

# Py-screener 系统检测橡塑材料中 18 种邻苯二甲酸酯含量

GCMS-411

**摘要：** 本文使用岛津 Py-screener 系统，建立了橡塑材料中 18 种邻苯二甲酸酯的筛查检测的方法。相较于传统的检测方法，该法称样后直接上机测定，无需进行大量前处理实验，溶剂消耗少，分析速度快，便于企业用户对产品和原料进行风险评估。

**关键词：** Py-screener 系统 邻苯二甲酸酯

Py-screener 系统是岛津公司针对欧盟 RoHs 2.0 推出的邻苯二甲酸酯检测的筛查系统。该系统对于塑化产品中添加剂（如邻苯二甲酸酯类塑化剂、溴化阻燃剂等）的检测，是利用裂解器的热解析（热脱附）功能，在严格的加热条件下，使添加剂释放并有效转移到色谱柱进行分离，质谱进行检测，实现定性定量分析。该方法避免了高负荷的前处理操作，降低了实验室的溶剂、时间消耗和人员培训成本，适合企业用户对产品或原料进行风险评估。

目前欧盟 REACH 法规已将多种邻苯二甲酸酯类化合物列入了高度关注物质（SVHC）。企业或商业机构在进行 SVHC 测试时，为了节约检测成本，往往可先对材料进行风险评估的筛查。Py-screener 系统可为此提供可靠的帮助，建立快速有效的筛查。

本文采用岛津 Py-screener 系统，建立了橡塑材料中 18 种邻苯二甲酸酯的筛查检测的方法。其中包含了欧盟 REACH 法规清单中所列明出的邻苯二甲酸酯类物质，从而拓宽了该系统检测筛查邻苯二甲酸酯类物质的范围。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱 - 质谱联用仪  
PY-3030D 多功能热裂解进样器

### 1.2 分析条件

热裂解条件

裂解炉温度程序：200°C \_20°C /min\_300°C \_5°C /min\_340°C (1 min)

接口温度：300°C

GCMS 条件

色谱柱：Rxi -1HT, 15 m×0.25 mm×0.1 μm

进样口温度：300°C

恒线速度：52.1 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：50:1

离子化方式：EI

柱温程序：80°C \_20°C /min\_300°C (5 min)

离子源温度：230°C

色谱质谱接口温度：320°C

采集模式：FASST 模式，各化合物选择离子见表 1。

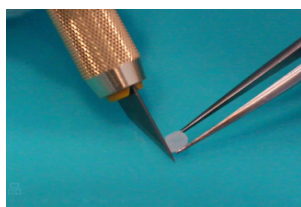
### 1.3 样品的制备

#### 1.3.1 固体标准品的制备

准确称取一定质量的 PC 聚合物溶于四氢呋喃试剂中，配制成一定浓度的 PC 聚合物溶液。用微量注射器吸取一定量的 PC 聚合物溶液注入样品杯中，再加入适量的 18 种邻苯二甲酸酯标准溶液，充分混合均匀后室温下干燥，得到浓度为 1000 mg/kg 和 1000 mg/kg 的 18 种邻苯二甲酸酯 PC 材质的固体标准品。

### 1.3.2 样品制备

称取约 0.5 mg 的样品至样品杯中，填充少量石英棉后上机分析。



切取适量样品



放入样品杯中称重后待测

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品色谱图

18 种邻苯二甲酸酯标准色谱图及质量色谱图见图 1 和图 2，化合物信息见表 1。

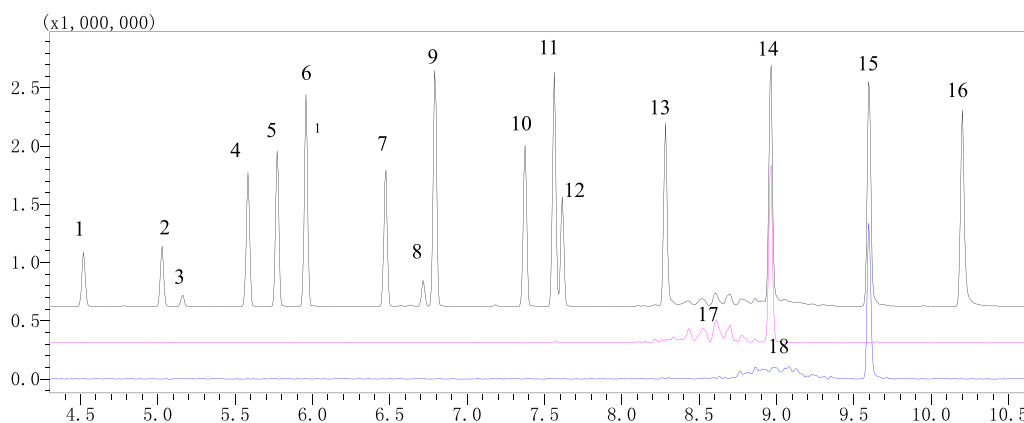
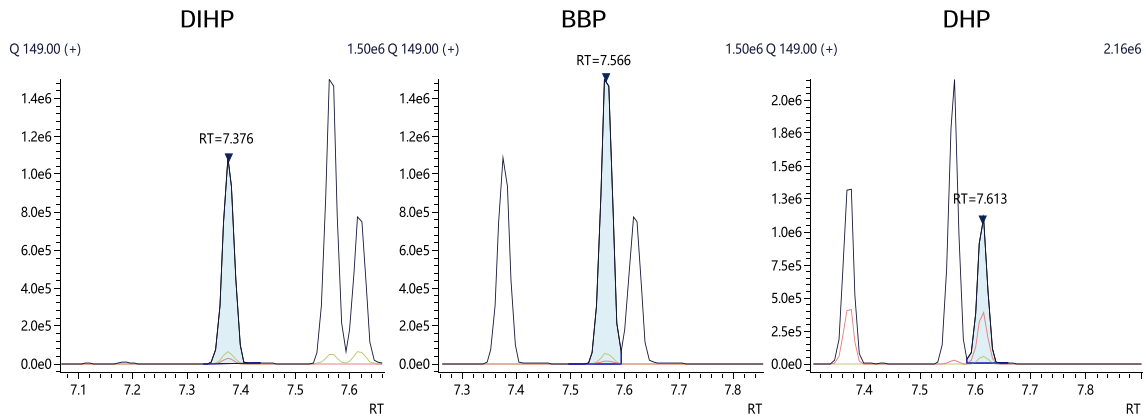
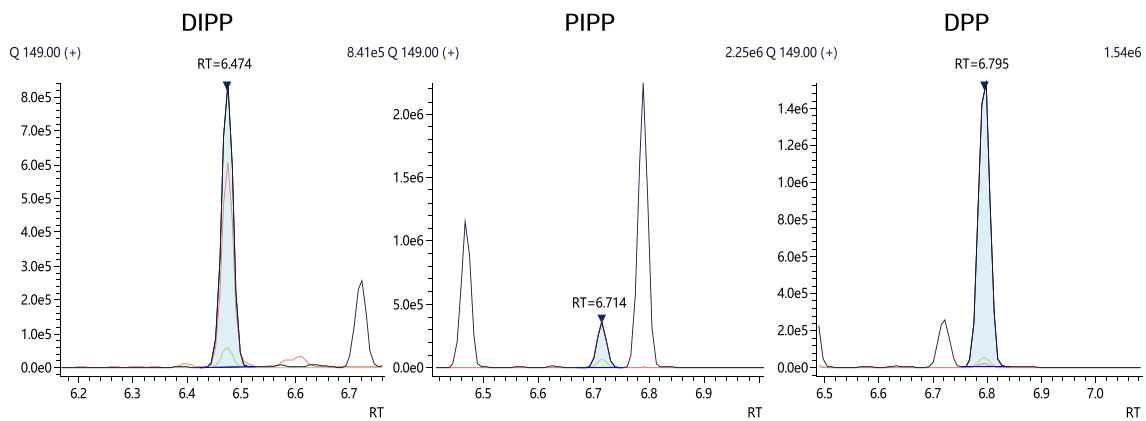
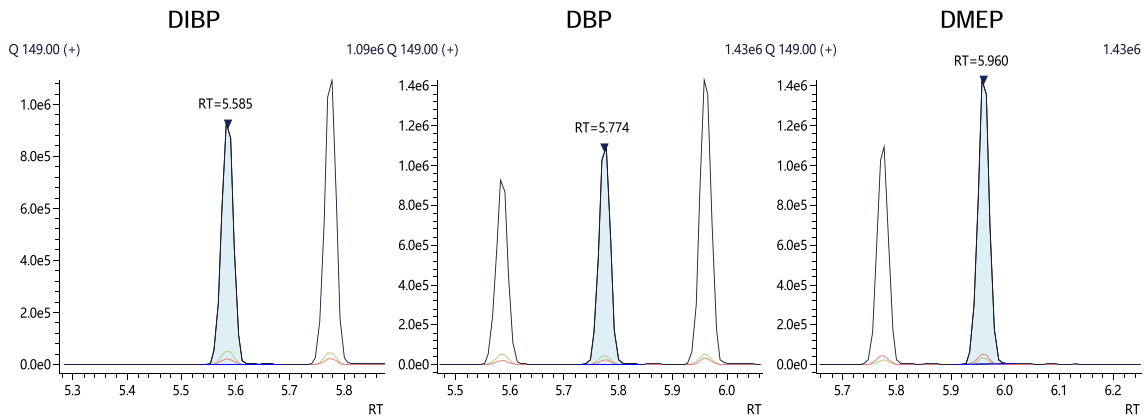
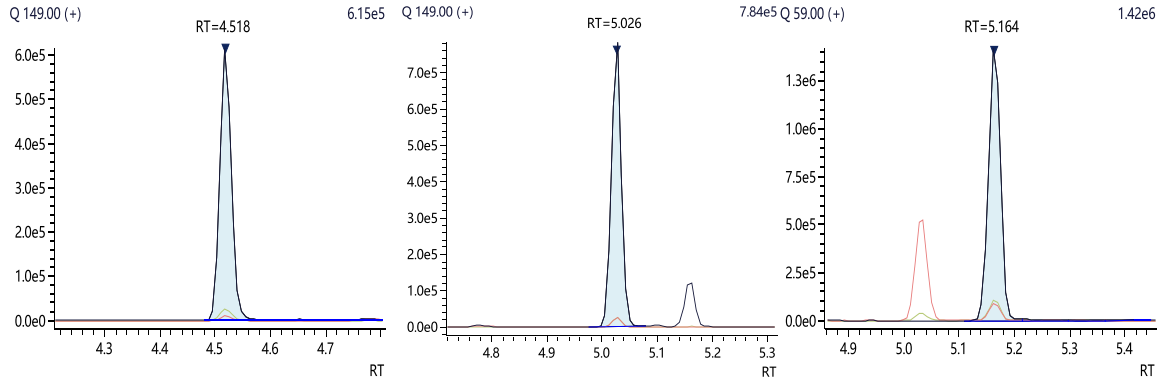


图 1 18 种邻苯二甲酸酯标准品色谱图

表 1 18 种邻苯二甲酸酯类化合物信息

No.	化合物名称	英文简称	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	4.518	149	205; 223
2	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	84-74-2	5.026	149	205; 223
3	邻苯二甲酸二甲氧乙酯	DMEP	117-82-8	5.164	59	149; 104
4	邻苯二甲酸二异戊酯	DIPP	605-50-5	5.585	149	219; 237
5	邻苯二甲酸正戊基异戊基酯	PIPP	776297-69-9	5.775	149	219; 237
6	邻苯二甲酸二戊酯	DPP	131-18-0	5.960	149	237; 219
7	邻苯二甲酸二(4-甲基戊)酯	DIHP	71850-09-4	6.474	149	85; 251
8	邻苯二甲酸苄基丁酯	BBP	85-68-7	6.713	149	91; 206
9	邻苯二甲酸二己酯	DHP	84-75-3	6.791	149	233; 251
10	邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	84-61-7	7.376	149	249; 104
11	邻苯二甲酸二正庚酯	DHepP	3648-21-3	7.564	149	247; 265
12	邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯	DEHP	117-81-7	7.611	149	167; 279
13	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	117-84-0	8.278	279	167; 149
14	邻苯二甲酸二壬酯	DNP	84-76-4	8.958	149	293
15	邻苯二甲酸二癸酯	DDP	84-77-5	9.594	149	307

16	邻苯二甲酸双十一烷基酯	DUP	3648-20-2	10.204	149	167; 321
17	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	68515-48-0	8.620	293	—
18	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	26761-40-0	9.063	307	—



DCHP

DHepP

DEHP

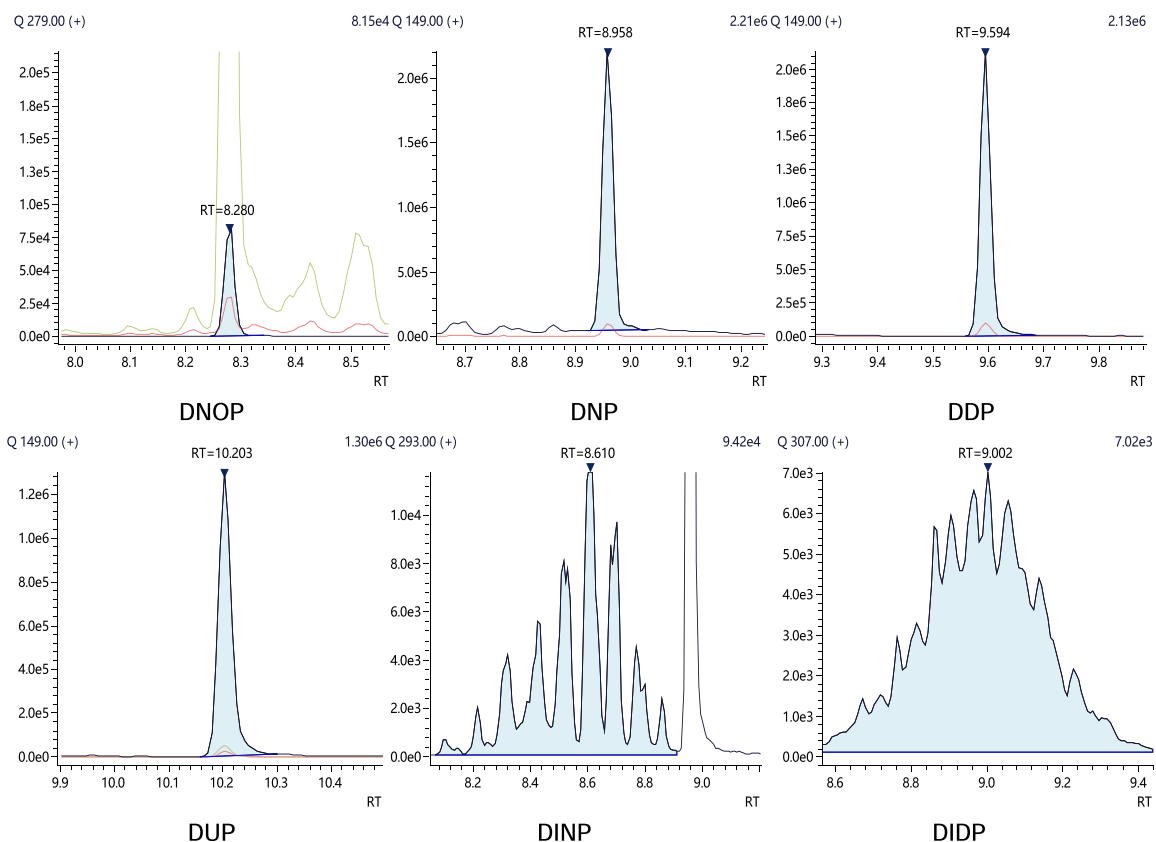


图 2 18 种邻苯二甲酸酯质量色谱图

## 2.2 重复性测试

平行制备 6 份 1000 mg/kg 基质标准品，连续进样，考察重复性，测试结果见表 2。

表 2 重复性测试结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	DIBP	932427	969049	1010825	929255	1021198	874890	5.8
2	DBP	966428	1030887	1,047908	997675	1,089650	925574	5.8
3	DMEP	2474925	2596426	2489698	2455265	2587628	2457978	2.6
4	DIPP	1743321	1794758	1742844	1668638	1897519	1749604	4.3
5	PIPP	1857407	2018343	1917833	1888433	2111920	2012247	4.9
6	DPP	2653760	2771983	2655281	2655495	2916916	2735219	3.8
7	DIHP	1682592	1769861	1694298	1697960	1774813	1803921	3.0
8	BBP	444246	438724	449555	459003	495441	405096	6.6
9	DHP	2823011	3028965	2921356	2965860	3245067	3161003	5.2
10	DCHP	1961495	2052913	1942662	2021568	2188922	2159334	4.9
11	DHepP	2797421	2977514	2775670	2971939	3175610	3073069	5.2
12	DEHP	1539312	1565106	1613189	1619182	1674701	1598221	2.9
13	DNOP	119403	124443	129210	128035	132332	129365	3.6
14	DNP	3516594	3755279	3621443	3750372	3925733	4157651	6.0
15	DDP	3393517	3591876	3517371	3620849	3885623	3919261	5.7
16	DUP	2775417	2880080	2771394	2923751	3090787	3192030	5.8
17	DINP	151741	154880	162360	159690	168967	158650	3.8
18	DIDP	146203	149447	155947	153638	161699	159135	3.8

### 2.3 灵敏度测试

利用 100 mg/kg 的基质标准品，进样分析，计算出各化合物信噪比。结果如下表 3。

表 3 灵敏度测试结果

No.	化合物名称	信噪比	No.	化合物名称	信噪比
1	DIBP	3890	10	DCHP	1217
2	DBP	2667	11	DHepP	1598
3	DMEP	552	12	DEHP	1308
4	DIPP	1071	13	DNOP	1262
5	PIPP	1119	14	DNP	202
6	DPP	1572	15	DDP	1443
7	DIHP	1137	16	DUP	776
8	BBP	719	17	DINP	808
9	DHP	1669	18	DIDP	196

### 2.4 实际样品检测

采用本方法对电线皮、橡胶及 PVC 塑料样品进行检测，色谱图如下图 4~ 图 6 所示。样品测定结果见表 4。

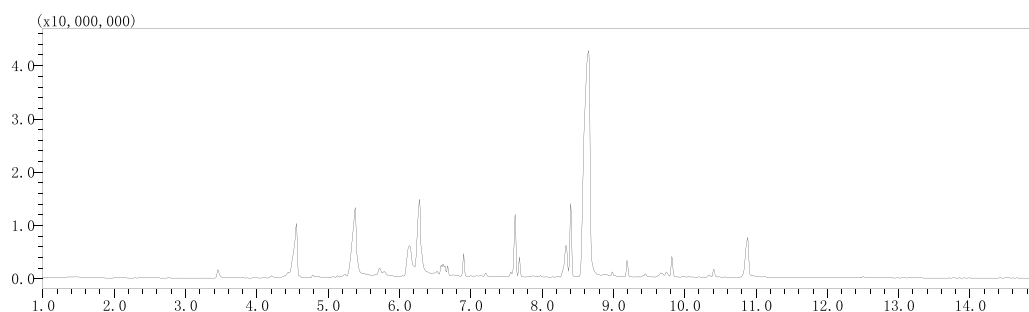


图 4 电线皮样品色谱图

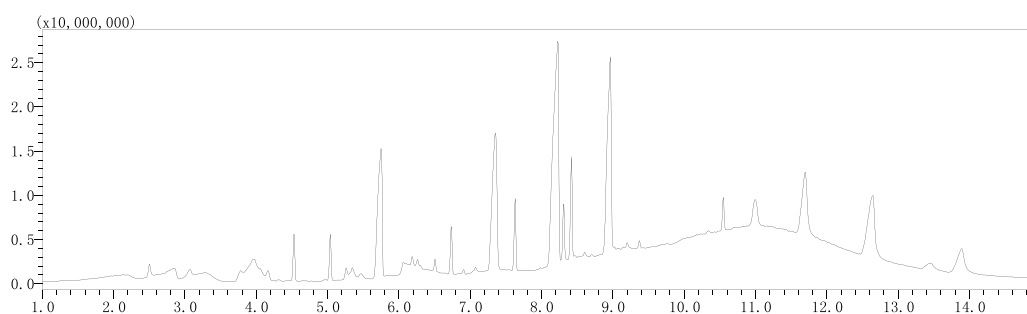


图 5 橡胶样品色谱图

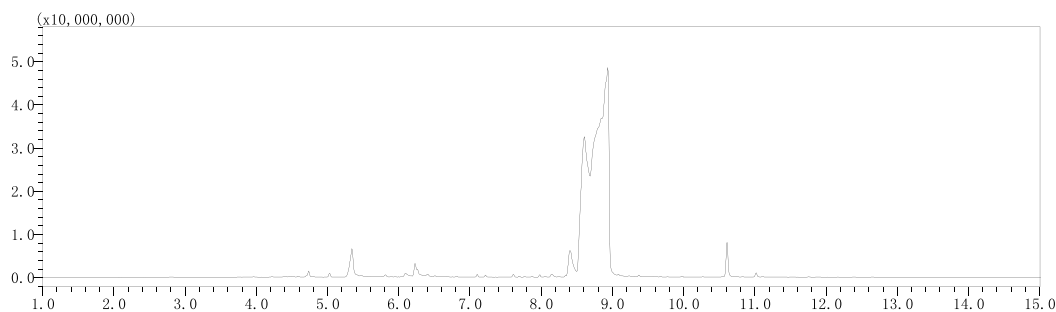


图 6 PVC 塑料样品色谱图

表 4 样品测试结果

No.	化合物名称	样品含量 (mg/kg)		
		电线皮	橡胶	PVC 塑料
1	DIBP	33.82	2655.39	250.88
2	DBP	74.26	2858.27	1494.03
3	DMEP	N.D.	N.D.	N.D.
4	DIPP	N.D.	N.D.	N.D.
5	PIPP	N.D.	N.D.	N.D.
6	DPP	N.D.	N.D.	N.D.
7	DIHP	N.D.	N.D.	N.D.
8	BBP	N.D.	2870.65	N.D.
9	DHP	N.D.	N.D.	N.D.
10	DCHP	N.D.	N.D.	N.D.
11	DHepP	N.D.	N.D.	N.D.
12	DEHP	2681.29	1429.23	161.89
13	DNOP	N.D.	1390.92	N.D.
14	DNP	N.D.	N.D.	N.D.
15	DDP	N.D.	N.D.	N.D.
16	DUP	N.D.	N.D.	N.D.
17	DINP	N.D.	1257.85	N.D.
18	DIDP	N.D.	18333.15	N.D.

N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本方法采用岛津 Py-screener 系统，建立了橡塑材料中 18 种邻苯二甲酸酯类化合物的分析方法。该方法样品不需要做前处理，直接称样上机分析就能得到筛查结果，可以方便快速地筛查出橡塑材料中的邻苯二甲酸酯含量。

岛津应用云

