

GCMS 法测定塑料制品中 2,4,6-三叔丁基苯酚和五氯苯硫酚含量

GCMS-427

摘要: 本文采用溶剂超声提取法, 萃取塑料制品中的 2,4,6-三叔丁基苯酚 (2,4,6-TTBP) 和五氯苯硫酚 (PCTP), 利用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX 进行检测。在 0.5~50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内, 两物质线性相关系数均在 0.999 以上。取混合标准溶液 (2,4,6-TTBP 2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、PCTP 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 连续 6 次进样, 各组分峰面积 RSD 均小于 3%。加标回收率在 94.6~101.3% 之间。该方法完全满足日常检测分析的要求。

关键词: 气质联用仪 塑料制品 2,4,6-三叔丁基苯酚 五氯苯硫酚

美国有毒物质控制法案, 即 TSCA (Toxic Substances Control Act), 于 2021 年 1 月 6 发布了 5 项 PBT 化合物的管控规则, 要求商品中 2,4,6-三叔丁基苯酚含量不超过 0.3%, 五氯苯硫酚含量不超过 1%, 几乎所有的商品都将面临该新法规的管控要求。

五氯苯硫酚和 2,4,6-三叔丁基苯酚是橡胶生产及回收工艺中常用的添加剂。前者是一种橡胶的塑炼促进剂, 在高温下可以促进橡胶大分子链断裂, 增加橡胶流动性, 便于进行进一步加工。后者是酚类抗氧化

剂的一种, 可防止橡胶、润滑油等材料发生劣化变质。

对于企业而言, 需尽快了解 TSCA 法规的管控要求, 制定适合自己企业的管控方案, 通过测试或者供应链调查来确定产品的符合性。

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪, 建立了塑料制品中 2,4,6-三叔丁基苯酚和五氯苯硫酚两种物质的检测方法。结果表明, 标准曲线线性、重复性、回收率均符合日常定量分析的要求, 可供相关人员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱: SH-Rxi-5HT, 15 m \times 0.25 mm \times 0.10 μm

柱温程序: 65 $^{\circ}\text{C}$ _20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _75 $^{\circ}\text{C}$ _30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _320 $^{\circ}\text{C}$ (10 min)

进样口温度: 280 $^{\circ}\text{C}$

进样方式: 分流进样

分流比: 10:1

进样量: 1 μL

色谱柱流量: 2 mL/min

离子源温度: 250 $^{\circ}\text{C}$

色谱质谱接口温度: 300 $^{\circ}\text{C}$

采集模式: SIM, 离子信息见表 1。

■ 样品前处理

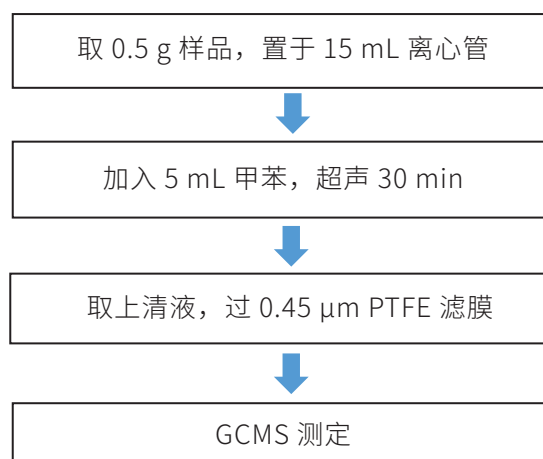


图 1 前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品图谱

2,4,6- 三叔丁基苯酚和五氯苯硫酚标准溶液色谱图如图 2 所示，各化合物信息见表 1。

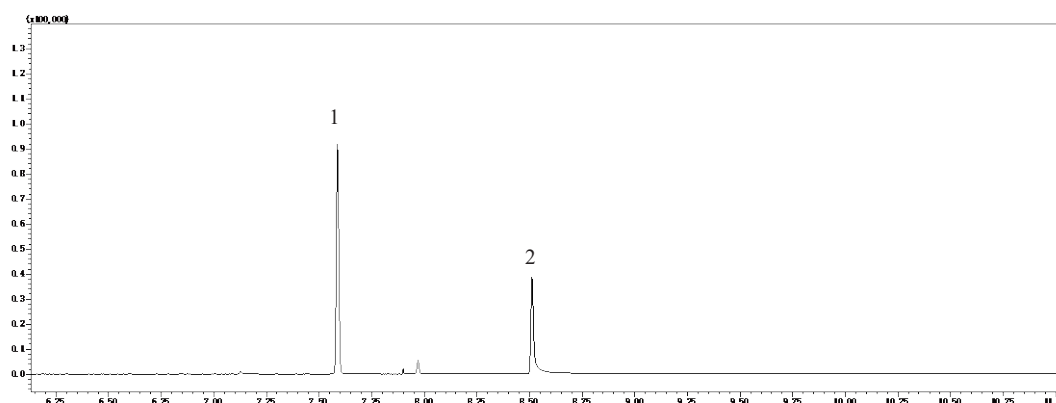


图 2 2,4,6- 三叔丁基苯酚和五氯苯硫酚标准溶液色谱图 (1.0 μg/mL)

表 1 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	2,4,6- 三叔丁基苯酚	2,4,6-TTBP	732-26-3	7.578	247	248、262
2	五氯苯硫酚	PCTP	87-68-3	8.502	247	282、245

3.2 标准曲线及化合物检出限

以甲苯为溶剂，配制混合标准溶液曲线，五氯苯硫酚浓度梯度为 1.0、5.0、10、30、50，2,4,6- 三叔丁基苯酚浓度梯度为 0.5、2.5、5.0、15、25 μg/mL。以标准曲线最低浓度点的色谱峰信噪比，计算化合物检出限。标准曲线信息及检出限见表 2。

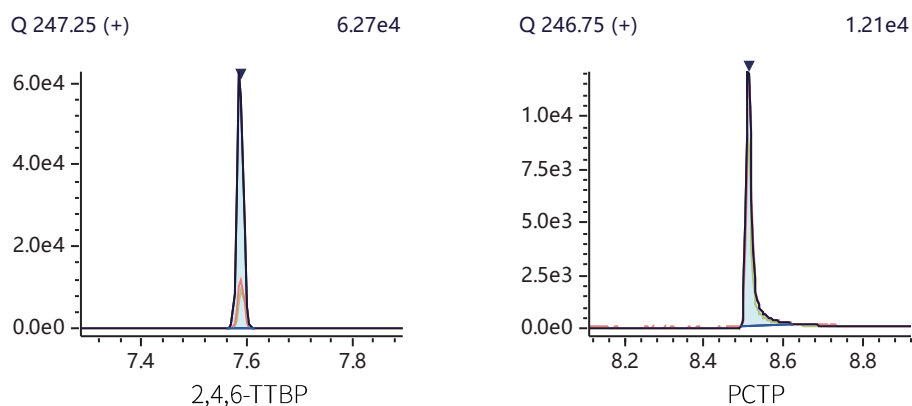


图 3. 2,4,6-TTBP、PCTP 质量色谱图 (1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

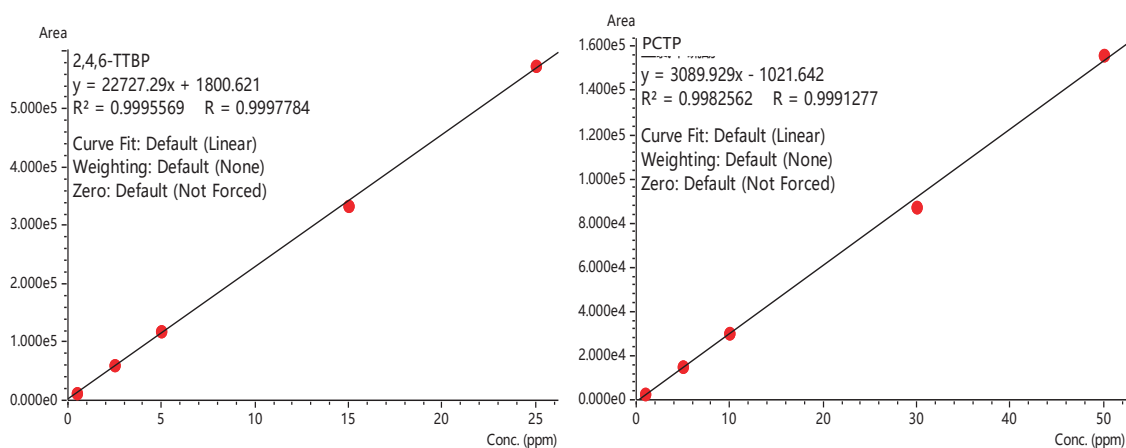


图 4. 2,4,6-TTBP、PCTP 标准曲线

表 2 标准曲线信息及检出限

No.	化合物名称	相关系数	浓度范围 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	检出限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
1	2,4,6- 三叔丁基苯酚	0.9997	0.5~25	0.0008
2	五氯苯硫酚	0.9991	1.0~50	0.0096

3.3 重复性测试

取混合标准溶液 (2,4,6-TTBP 2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、PCTP 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 连续进样 6 针, 考察仪器重复性, 测定结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	2,4,6- 三叔丁基苯酚	26898	28097	27113	28781	28580	28231	2.77
2	五氯苯硫酚	6474	6368	6688	6507	6579	6134	2.96

3.4 加标回收率测试

称取 0.5 g 空白 PC 塑料样品，按照 2,4,6-TTBP 25.0 mg/kg、PCTP 50.0 mg/kg 水平加入混合标准溶液，前处理后上机测定，测定各化合物含量结果。平行实验 3 次，根据平均结果计算回收率。

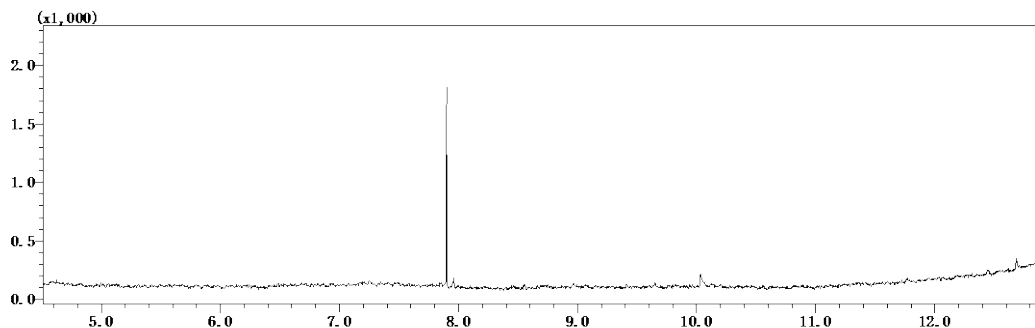


图 5 PC 塑料样品色谱图

表 4 回收率结果

No.	化合物名称	样品结果 (mg/kg)	样品实测浓度 (mg/kg)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	2,4,6- 三叔丁基苯酚	N.D.	25.2	25.5	25.3	101.3
2	五氯苯硫酚	N.D.	46.8	48.3	46.8	94.6

注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了塑料制品中 2,4,6- 三叔丁基苯酚和五氯苯硫酚的检测方法。在 0.5~50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，两个化合物线性相关系数均在 0.999 以上，取混合标准溶液 (2,4,6-TTBP 2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、PCTP 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，连续 6 次进样，各组分峰面积 RSD 均在 3% 以下，样品加标回收率在 94.6~101.3 之间。该方法完全满足日常定量分析的要求，可作为塑料制品中 2,4,6- 三叔丁基苯酚和五氯苯硫酚检测的参考。

岛津应用云

