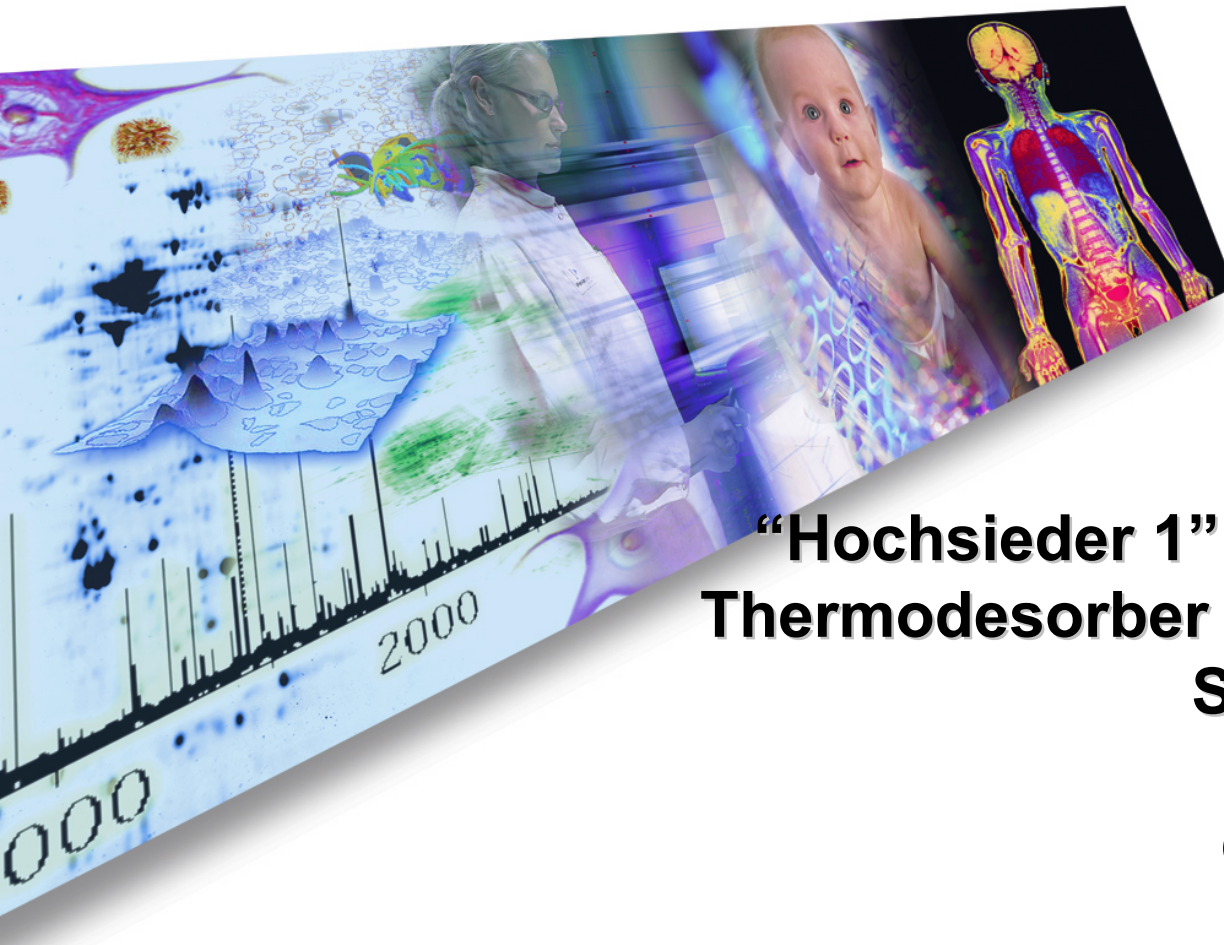




**“Hochsieder 1” -- Analyse mit dem
Thermodesorber TurboMatrix TD 650
Siedepunkte > 380°C**

**ChromSupport, Rodgau
Heiko Helms**

Phthalate Eigenschaften

Substanz	Substanz	CAS-Nr.	Mol- masse [g]	SMP [°C]	SP [°C]	Dampf- druck* [mPa]
Dimethyl-P	(DMP)	[131-11-3]	194,2	2	284	$< 10^{-4}$
Diethyl-P	(DEP)	[84-66-2]	222,2	-3	298	0,37
Di-(n-butyl)-P	(DBP)	[84-74-2]	278,4	-35	340	0,004
Butylbenzyl-P	(BBP)	[85-68-7]	312,4			0,002
Diocetyl-P	(DOP)	[117-84-0]	390,6		220**	$5,3 \cdot 10^{-9}$ $1,2 \cdot 10^{-7}$
Di-(2-ethylhexyl)-P	(DEHP)	[117-81-71]	390,6	-50	384	$1,9 \cdot 10^{-4}$ / $4,4 \cdot 10^{-8}$

SP bei 5 Torr

- Hohe Siedepunkte , niedrige Dampfdrucke
- Beispiel: DEHP K_p über 380 ° C bei Normaldruck
- Praktisch ubiquitär verbreitet
- Weltweite Produktion 3-4 Millionen t
- Einsatz in Kunststoffen, Lacken
- Geringe Wasserlöslichkeit
- Unter Verdacht der Fruchtschädigung

... eine Auswahl

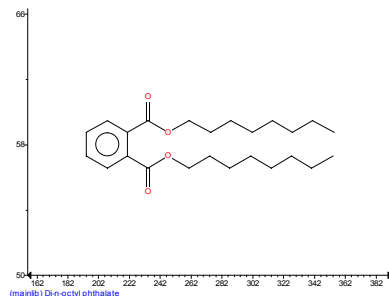
- **TurboMatrix TD 650**
- **Cold Trap: 1cm desaktivierte Glaswolle, ca. 1.5cm Tenax TA (lt. VDA 278)**
- **Temp. Cold Trap -20°C**
- **Desorbtion im Backflush, bei 280 °C**
- **Trärgas Helium, 1,2ml/min**

- **Clarus 500 GC**
- **PE-5 MS, 30m, 0.25iD, 0.25µm Film**

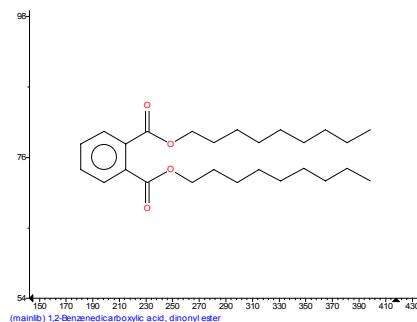
- **Clarus 500 MS (EI)**



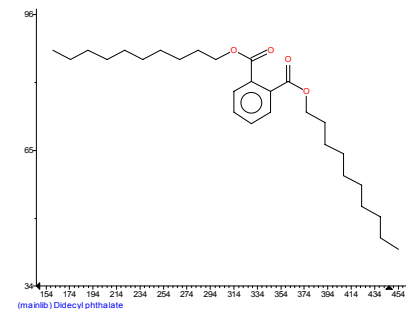
- Große, langkettige Moleküle
- Hohe Aktivität – Komponenten neigen zu Oberflächenadsorption
- Aktive Stellen im Probenweg - schlechte Peakform (Tailing)
- Das System darf keine kalten Stellen aufweisen



Diocetylphthalat (DOP)



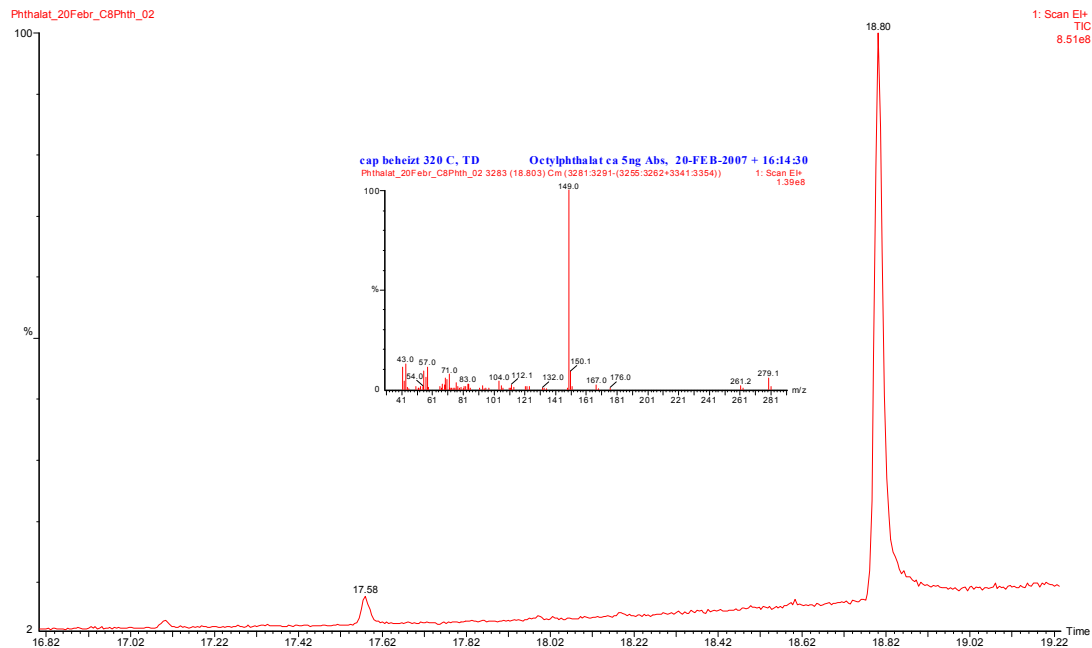
**Nonylphthalat
(techn. Gemisch)**



**Decylphthalat
(techn. Gemisch)**

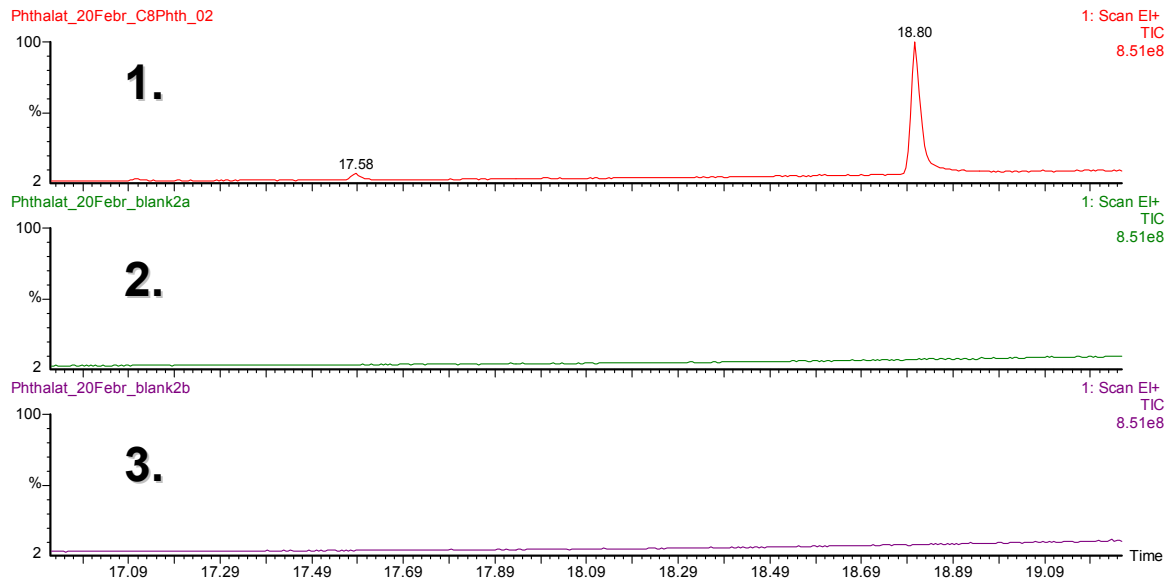
Diethylphthalat (DOP)

Octylphthalat ca 5ng Abs

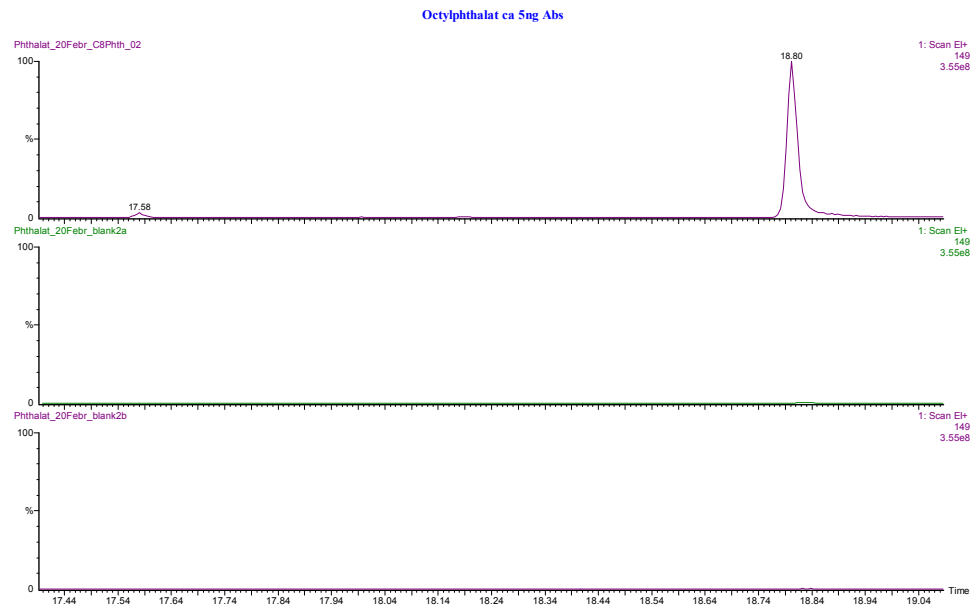


„Carry over“ – Octylphthalat ?

Octylphthalat ca 5ng Abs

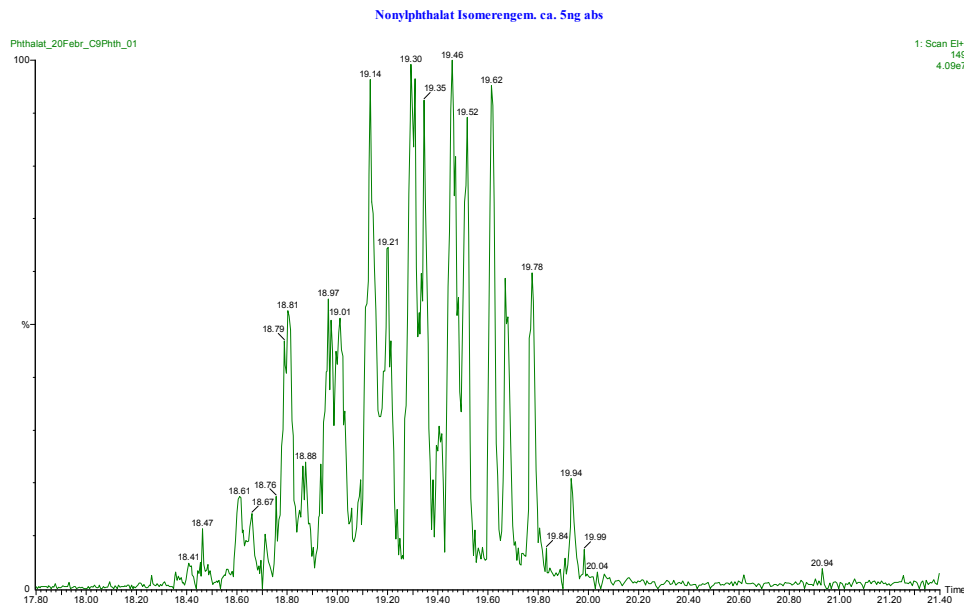


1. 5ng DOP Analyse mit TD 650
2. Danach erneutes desorbieren desselben Röhrchens.
3. 2. Wiederholung des Blanks

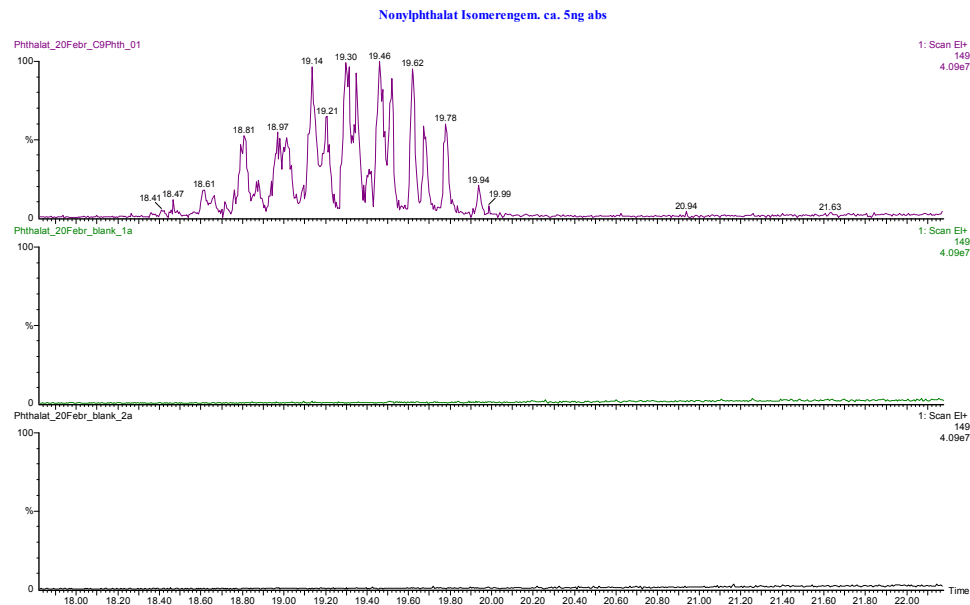


Darstellung des selektiven Fragmentions 149 Da

1. 5ng DOP Analyse mit TD 650
2. Danach erneutes desorbieren desselben Röhrchens.
3. 2. Wiederholung des Blanks



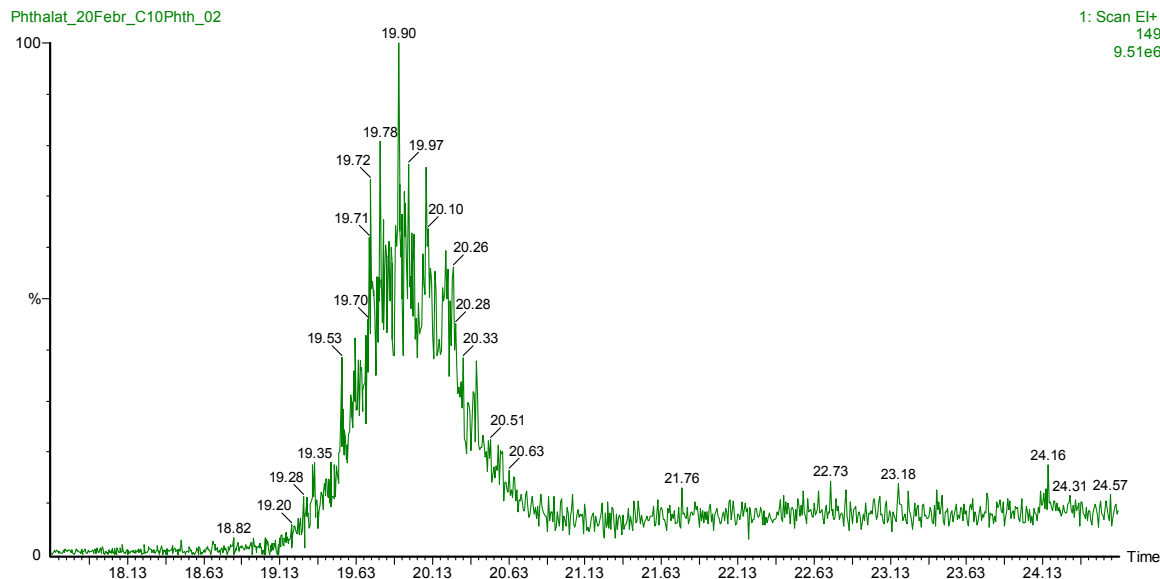
**Darstellung des selektiven Fragmentations 149 Da
Nonylphthalat - techn. Gemisch**



Darstellung des selektiven Fragmentations 149 Da

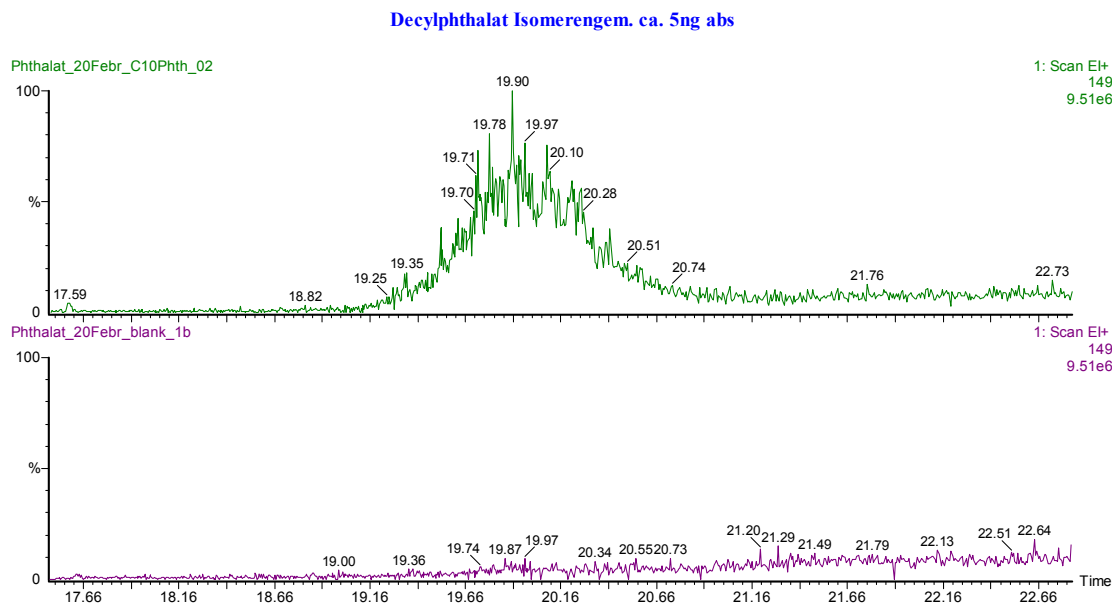
1. 5ng Nonylphthalat Analyse mit TD 650
2. Danach erneutes desorbieren desselben Röhrchens.
3. 2. Wiederholung des Blanks

Decylphthalat Isomerengem. ca. 5ng abs



**Darstellung des selektiven Fragmentations 149 Da
Decylphthalat - techn. Gemisch**

„Carry over“ – Decylphthalat (techn.) ?



1. 5ng Decylphthalat Analyse mit TD 650
2. Danach erneutes desorbieren desselben Röhrchens.

- **Weichmacher wie DOP, Nonyl- und Decylphthalat sind mit der Thermodesorbtion analysierbar**
- **Die Desorbtion ist im 1. Lauf vollständig – in den folgenden Analysen werden keine Phthalate detektiert (< 1%)**
- **Das System zeigt keine Verschleppung von hochsiedern.**
- **Kühlfalle: 1cm Glaswolle 1,3cm Tenax TA (gemäß VDA 278)**

