，挥发性组分

### 1 引言

很多工业生产都要求对原材料进行测试并去除挥发性有机化合物，以确保消费者不会暴露于有害污染物。这一点尤为重要，因为诸如塑料的制品暴露于过热且通风不好的环境中，很可能造成危害。举个典型例子，塑料材质的汽车仪表盘常常暴露于阳光直射的高温环境；地毯，聚氯乙烯（PVC）管道也存在挥发性有机物，这些都可能对通风不好的室内造成危害。

氯代烃类已被归类为致癌和环境污染物质，是普遍认为的有害挥发性组分。还有一些非典型污染物，其毒性因毒理学证据不完善而鲜为人知，但也被列入监测名单。如邻苯二甲酸酯类，对某些动物种属表现出内分泌干扰作用，有关此类物质在塑料瓶中限量的法规正在制定中<sup>(1)</sup>。

### 2 实验部分

实验设备：SHS-40 顶空，436-GC-SQ，456-GC-SQ。

实际样品：汽车仪表盘（聚丙烯），PVC 管道实际样品。

将样品剪成小片，称取 0.5 g~1g（精确至 0.0001 g）置于 20 mL 顶空瓶，采用 SCION SHS-40 顶空自动进样器，实验条件如下。

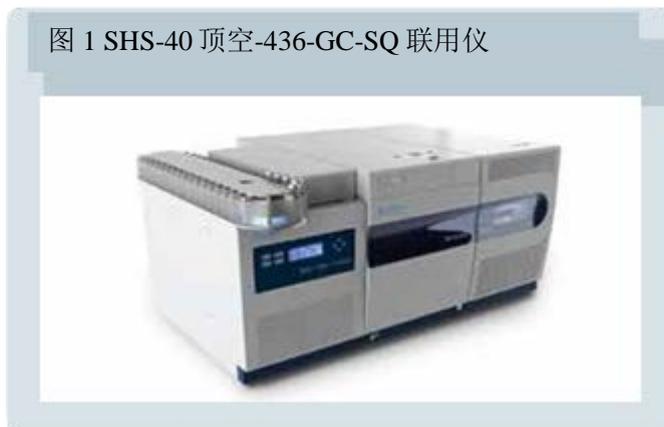
#### SHS-40 顶空条件：

加热温度：	70℃
阀/定量环温度：	160℃
传输线温度：	125℃
压力：	500 psi
进样量：	1 mL
振荡平衡时间：	30 min
GC/MS 运行时间：	20 min
振荡选项：	ON

#### SCION GC-MS 仪器条件：

色谱柱：BR-624ms, 20M x 0.18mm x 1.0um

图 1 SHS-40 顶空-436-GC-SQ 联用仪



天美(中国)科学仪器有限公司  
北京市朝阳区天畅园7号楼(100107)

t 010-64010651  
f 010-64060202  
e techcomp@techcomp.cn  
w www.techcomp.cn

进样口： BR-1079, 程序升温进样口, 200°C, 3.4mm 单鹅颈分流衬管

分流比： 1:20

流速： 1 mL/min

程序升温： 初温 35°C, 保持 2 min; 10°C/min 升到 170°C; 保持 0 min; 50°C/min 升到 250°C, 保持 1 min; 全部程序 17.9 min

### 3 结果与讨论

SCAN 模式分析了聚丙烯汽车仪表盘样品, 用 NIST 08 谱库对该样品中挥发性组分进行了检索和初步鉴定, 结果如图 2 所示。

图 2 汽车仪表盘样品中挥发性有机物 (SCAN)

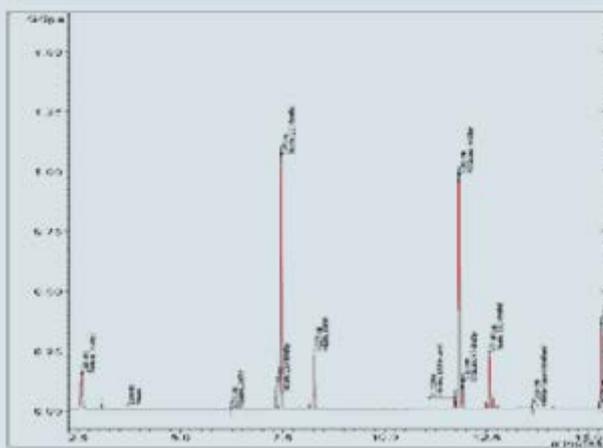


表 1 汽车仪表盘样品中检测到的挥发性组分

保留时间	化合物名称	结果类型	峰面积	匹配度	谱库
2.581	2-甲基戊烷	TIC	450552256	933	NIST
3.066	己烷	TIC	43213484	903	NIST
6.216	2-乙基-1-丁醇	TIC	10450404	877	NIST
6.766	甲苯	TIC	10159705	901	NIST
7.333	2, 3, 5-三甲基己烷	TIC	139044608	925	NIST
7.455	2, 3, 4-三甲基己烷	TIC	1922249344	922	NIST

7.919	2, 4-二甲基-1-庚烯	TIC	16034614	858	NIST
8.16	4-乙基-5-甲基壬烷	TIC	48203884	909	NIST
8.279	3-乙基己烷	TIC	418871424	921	NIST
11.732	4, 6, 8-三甲基-1-壬烷	TIC	85041800	876	NIST
11.821	4-甲基-1-十一烯	TIC	1740321664	884	NIST
11.921	4, 7-二甲基十一烷	TIC	208282336	883	NIST
12.482	2, 3, 6, 7-四甲基辛烷	TIC	48176440	878	NIST
12.565	2, 3, 4-三甲基己烷	TIC	417671808	877	NIST
12.657	2, 3, 4-三甲基己烷	TIC	92484168	889	NIST
12.775	4-甲基十一烷	TIC	21904856	870	NIST
13.634	6-甲基-2-羟甲基吡嗪	TIC	15546811	766	NIST
14.128	草酸异丁酯	TIC	11080139	885	NIST
15.271	1-碘-2-甲基十一烷	TIC	40731856	882	NIST
15.321	2, 6, 10, 14-四甲基十七烷	TIC	638716608	911	NIST

**表 2 SCAN/SIM 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
1,2-二氯乙烷	4.67	1.0	SIM, 62, 64	49
全扫描	NA	2.0-17.9	Full (m/z 35-300)	300

采用 SCAN/SIM 同时采集模式对 PVC 管道样品进行分析, 结果如表 3 和图 3 所示。由图 3 可知, 1, 2-二氯乙烷的定量离子。

**表 3 PVC 样品中初步筛查的挥发性组分**

保留时间	化合物名称	结果类型	峰面积	匹配度	谱库
1.184	1-甲基十二烷基甲胺	TIC	67918424	735	NIST
1.283	氨基脲	TIC	6613686	762	NIST

天美(中国)科学仪器有限公司  
北京市朝阳区天畅园7号楼(100107)

1.389	氟代乙炔	TIC	546473	665	NIST
2.159	丙酮	TIC	4234303	867	NIST
3.116	环硫乙烷	TIC	4.68E+08	907	NIST
3.583	2-硝基丁烷	TIC	13169822	760	NIST
5.659	戊醛	TIC	5341163	796	NIST
5.705	2-甲基-2-丙烯酸甲酯	TIC	5398963	806	NIST
5.807	乙醛	TIC	5825911	830	NIST
7.752	己醛	TIC	28887902	886	NIST
9.732	庚醛	TIC	6025094	867	NIST
9.848	1-甲基苯	TIC	6891179	853	NIST
10.159	2, 2, 7, 7-四甲基辛烷	TIC	24139264	872	NIST
10.348	3, 3-二甲基-1-丁醇	TIC	5302461	747	NIST
10.421	2,2,7,7-四甲基辛烷	TIC	13884072	846	NIST
10.516	11-(2, 2-二甲丙基)-二十一烷	TIC	8773806	824	NIST
10.657	2-乙基己醛	TIC	5782036	776	NIST
10.763	1-碘十四烷	TIC	9995009	793	NIST
10.787	2, 3, 4-三甲基戊烷	TIC	5005334	764	NIST
10.885	1, 1-二甲丙基戊酸酯	TIC	3354330	733	NIST
11.25	11-(2, 2-二甲丙基)-二十一烷	TIC	20381632	890	NIST
11.409	3-乙基-2, 2-二甲基戊烷	TIC	8048495	896	NIST
11.543	2, 4, 6-三甲基辛烷	TIC	45579500	867	NIST
11.802	异丁基壬基草酸酯	TIC	6708442	850	NIST
11.88	3-乙基-2, 2-二甲基戊烷	TIC	26790618	886	NIST
11.919	11-(2, 2-二甲丙基)-二十一烷	TIC	2789403	795	NIST

天美(中国)科学仪器有限公司

北京市朝阳区天畅园7号楼(100107)

t 010-64010651

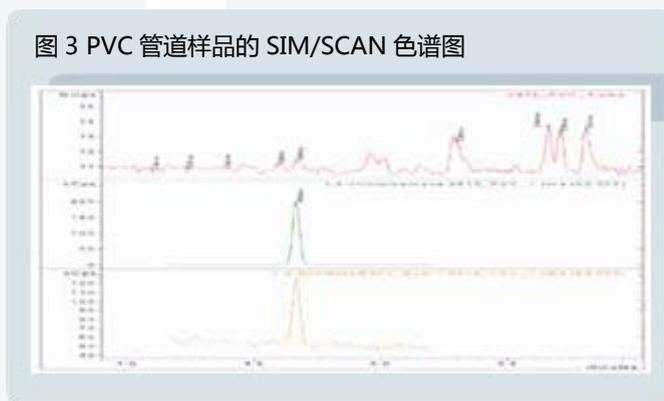
f 010-64060202

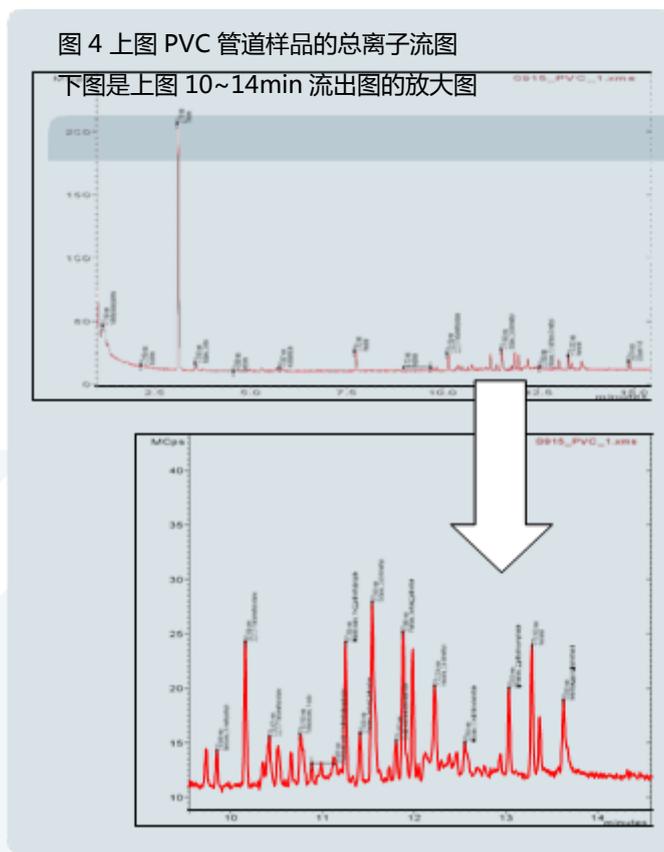
e techcomp@techcomp.cn

w www.techcomp.cn

11.983	异丁基辛基草酸酯	TIC	24356798	886	NIST
12.224	2, 4-二甲基己烷	TIC	29438408	817	NIST
12.554	1, 1-二氯-3-甲基己烷	TIC	8901146	656	NIST
13.033	2, 2-二羟基-1-苯基乙烷	TIC	13228981	879	NIST
13.282	壬醛	TIC	21900612	865	NIST
13.367	$\alpha, \alpha$ -二甲基苯甲醇	TIC	8960782	727	NIST
13.63	6-甲基-2-羟甲基吡嗪	TIC	9966499	741	NIST
14.874	2-癸烯醇	TIC	13070243	888	NIST

图 3 PVC 管道样品的 SIM/SCAN 色谱图





## 4 结论

SCION SHS-40 顶空自动进样器与 SCION GC/MS 联用，能够完美地实现材料样品中挥发性组分的定性以及定量。SIM 数据能够对目标物质浓度非常低的样品进行准确定量，全扫描数据可以得到 TIC 图，从而建立质量控制的指纹图谱。

## 5 参考文献

- (1) Developmental Effects of Endocrine-disrupting Chemicals in Wild life and Humans; T. Colborn, F. S. vom Saal, and A. M. Soto, W. Alton Jones Foundation, Washington, DC 20