

# Py-Screener 检测电子产品中邻苯二甲酸酯和溴化阻燃剂

## GCMS-278

**摘要：**本文利用岛津 Py-Screener 系统建立了电子产品中邻苯二甲酸酯和溴化阻燃剂的快速筛查方法。以 1000 mg/kg 的邻苯二甲酸酯树脂标准品和 ERM-EC591 溴化阻燃剂标准品进行重复性实验，各组分峰面积 RSD% 均小于 10% (n=5)。该方法适用于电子产品中邻苯二甲酸酯和溴化阻燃剂的快速筛查。

**关键词：**Py-Screener 热裂解 邻苯二甲酸酯 溴化阻燃剂

作为电子电器产品的生产和出口大国，中国电子电气制造行业蓬勃发展并在国际市场上占据了重要地位。然而在电子产品的生产和使用过程中，其含有的有害物质会对人类健康和社会环境造成危害。因此，全球各国的法律法规对电子电气产品中的有害物质限制也日趋严格，不断为中国广大电子电气制造企业带来新的挑战。欧盟 RoHS2.0 将于 2019 年 7 月结束过渡期，过渡期后所有电子电器设备需要符合 RoHS 2.0 法规中的限量要求，新法规除原有溴化阻燃剂 (PBDEs 和 PBBs) 等 6 项有毒有害物质外，新增加了 4 种邻苯二甲酸酯 (DEHP、DBP、BBP 和 DIBP)。

对于邻苯二甲酸酯和溴化阻燃剂的检测常见的前处理方法有索式抽提、微波萃取等，并需要对提取液净化，

操作烦琐费时，溶剂用量大，不利于生产企业对其产品的快速检测。2017 年 3 月 28 日，国际电工委员会 (IEC) 发布了电子电器中有害物质的测试标准 IEC 62321-8:2017：采用气相色谱质谱联用仪 (GC-MS)，配有热裂解 / 热脱附附件的气相色谱质谱联用仪 (Py/TD-GC-MS) 测定聚合物中的邻苯二甲酸酯。这为企业快速判断产品是否满足欧盟 RoHS 2.0 邻苯限制提供了筛查方法。

本文利用岛津 Py-Screener 系统建立了电子产品中邻苯二甲酸酯和溴化阻燃剂的快速筛查方法。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电子产品中的邻苯二甲酸酯和溴化阻燃剂。

## 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°C \_20°C /min\_300°C \_5°C /min  
340°C (1 min)

GCMS 条件：

色谱柱：SH-Rxi-1HT( 15 m×0.25 mmID  
×0.1 μm)

进样口温度：300°C

柱温程序：80°C \_20°C /min\_300°C (5 min)

载气控制方式：线速度

线速度：52.1 cm/sec

进样方式：分流

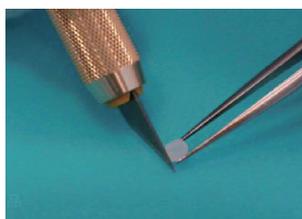
离子源温度：230°C

色谱质谱接口温度：320°C

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

## 结果与讨论

### 2.1 标准谱图

邻苯二甲酸酯和溴化阻燃剂的 TIC 图，如图 1、图 2 所示。

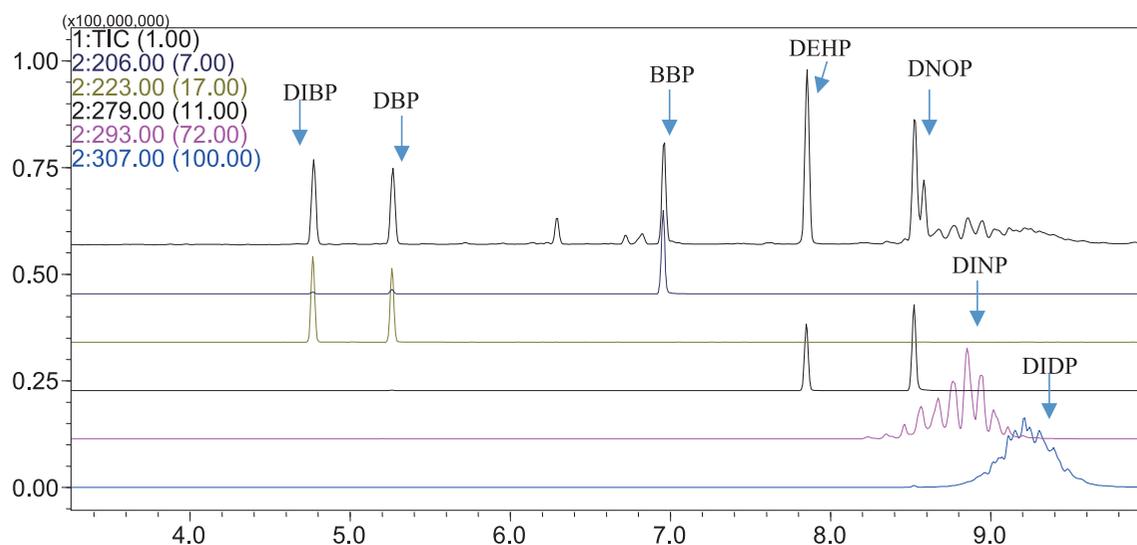


图1 邻苯二甲酸酯标准品的TIC图 (1000 mg/kg)

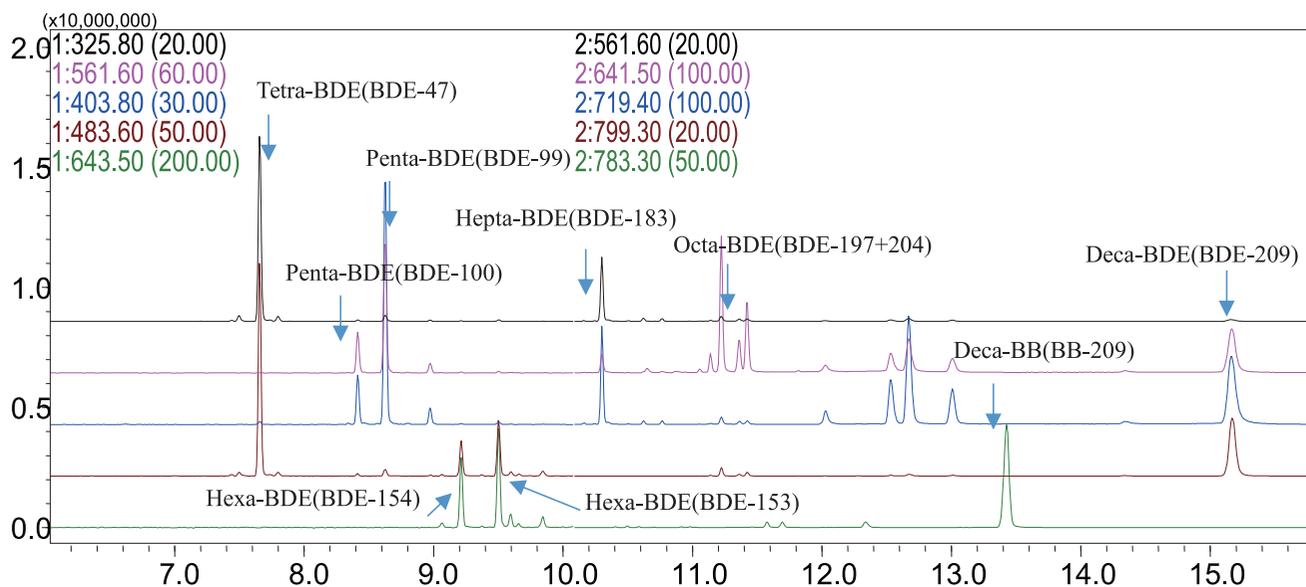


图2 ERM-EC591溴化阻燃剂标准品的TIC图

表1 邻苯二甲酸酯和溴化阻燃剂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	223.0	205.0
2	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	5.263	223.0	205.0
3	邻苯二甲酸苯基丁酯	BBP	6.957	206.0	91.0
4	邻苯二甲酸二己酯	DEHP	7.852	279.0	167.0
5	邻苯二甲酸二辛酯	DNOP	8.524	279.0	167.0
6	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	8.898	293.0	-
7	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	9.306	307.0	-
8	2,2',4,4'-四溴二苯醚	Tetra-BDE(BDE-47)	7.655	325.8	483.6
9	2,2',4,4',6-五溴二苯醚	Penta-BDE(BDE-100)	8.412	403.8	561.6
10	2,2',3,4,4'-五溴二苯醚	Penta-BDE(BDE-99)	8.623	403.8	561.6
11	2,2',4,4',5,6-六溴二苯醚	Hexa-BDE(BDE-154)	9.208	483.6	643.5
12	2,2',4,4',5,5'-六溴二苯醚	Hexa-BDE(BDE-153)	9.500	483.6	643.5
13	2,2',3,4,4',5,6-七溴二苯醚	Hepta-BDE(BDE-183)	10.300	561.6	721.4
14	2,2',3,3',4,4',6,6'-八溴二苯醚+ 2,2',3,4,4',5,6,6'-八溴二苯醚	Octa-BDE(BDE-197+204)	11.215	641.5	643.5
15	十溴联苯	Deca-BB(BB-209)	13.420	783.3	785.3
16	十溴二苯醚	Deca-BDE(BDE-209)	15.167	799.3	959.1

## 2.2 重复性结果

以 1000 mg/kg 的邻苯二甲酸酯树脂标准品及 ERM-EC591 溴化阻燃剂标准品进行重复性实验, 各组分峰面积及 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
8	Tetra-BDE(BDE-47)	921999	917745	957190	1105450	1085329	9.11
9	Penta-BDE(BDE-100)	206168	189140	200373	233489	228313	8.90
10	Penta-BDE(BDE-99)	1009258	1006920	1031510	1184174	1164748	8.12
11	Hexa-BDE(BDE-154)	79414	78707	79739	92821	90980	8.24
12	Hexa-BDE(BDE-153)	140500	144989	144769	165161	164670	7.83
13	Hepta-BDE(BDE-183)	190840	189,106	186445	215429	219472	7.91
14	Octa-BDE(BDE-197+204)	86121	96,033	86141	103298	104472	9.35
15	Deca-BB(BB-209)	249053	235,314	220552	246807	236719	4.76
16	Deca-BDE(BDE-209)	454460	389147	409941	481679	482790	9.57

### 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 3，测定结果见表 3。

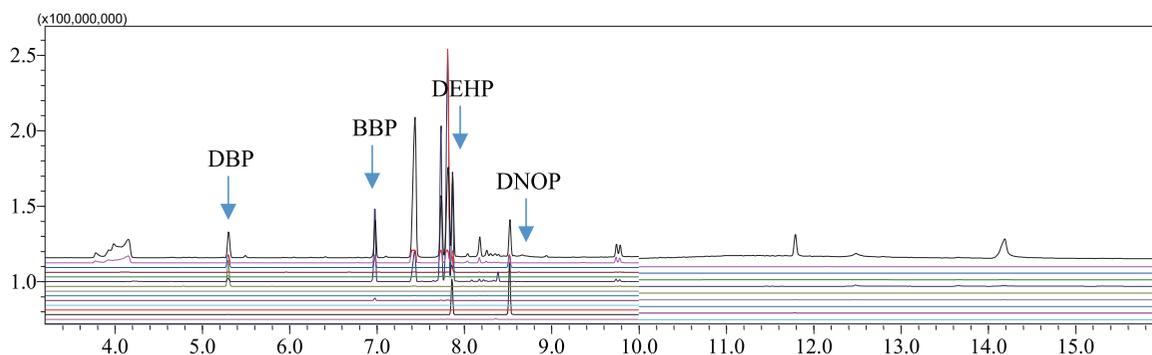


图3 样品TIC色谱图

表3 样品测定结果

No.	化合物名称(缩写)	含量 (mg/kg)
1	DIBP	N.D
2	DBP	1285
3	BBP	1389
4	DEHP	1298
5	DNOP	1301
6	DINP	N.D
7	DIDP	N.D
8	Tetra-BDE(BDE-47)	N.D
9	Penta-BDE(BDE-100)	N.D
10	Penta-BDE(BDE-99)	N.D
11	Hexa-BDE(BDE-154)	N.D
12	Hexa-BDE(BDE-153)	N.D
13	Hepta-BDE(BDE-183)	N.D
14	Octa-BDE(BDE-197+204)	N.D
15	Deca-BB(BB-209)	N.D
16	Deca-BDE(BDE-209)	N.D

备注：N.D 为未检出。

### 结论

本文利用岛津 Py-Screener 系统建立了电子产品中邻苯二甲酸酯和溴化阻燃剂的快速筛查方法。以 1000 mg/kg 的邻苯二甲酸酯树脂标准品和 ERM-EC591 溴化阻燃剂标准品进行重复性实验，各组分峰面积 RSD% 均小于 10% (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电子产品中的邻苯二甲酸酯和溴化阻燃剂。