

Py+GCMS-QP2010 SE 测定电子电气产品 中的 7 种邻苯二甲酸酯

GCMS-355

摘要： 本文利用岛津 Py+GCMS-QP2010 SE 系统建立了电子电气产品中邻苯二甲酸酯的分析方法。相较于传统的检测方法，该法称样后直接上机测定，无需使用有机溶剂，环境友好，能快速筛查出电子电气产品中的邻苯二甲酸酯，简单快捷。

关键词： Py-Screener 邻苯二甲酸酯 电子电气产品

2015 年 6 月，欧盟 RoHS 指令（欧盟 RoHS 2.0）正式将 4 项邻苯二甲酸酯（DEHP、DBP、BBP、DIBP）纳入限制范围，限值浓度均为 0.1%。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《电子电气产品中某些物质的测定 第 8 部分》：使用气相色谱质谱联用仪，或配有热裂解 / 热脱附附件的气相色谱质谱

联用仪 (Py/TD-GCMS) 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。

本文采用岛津 Py+GCMS-QP2010 SE 系统建立了电子电气产品中邻苯二甲酸酯的分析方法。该方法样品不需要做前处理，直接称样上机分析就能得到结果，可以简单快捷的检测电子电气产品中的邻苯二甲酸酯。

■ 实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2010 SE 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

PY 热裂解条件

炉温程序：150°C _ 200°C /min_320°C (0.5 min)

GCMS 条件

色谱柱：SH-Rxi-1HT (15 m × 0.25 mm × 0.1 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/sec

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

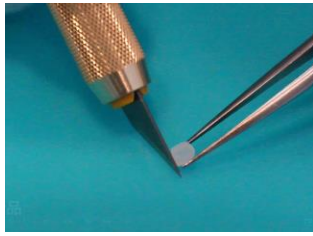
色谱质谱接口温度：300°C

检测器电压：调谐电压 +0.2 kV

采集模式：FASST，离子信息见表 1

■ 样品制备

称取约 0.5 mg 的样品于 Eco- 样品杯中，添加少量石英棉覆盖样品，直接上机测定。



切取适量样品



放入样品杯中称重



加入石英棉

■ 结果与讨论

3.1 邻苯二甲酸酯的 TIC 图见图 1，化合物相关信息见表 1，质量色谱图如图 2 所示。

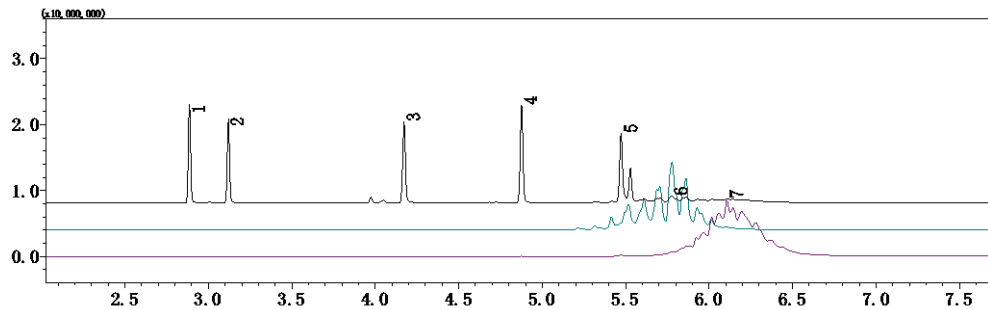
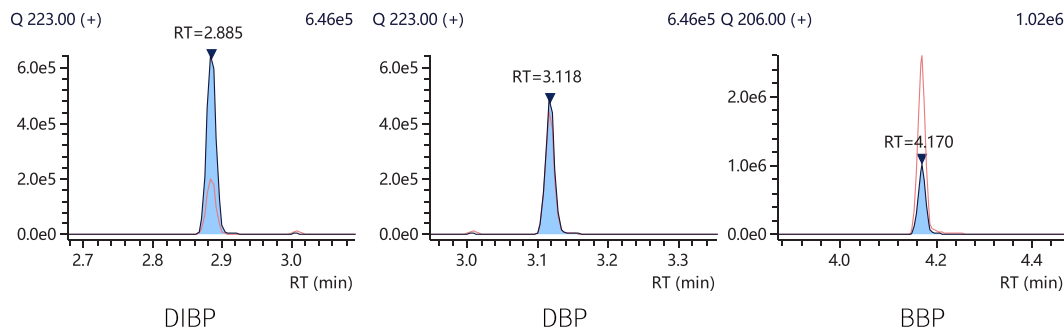


图 1 邻苯二甲酸酯 TIC 图 (1000 mg/kg)

表 1 邻苯二甲酸酯化合物信息

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	2.885	223.0	205.0
2	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	3.118	223.0	205.0
3	邻苯二甲酸苯基丁酯	BBP	4.170	206.0	91.0
4	邻苯二甲酸二己酯	DEHP	4.875	279.0	167.0
5	邻苯二甲酸二辛酯	DNOP	5.470	279.0	167.0
6	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	5.831	293.0	-
7	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	6.174	307.0	-



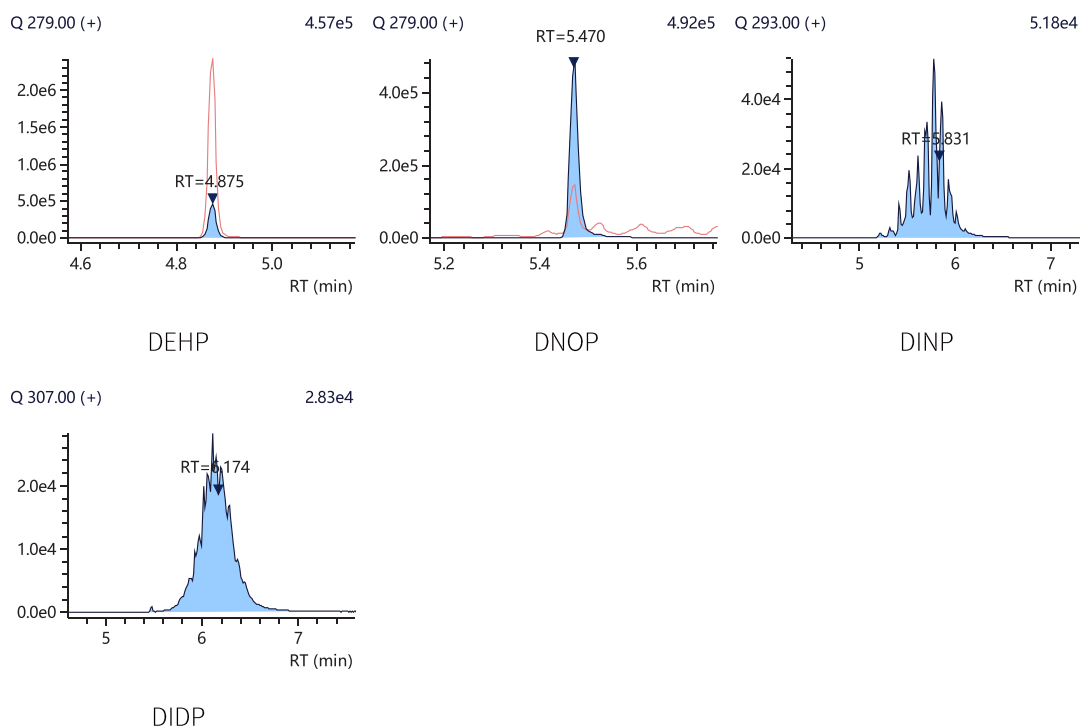


图 2 邻苯二甲酸酯质量色谱图

3.2 残留测试

为考察仪器分析高浓度样后的残留情况，进 1000 mg/kg 标准样品后，接着对空杯进行分析，残留测试结果见表 2。空白色谱图见图 3。

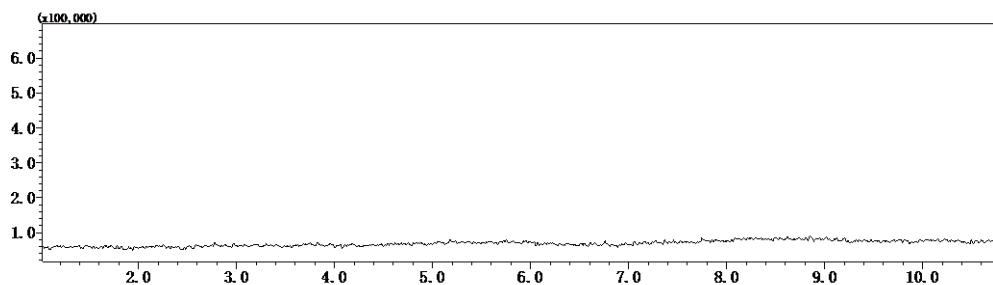


图 3 空白色谱图 (空杯)

表 2 残留测试结果 (单位: mg/kg)

No.	组分名称	残留量
1	DIBP	N.D
2	DBP	N.D
3	BBP	N.D
4	DEHP	N.D
5	DNOP	N.D
6	DINP	N.D
7	DIDP	N.D

注: N.D 表示未检测到峰

3.3 灵敏度测试

以 100 mg/kg 的邻苯二甲酸酯树脂标准品进行灵敏度实验，各组分的信噪比（S/N 值）均在 30 以上，S/N 结果见表 3。色谱图见图 4。

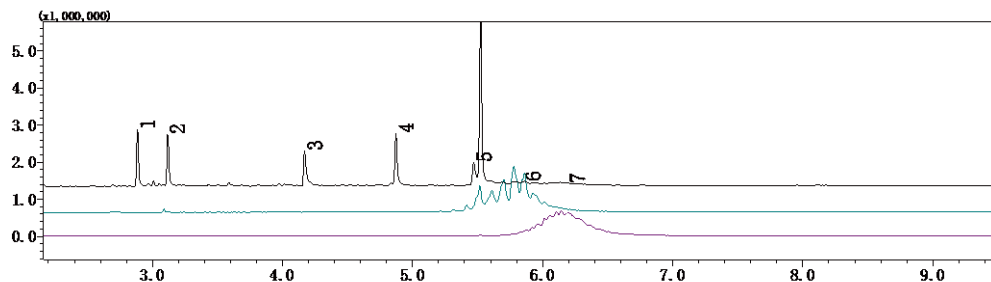


图 4 邻苯二甲酸酯色谱图 (100 mg/kg)

表 3 灵敏度测试结果

No.	组分名称	信噪比 (S/N)
1	DIBP	3976
2	DBP	633
3	BBP	4020
4	DEHP	2051
5	DNOP	1985
6	DINP	307
7	DIDP	255

3.4 重复性测试

以 1000 mg/kg 的邻苯二甲酸酯树脂标准品进行重复性实验。由于取样量不同，对峰面积结果有影响，所以以测得的各组分浓度（浓度单位：mg/kg）考察重复性，重复性测试结果见表 4。

表 4 重复性测试结果 (n=6, 浓度单位：mg/kg)

No.	英文缩写	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6	RSD %
1	DIBP	1031.65	999.58	1016.69	1002.07	992.34	957.66	2.50
2	DBP	1026.77	1002.69	1012.70	998.00	994.78	965.07	2.06
3	BBP	1006.82	988.08	1027.04	988.52	1012.56	976.98	1.86
4	DEHP	1000.47	968.97	1050.27	978.69	1007.60	994.00	2.84
5	DNOP	996.32	975.30	1053.24	979.52	992.38	1003.24	2.81
6	DINP	995.82	972.07	1039.78	980.20	993.31	1018.82	2.52
7	DIDP	998.71	964.54	1044.16	974.42	988.33	1029.84	3.13

3.5 样品测试

对某品牌电线插头进行测试，该样品色谱谱图见图 5，测试结果见表 5。

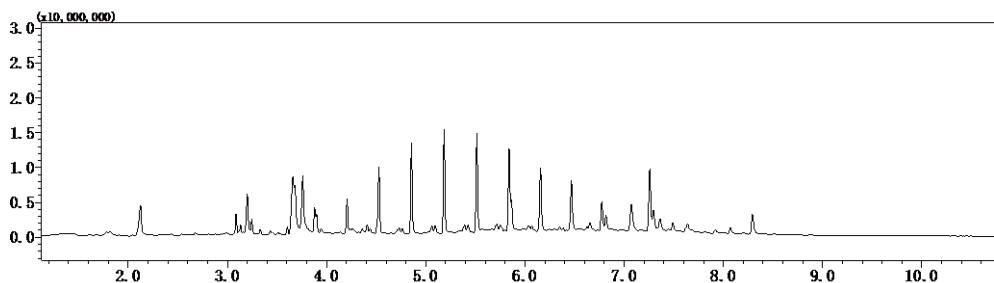


图5 电线插头样品色谱图

表5 测试结果 (单位: mg/kg)

No.	英文缩写	含量 (mg/kg)
1	DIBP	4.57
2	DBP	14.19
3	BBP	N.D
4	DEHP	17.03
5	DNOP	N.D
6	DINP	N.D
7	DIDP	N.D

注: N.D 表示未检测到峰

■ 结论

本方法采用岛津 Py+GCMS-QP2010 SE 系统建立了电子电气产品中 7 种邻苯二甲酸酯的分析方法。该方法样品不需要做前处理, 直接称样上机分析就能得到结果, 可以简单快捷的检测电子电气产品中的邻苯二甲酸酯。

岛津应用云

