

一种使用 Agilent 7667A 微型热脱附仪和 Agilent 5977E GC/MSD 系统分析玩具中排放的挥发性有机化合物的经济型 EN 71 解决方案

应用简报

作者

Xiaohua Li
安捷伦科技（上海）有限公司
中国上海市
外高桥保税区英伦路 412 号
邮编 200131

摘要

按照欧盟玩具安全标准 EN 71-11，使用配置 Agilent 7667A 微型热脱附仪的 Agilent 7820A 气相色谱仪和 Agilent 5977E 气质联用仪，开发了一种测定挥发性有机化合物的经济型解决方案。10 种挥发性目标化合物在 0.02 μg 到 2 μg 的校准范围内具有极好的线性，而环己酮和异佛尔酮则在 0.05 μg 到 5 μg 的范围内具有极好的线性。使用此方法，在塑料玩具和毛绒玩具样品中加入目标化合物并进行测试。结果具有出色的重现性。



Agilent Technologies

前言

挥发性有机化合物的潜在暴露和毒理学效应对儿童的健康构成了最大威胁。欧盟委员会要求执行欧洲标准 EN 71-11 来消除玩具中有机化学品的危害。对玩具或玩具材料的分析需遵循标准中规定的采样程序，而且方法性能必须达到标准中规定的准确性、精度和灵敏度。Agilent 5977E 气质联用系统是一款捆绑式系统，可为此类常规分析提供足够的灵敏度和出色的重现性。

实验部分

化学试剂

包括甲醇、二氯甲烷、己烷、苯、三氯乙烯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、环己酮、1,3,5-三甲苯、硝基苯和异佛尔酮在内的所有化学试剂均购自 J&K Scientific 有限公司。每种试剂的纯度为 99.5% 以上。将甲醇用作溶剂。

校准和样品前处理

液体标准溶液按照标准方法 EN71-11 制备，包含六种不同浓度的目标化合物的甲醇溶液，见表 2。然后将每种标准溶液在 80 mL/min 纯氮气吹扫流速下加入 Tenax-TA 管中，此过程使用 Markes International 公司标准溶液上样设备。

EN71 标准规定玩具样品必须使用热萃取装置在 40 °C 下进行萃取，萃取时间为 15 分钟，同时以 20 mL/min 的氮气进行吹扫。SUPELCO 公司的吸附管进样系统 (ATIS) 用于此项应用的开发。ATIS 是一款样品前处理装置，能够在固定温度下利用连续惰性气体流将固体样品中的挥发性有机化合物快速转移到吸附管中。将玩具样品剪成小块并放入玻璃萃取器中。在分析开始之前，将 1 µL 已知浓度的标样混合物加入到玩具样品中。

仪器条件

优化的仪器条件如表 1 中所示。

表 1. 挥发性有机释放物分析的优化仪器条件

Agilent 7667A 微型热脱附仪		Agilent 7820A 气相色谱仪和 Agilent 5977E 气质联用系统	
管吸附剂	Tenax TA	进样口	250 °C
管温度程序	35 °C (0 min) 升至 300 °C (3 min), 升温速率为 500 °C/min	载气	He, 1 mL/min
进样起始时间	2 min	分流比	50:1
传输线	180 °C	色谱柱	Agilent DB-624, 60 m × 0.25 mm, 1.4 µm (部件号 122-1364)
阀箱	175 °C	柱箱温控程序	在 50 °C 下保持 3 分钟，然后以 10 °C/min 升至 220 °C，保持 5 分钟
吹扫	100 mL/min 保持 0.5 min	MS 扫描范围	35–300
清洁	100 mL/min (310 °C) 保持 5 min		

结果与讨论

图 1 中的色谱图显示了最低含量标准品的脱附结果。如图所示，所有色谱峰均对称无拖尾，且响应强度满足标准的规定。

标准品的五次分析结果显示出极好的重现性。每个标准品都是通过手动加入到吸附管中。所有 RSD(%) 结果均低于 4%，包括加入低浓度和高浓度标样（表 2 中命名为浓度 1）的结果，这充分说明了热脱附仪和气质联用系统的卓越可靠性。

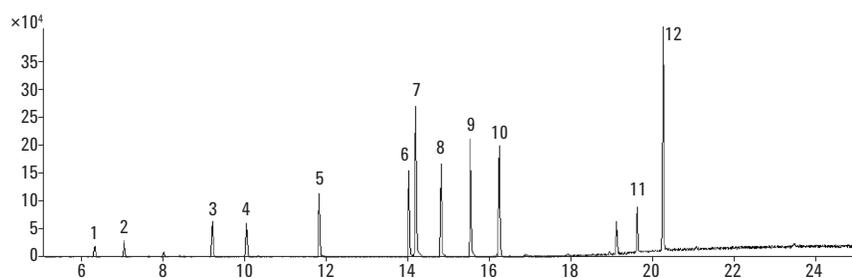


图 1. Tenax 管中浓度 1 液体标样的色谱图

表 2. 目标化合物的校准浓度、线性和重现性

编号	化合物	浓度 1 (μg)	浓度 2 (μg)	浓度 3 (μg)	浓度 4 (μg)	浓度 5 (μg)	浓度 6 (μg)	线性 (R^2)	RSD (%) 加标 1	RSD (%) 加标 2
1	二氯甲烷	0.02	0.04	0.1	0.2	1	2	0.9998	17.9%	29.2%
2	三氯乙烯	0.02	0.04	0.1	0.2	1	2	0.9995	4.6%	3.1%
3	正己烷	0.02	0.04	0.1	0.2	1	2	0.9999	4.4%	2.4%
4	苯	0.02	0.04	0.1	0.2	1	2	0.9998	4.6%	3.5%
5	甲苯	0.02	0.04	0.1	0.2	1	2	0.9998	4.3%	3.6%
6	乙基苯	0.02	0.04	0.1	0.2	1	2	0.9994	4.2%	2.5%
7	间/对二甲苯	0.04	0.08	0.2	0.4	2	4	0.9982	4.0%	3.8%
8	邻二甲苯	0.02	0.04	0.1	0.2	1	2	0.9984	4.4%	3.8%
9	1,3,5-三甲苯	0.02	0.04	0.1	0.2	1	2	0.9983	4.0%	14.4%
10	硝基苯	0.02	0.04	0.1	0.2	1	2	0.9994	3.0%	6.4%
11	环己酮	0.05	0.1	0.25	0.5	2.5	5	0.9989	3.4%	28.5%
12	异佛尔酮	0.05	0.1	0.25	0.5	2.5	5	0.9992	4.5%	24.2%

塑料玩具和毛绒玩具这两种样品均采用此方法进行加标和测试。
图 2 和 3 显示了每种样品的叠加色谱图。表 2 详细列出了加标样品中目标化合物的保留时间、校准线性和 RSD(%) 结果。

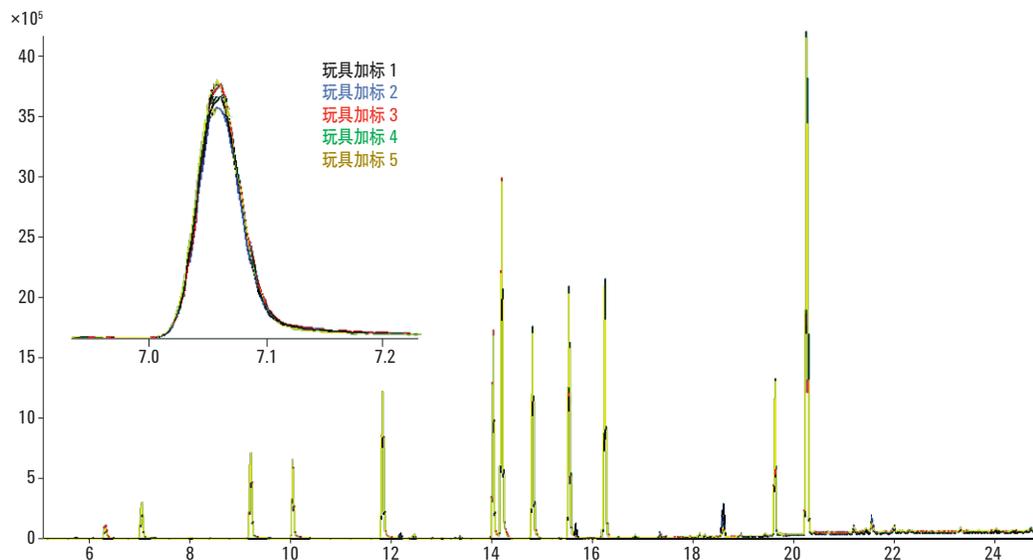


图 2. 五个加标塑料玩具样品的叠加色谱图 (加标 1)

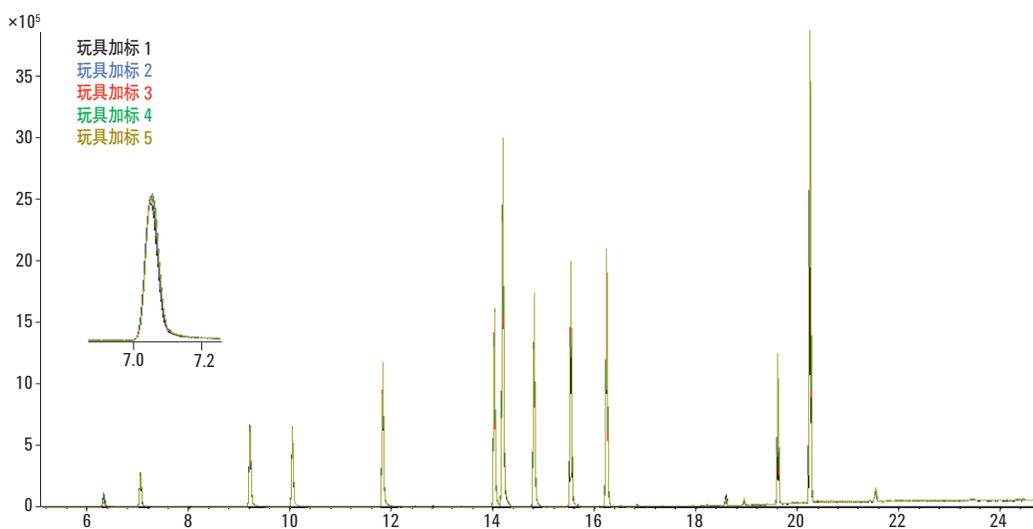


图 3. 五个加标毛绒玩具样品的叠加色谱图 (加标 2)

结论

使用配置 Agilent 7667A 微型热脱附仪的 Agilent 7820A 气相色谱仪和 Agilent 5977E 气质联用系统检测并研究儿童玩具中挥发性有机化合物的过程满足 EN71-11 标准的规定。此应用的测试结果表明该系统能为常规分析提供足够的灵敏度、线性和出色的重现性。

参考文献

1. EN71-11:2005 Safety of toys-Part11
Organic compounds - Methods of analysis

更多信息

这些数据代表典型结果。有关我们的产品和服务的详细信息，请访问我们的网站：www.agilent.com/chem/cn

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2013
2013 年 11 月 15 日，中国印刷
5991-3604CHCN



Agilent Technologies