

# Fast Py-Screener 快速方法筛查 PVC 线皮中 7 种邻苯二甲酸酯

GCMS-308

**摘要：**本文利用岛津 Py-Screener v1.20 版本中的 Fast Py-Screener 快速方法筛查了电子电气产品 PVC 线皮中的 7 种邻苯二甲酸酯类，以 100 mg/kg 的邻苯二甲酸酯标准品进行重复性实验，各组分峰面积 RSD 均小于 8% (n=6)。同一 PVC 线皮样品用快速方法和标准方法分别分析，两次分析的结果相对相差在 20% 以内。结果证明，Fast Py-Screener 快速方法 (12.25min) 可以用于电子电气产品中 7 种邻苯二甲酸酯类的筛查，筛查效果同 Py-Screener(30min)，大大节省了分析时间。

**关键词：**气相色谱质谱联用仪 Py-Screener PVC 线皮 邻苯二甲酸酯

PVC 电线皮价格低廉，性能优良，在电线电缆绝缘保护材料中长期占有重要地位，但是这种材料含对环境对人体有害物质，且在应用于特殊环境时存在诸多问题。随着人们环保意识的增强和对材料性能要求的提高，对 PVC 材料提出了更高的要求。

Py-Screener 是一款符合 RoHS 2.0 法规要求，用于法规禁用邻苯二甲酸酯类和溴化阻燃剂物质快速筛查工具。全面应对 RoHS 法规新增 4 种邻苯二甲酸酯类物质快速筛查。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。标准的 Py-Screener 方法分析时间按 IEC62321-8 中要求为 30 分钟，2019 年上半年岛津公司推出了 Fast-Py-Screener 快速方法，将分析时间缩短为 12.25 分钟。

本文利用岛津 Py-Screener v1.20 版本中的 Fast Py-Screener 快速方法筛查电子电气产品 PVC 线皮中的 7 种邻苯二甲酸酯类，快速方法测试结果与标准方法测试结果接近，符合 IEC 法规要求。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

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：150°C \_200°C /min\_300°C (0.5 min)

GCMS 条件

色谱柱 :Rxi-1HT (15 m×0.25 mm×0.10 μm)

柱温程序：80°C \_40°C /min\_200°C \_20°C /min \_300°C (3 min)

进样口温度：300°C

流速控制方式：恒线速度方式

线速度：52.1 cm/s

接口温度：300°C

进样方式：分流进样

分流比：50:1

离子化方式：EI

离子源温度：230°C

色谱质谱接口温度：320°C

检测器电压：调谐电压 +0.1 kV

采集模式：FASST，离子信息见表 1

## ■ 样品前处理

按照 Py-Screener 分析系统的要求，对样品进行制备。称取 0.3~0.8 mg 样品于 Eco- 样品杯中，添加少量石英棉覆盖样品，上机待测。



## ■ 结果讨论

3.1 7 种邻苯二甲酸酯的标准谱图，

按照 Fast\_GCMS\_Schedule 的批处理顺序采集标准和样品，STD-1000 标准品总离子流图见图 1，质量色谱图见图 2，7 种邻苯二甲酸酯类相关信息见表 1。

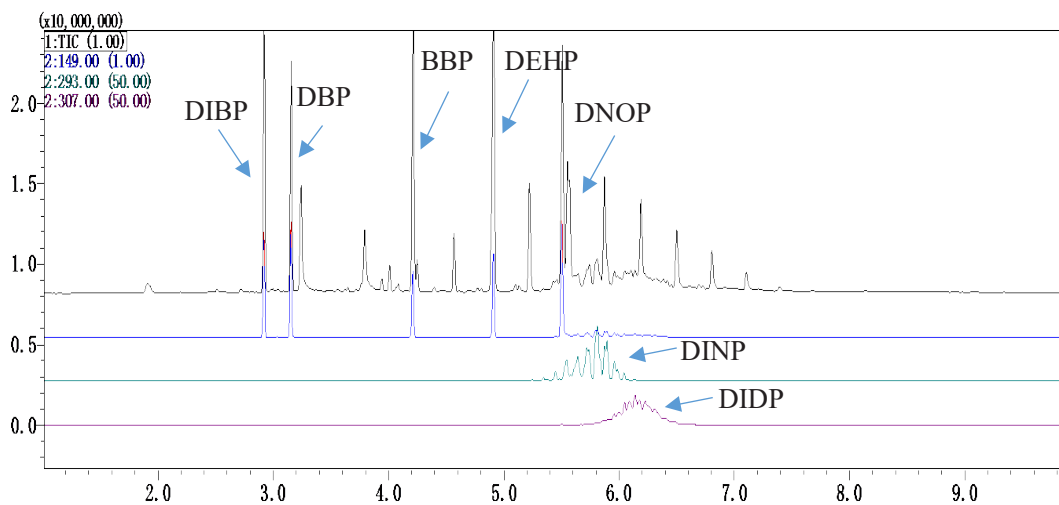


图 1 7 种邻苯二甲酸酯的 TIC 图 (1000 mg/kg)

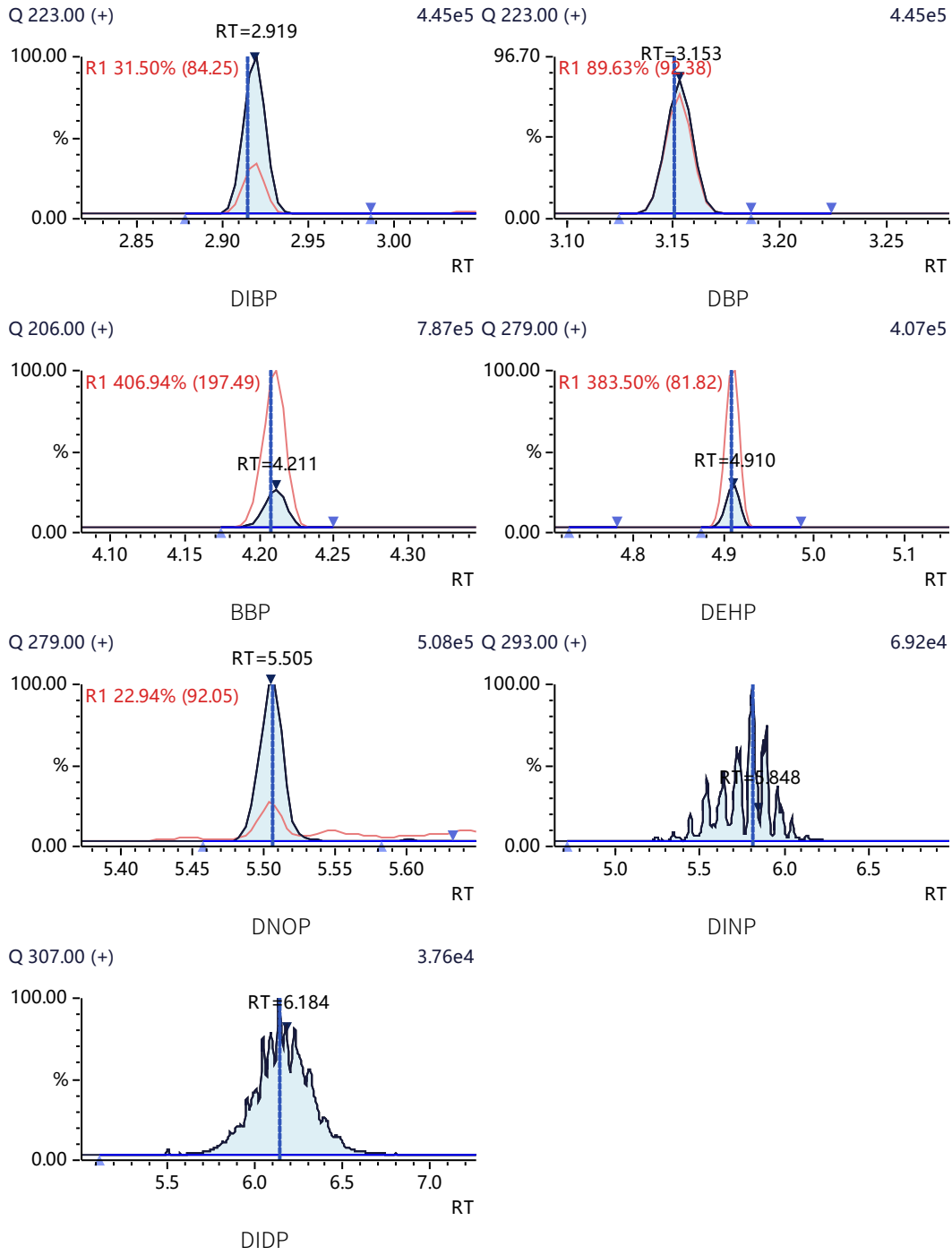


图 2 7 种邻苯二甲酸酯的 MC 图 (1000 mg/kg)

表 1 邻苯二甲酸酯组分信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	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	84-69-5	2.919	223	205
2	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	84-72-7	3.153	223	205
3	邻苯二甲酸苯基丁酯	BBP	85-68-7	4.211	206	91
4	邻苯二甲酸二己酯	DEHP	117-81-7	4.910	279	167
5	邻苯二甲酸二辛酯	DNOP	117-84-0	5.505	279	167
6	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	28553-12-0	5.848	293	-
7	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	26761-40-0	6.184	307	-

### 3.2 重复性测试结果

以 100 mg/kg 的 7 种邻苯二甲酸酯标准品进行重复性实验, 由于取样量不同, 对结果峰面积有影响, 所以以各组分浓度 (浓度单位: mg/kg) 考察重复性, 重复性测试结果见表 2。

表 2 重复性测试结果 (n=6, 浓度单位: mg/kg)

ID	组分名称	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6	RSD (%)
1	DIBP	91.8	98.08	105.07	101.37	95.96	92.36	5.31
2	DBP	97.67	102.05	109.55	105.66	105.59	101.54	3.98
3	BBP	94.24	97.71	106.3	97.26	95.5	84.25	7.40
4	DEHP	146.6	154.91	143.19	128.7	143.2	155.11	6.70
5	DNOP	89.79	93.34	103.87	99.73	94.16	91.54	5.59
6	DINP	140.85	128.96	130.97	114.84	118.76	117.87	7.93
7	DIDP	99.12	104.63	111.8	105.18	104.42	102.74	3.95

### 3.3 残留测试

为考察仪器分析高浓度样后的残留情况, 进高浓度样品后, 接着对空杯进行分析, 残留测试结果见表 3。

表 3 残留测试结果 (浓度单位: mg/kg)

组分名称	DIBP	DBP	BBP	DEHP	DNOP	DINP	DIDP
高浓度样品	3032.13	1084.78	N.D	358	N.D	505.9	N.D
空杯	6.61	5.72	N.D	3.46	N.D	N.D	N.D
残留率 (%)	0.18	0.52	0.0	0.96	0.00	0.00	0.00

### 3.4 样品测试

同一 PVC 线皮样品取两份分别用 Py-Screener 标准方法和 Fast Py-Screener 快速方法进行分析, 色谱图见图 3~6, 结果比较见表 4。

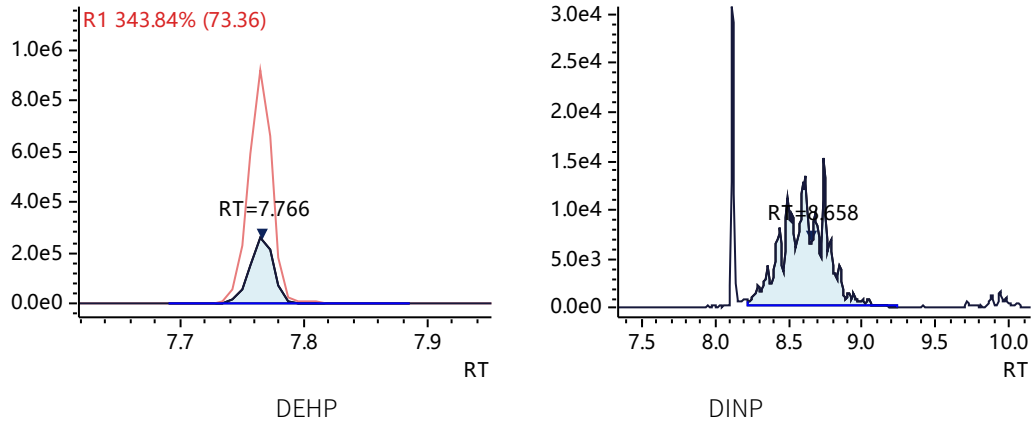


图3 Py-Screener 标准方法测试彩色线皮 DEHP 和 DINP 色谱图 (仅列举可疑和超标组分)

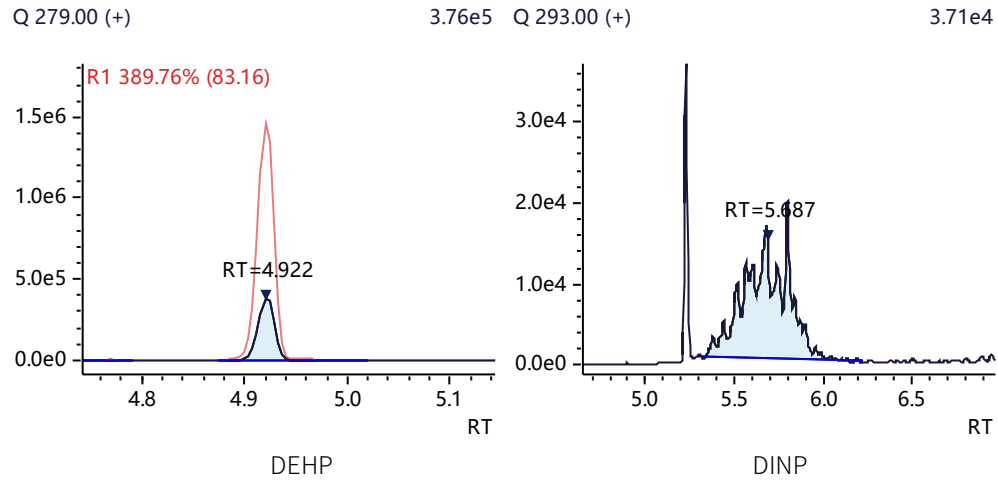


图4 Fast Py-Screener 快速方法测试彩色线皮 DEHP 和 DINP 色谱图 (仅列举可疑和超标组分)

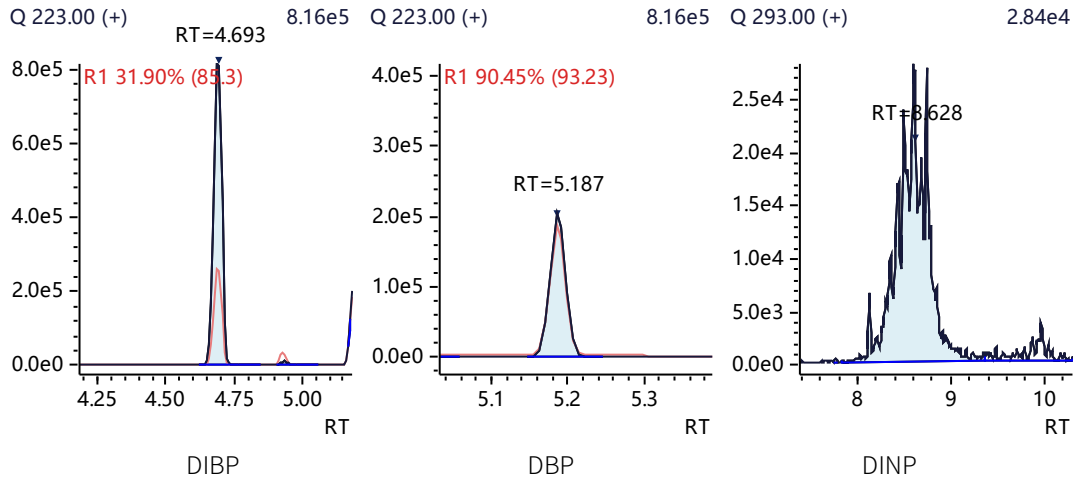


图5 Py-Screener 标准方法测试灰色线皮 DIBP, DBP 和 DINP 色谱图 (仅列举可疑和超标组分)

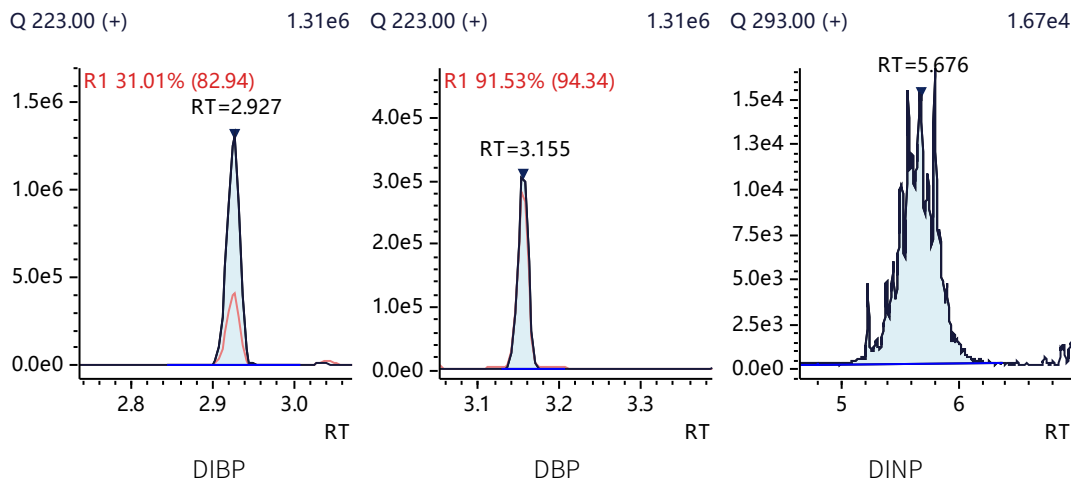


图 6 Fast Py-Screener 快速方法测试灰色线皮 DIBP, DBP 和 DINP 色谱图 (仅列举可疑和超标组分)

表 4 测试结果比较 (仅列举可疑和超标组分, 浓度单位: mg/kg)

分析方法	样品名称	DIBP	DBP	DEHP	DINP
标准方法	灰色线皮	3632.13	932.24	--	504.74
快速方法	灰色线皮	2990.65	778.95	--	538.33
	相对相差 (%)	19.37	17.90	--	6.44
标准方法	彩色线皮	--	--	1395.52	671.54
快速方法	彩色线皮	--	--	1344.12	594.49
	相对相差 (%)	--	--	3.75	12.17

## 结论

本方法采用岛津 Py-Screener-邻苯二甲酸酯筛查系统中的 Fast Py-Screener 快速方法对 PVC 线皮中 7 种邻苯二甲酸酯进行分析。对 100 mg/kg 的标准品重复进样 6 次, 7 种邻苯二甲酸酯浓度 RSD 小于 8%; 高浓度样品残留率小于 1%, 表明连续分析时, 高浓度样品的残留不会对下一个样品的分析结果产生干扰。同一个样品用快速方法和标准方法得到结果相对相差在 20% 以内, 说明快速方法可以达到和标准方法同样的筛查效果, 使用该方法可快速筛查 PVC 线皮中 7 种邻苯二甲酸酯, 较 Py-Screener 标准方法缩短一半, 大大节省了分析时间, 适合样品量大的用户。