

# PY-GCMS 筛查检测塑料制品中六氯丁二烯、五氯苯硫酚和异丙基化磷酸三苯酯

GCMS-425

**摘要：** 本文利用岛津 Py-Screener 系统建立了塑料制品中六氯丁二烯、五氯苯硫酚和异丙基化磷酸三苯酯的筛查检测方法。以浓度为 100 mg/kg 和 1000 mg/kg 的固体标准品连续进样 6 次考察仪器的重复性，各组分峰面积 RSD 均小于 5%，精密度良好。该方法称样后直接上机测定，无需使用有机溶剂，适用于塑料制品中六氯丁二烯、五氯苯硫酚和异丙基化磷酸三苯酯的筛查检测。

**关键词：** Py-Screener 系统 六氯丁二烯 五氯苯硫酚 异丙基化磷酸三苯酯

六氯丁二烯 (HCBD) 是一种脂肪族卤代烃，主要在生产氯代烃时作为副产品产生，常用于橡胶加工、液压油、传热液或变压器油中的溶剂。HCBD 对水生无脊椎动物，鱼类和鸟类有毒，并已被确定为可能的人类致癌物。

五氯苯硫酚 (PCTP)，是一种灰白色或灰黄色有松节油气味的粉末，为天然胶、丁腈胶、氯丁胶、丁苯胶的塑炼促进剂及含合成胶较高的废橡胶的再生剂。PCTP 对原生动物，鱼类，陆生植物和鸟类有毒，有潜在的肝脏和生殖毒性。

异丙基化磷酸三苯酯 (PIP(3:1)) 是具有 3 个异丙苯基的磷酸化合物，其化学结构如图 1 所示。PIP(3:1) 常用作增塑剂，应用于液压油、润滑油、工业涂料、粘合剂和塑料制品中，也可用作阻燃剂，抗磨添加剂或抗压缩添加剂。PIP(3:1) 有潜在的生殖发育毒性、神经毒性。

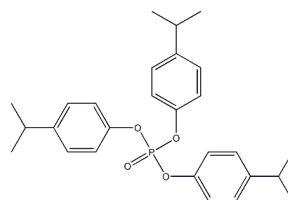


图 1. PIP(3:1) 的化学结构

2020 年 12 月美国环保局 (EPA) 发布了 5 项具有持久性、生物蓄积性和毒性 (PBT 毒性) 物质的法规，其中就包括这三种物质。2021 年 1 月 6 日，EPA 发布最终规则，产品和物品中禁止使用 HCBD、PIP(3:1)，PCTP 的含量不得超过 1%，该规则将从 2021 年 3 月 8 日起逐步实施。

基于此，本文应用 Py-Screener 系统建立了 HCBD、PCTP、PIP(3:1) 的热裂解 - 气相色谱质谱测定方法，将 Py-Screener 的筛查物质范围扩增，以扩大 Py-Screener 系统的应用范围。该方法无需复杂的前处理过程，固体样品直接进样，样品用量少，可以简单快捷地筛查塑料制品中的 HCBD、PCTP、PIP(3:1)。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气相色谱 - 质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX  
PY-3030D 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\_340°C (2 min)

接口温度：300°C

GCMS 条件:

色谱柱: SH-Rxi-5HT(15 m×0.25 mm×0.10 μm)

进样口温度: 300°C

柱温程序: 40°C \_25°C /min\_210°C \_10°C /min \_320°C (5 min)

流速控制方式: 恒线速度 (62.5 cm/sec)

进样方式: 分流进样

分流比: 50:1

色谱质谱接口温度: 320°C

离子化方式: EI

离子源温度: 230°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。

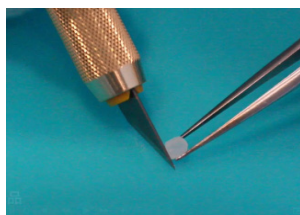
## ■ 样品前处理

### 2.1 标准品制备

准确称取一定质量的空白 PS 聚合物溶于二氯甲烷中, 配制成 50 mg/mL 的空白 PS 聚合物溶液。使用甲苯分别配制 50 mg/L、500 mg/L 的 HCBD、PCTP、PIP(3:1) 标准混合溶液。准确移取 10 μL 的空白 PS 聚合物溶液注入样品杯中, 分别移取 1 μL 上述标准混合溶液, 充分混合均匀后室温下干燥, 得到浓度为 100 mg/kg 和 1000 mg/kg HCBD、PCTP、PIP(3:1) 的 PS 材质固体标准品。

### 2.2 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

### 3.1 标准品图谱

HCBD、PCTP、PIP(3:1) 的 PS 材质固体标准品色谱图如图 2 所示, 各化合物信息见表 1。(商售的 PIP(3:1) 标准品主要由异丙基取代位不同的同分异构体组成, 本次实验 PIP(3:1) 异构体集中在 9.5-11.2 分钟出峰。)

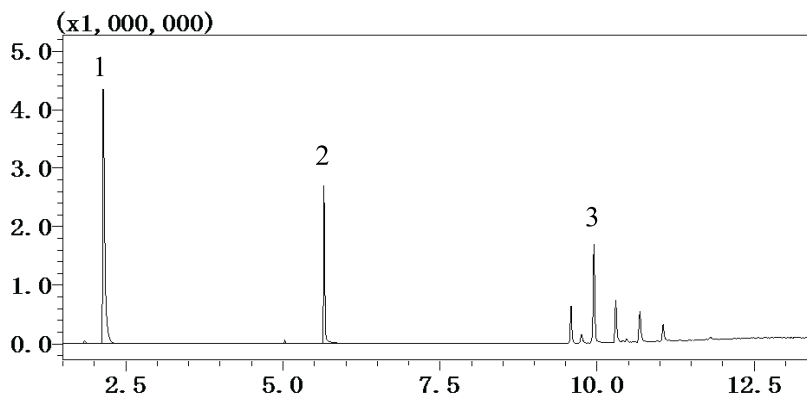


图 2 HCBD、PCTP、PIP(3:1) 的 PS 材质固体标准品色谱图 (100 mg/kg)

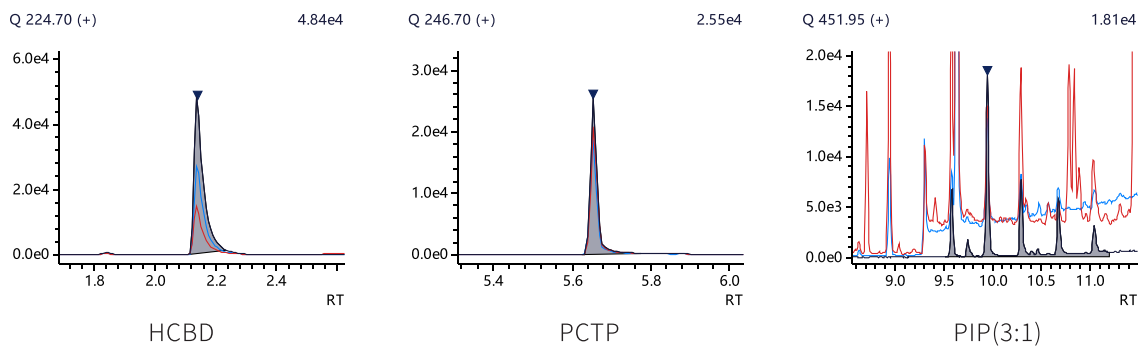


图3 HCBD、PCTP、PIP(3:1) 的质量色谱图 (100 mg/kg)

表1 相关化合物信息

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	六氯丁二烯	HCBD	87-68-3	2.115	225	118、227
2	五氯苯硫酚	PCTP	133-49-3	5.656	247	282、245
3	异丙基化磷酸三苯酯	PIP(3:1)	68937-41-7	9.955	452	118、251

### 3.2 重复性测试

分别取浓度为 100 mg/kg、1000 mg/kg 的 PS 材质固体标准品，连续进样 6 次，考察仪器的重复性。测定结果见表 2。

表2 重复性实验结果 (n=6)

No.	化合物名称	浓度 (mg/kg)	峰面积						RSD (%)
			1	2	3	4	5	6	
1	HCBD	100	101214	97564	104259	100951	98199	91490	4.4
		1000	729243	813136	777468	746121	777020	722585	4.5
2	PCTP	100	31279	31973	30902	33108	32600	29739	3.9
		1000	332536	331895	357197	317415	347041	344352	4.1
3	PIP(3:1)	100	104168	98527	101782	101999	102212	96089	2.9
		1000	782911	812696	873096	818182	867888	837896	4.2

### 3.3 样品测定

按照 2.2 的样品制备方法，对 2 个塑料样品进行检测，采用 100 mg/kg 的 PS 材质固体标准品建立单点校准曲线计算样品中目标物的含量。测定结果如下所示。

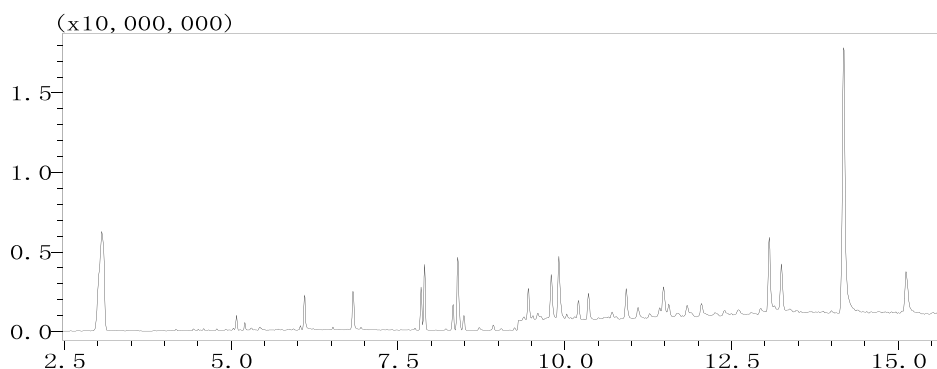


图4 某塑料样品色谱图

表 3 样品测定结果 (mg/kg)

No.	化合物名称	样品 1	样品 2
1	HCBD	N.D.	N.D.
2	PCTP	N.D.	N.D.
3	PIP(3:1)	N.D.	N.D.

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文利用岛津 Py-Screener 系统建立了六氯丁二烯、五氯苯硫酚和异丙基化磷酸三苯酯的筛查检测方法。以浓度为 100 mg/kg 和 1000 mg/kg 的固体标准品连续进样 6 次，考察仪器的重复性，各组分峰面积 RSD 均低于 5%，精密度良好。该方法样品不需要做复杂前处理，直接称样上机分析就能得到结果，可以简单快捷地检测塑料制品中的六氯丁二烯、五氯苯硫酚和异丙基化磷酸三苯酯。

岛津应用云

