

GCMS+Py-Screener 检测塑料中 7 种邻苯二甲酸酯

GCMS-240

摘要：本文利用岛津 GCMS-QP2020 气相色谱-质谱联用仪结合 PY-3030D 多功能热裂解进样器建立了电子产品中邻苯二甲酸酯的分析方法。以 1000 mg/kg 的邻苯二甲酸酯树脂标准品进行重复性实验，各组分峰面积 RSD 均小于 8% (n=5)。该方法适用于电子产品中邻苯二甲酸酯的快速筛查定量。

关键词：GCMS 热裂解 邻苯二甲酸酯

邻苯二甲酸酯(PAEs) 主要用于聚氯乙烯材料，令聚氯乙烯由硬塑胶变为有弹性的塑胶，起到增塑剂的作用。广泛地应用于玩具、食品包装材料、医用血袋和胶管、清洁剂、润滑油、个人护理用品等。研究表明，邻苯二甲酸酯具有雌激素的特征及抗雄激素生物效应，会干扰动物和人体正常的内分泌功能，引起动物与人体内分泌系统紊乱，在体内长期积累会导致畸形、癌变和突变。邻苯二甲酸酯可通过饮水、进食、皮肤接触和呼吸等途径进入人体。欧盟已先后出台了多项关于产品(包括玩具、日用品等)中限制使用邻苯二甲酸酯的禁令和相关检测标准。

目前对于邻苯二甲酸酯的检测多采用气相色谱质谱联用法。常见的前处理方法有索式抽提、超声萃取、微波萃取等。

本文建立了热裂解-气相色谱质谱联用法测定电子产品中邻苯二甲酸酯的检测方法。相对于传统索氏抽提、微波萃取等，该方法不需要做前处理，直接称取样品上机分析就能得到分析结果，可以更简单快捷的筛

选树脂样品中的邻苯二甲酸酯。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2020 气相色谱-质谱联用仪；
PY-3030D 多功能热裂解进样器带 48 位 AS-1020E 自动进样器。

1.2 分析条件

热裂解条件：

炉温程序：200℃_20℃/min_300℃_5℃/min
340℃(1 min)

GCMS 条件：

色谱柱：SH-Rxi-1HT(15 m×0.25 mmID×0.25 μm)

进样口温度：300℃

柱温程序：80℃_20℃/min_300℃ (5 min)

载气控制方式：线速度

线速度：52.1 cm/sec

进样方式：分流

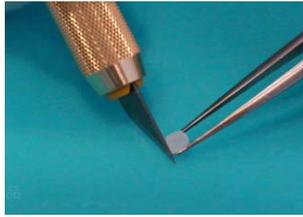
离子源温度：230℃

色谱质谱接口温度：320℃

采集模式：FASST (Scan/SIM 模式)。各组分选择离子见表 1。

1.3 样品制备

按照 Py-Screener 分析系统的要求，对样品进行制备。



切取适量样品



放入样品杯中称重后待测

结果讨论

2.1 标准谱图

7 种邻苯二甲酸酯的 TIC 图，如图 1 所示。

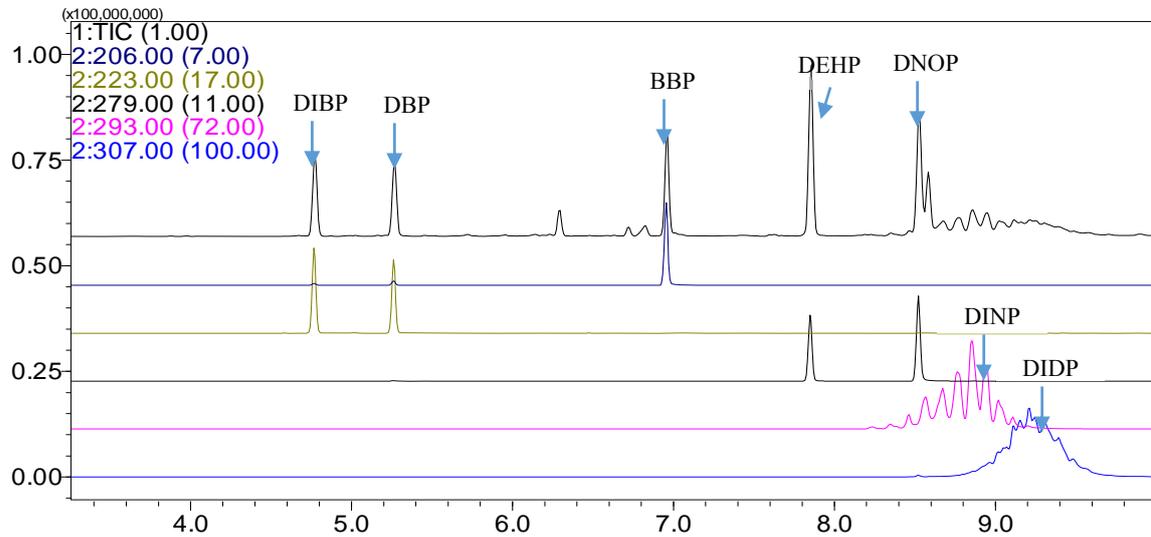


图 1 7 种邻苯二甲酸酯的 TIC 图 (1000 mg/kg)

表 1. 7 种邻苯二甲酸酯的保留时间及选择离子

No.	中文名称	英文缩写	保留时间(min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	4.769	223	205
2	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	5.263	223	205
3	邻苯二甲酸苯基丁酯	BBP	6.957	206	91
4	邻苯二甲酸二己酯	DEHP	7.852	279	167
5	邻苯二甲酸二辛酯	DNOP	8.524	279	167
6	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	8.898	293	-
7	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	9.306	307	-

2.2 重复性结果

以 1000 mg/kg 的邻苯二甲酸酯树脂标准品进行重复性实验，各组峰面积及 RSD % 见表 2。

表 2. 峰面积重复性结果(n=5)

No.	化合物名称(缩写)	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	RSD(%)
1	DIBP	489045	512089	504247	488690	499427	2.02
2	DBP	427700	444918	437317	428408	427872	1.77
3	BBP	1127032	1288270	1221472	1153278	1056003	7.62
4	DEHP	702226	738958	732674	724154	700693	2.43
5	DNOP	1035314	1139737	1090246	1048489	1046424	4.03
6	DINP	1326161	1452895	1421720	1387856	1393466	3.37
7	DIDP	1338487	1454803	1406605	1366692	1383553	3.16

2.3 样品测试

按照 1.3 样品分析步骤对某电子产品样品进行处理，上机分析。该样品谱图见图 2，测定结果见表 3。

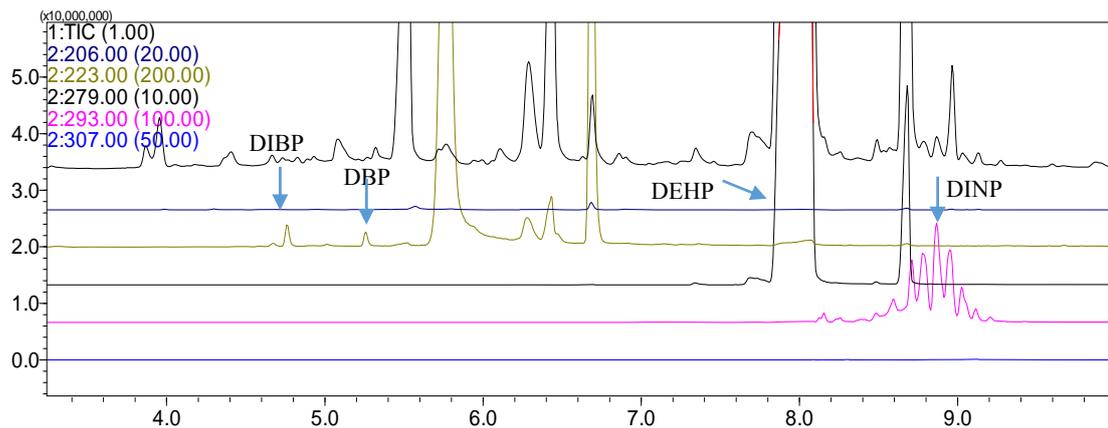


图 2 样品 TIC 色谱图

表 3 样品测定结果

No.	化合物名称	含量 (mg/kg)
1	DIBP	75
2	DBP	56
3	BBP	N.D
4	DEHP	127090
5	DNOP	N.D
6	DINP	1756
7	DIDP	N.D

备注：N.D 为未检出。

■ 结论

本文利用岛津 GCMS-QP2020 气相色谱-质谱联用仪结合 PY-3030D 多功能热裂解进样器建立了电子产品中邻苯二甲酸酯的分析方法。以 1000 mg/kg 的邻苯二甲酸酯树脂标准品进行重复性实验, 各组分峰面积 RSD 均小于 8% (n=5)。相对于传统索氏抽提, 该方法不需要做前处理, 直接称取样品上机分析就能得到分析结果, 可以更简单快捷的筛选树脂样品中的邻苯二甲酸酯。