

# Py-GCMS 法测定海洋塑料中抗氧化剂和紫外线稳定剂

GCMS-397

**摘要：** 本文采用岛津 Py-GCMS 建立了海洋塑料中 3 种抗氧化剂和 5 种紫外线稳定剂的筛查方法，采用 100 mg/kg 固体标准品建立单点校准曲线，并将 100 mg/kg 标准品重复分析 6 次，各组峰面积 RSD 均小于 7%，重复性良好。筛查分析实际海洋塑料样品，部分紫外线稳定剂有检出。

**关键词：** 热裂解 海洋塑料 抗氧化剂 紫外线稳定剂

海洋中塑料主要来源于阳光、风浪和海流等作用下的海上塑料垃圾的分解，其不但会影响藻类生物的光合作用，还会影响一些海洋生物的产卵量和繁殖能力。此外，塑料中的有毒添加剂，如塑化剂、阻燃剂、抗氧化剂、紫外线稳定剂等也会对海洋生物产生复合复兴，塑料及其添加剂在生物体内富集并进一步随食物链传递，从而对海洋生物的生存及人类健康造成严重威胁。

添加剂中苯并三唑类紫外线稳定剂和人工合成的酚类抗氧化剂是使用较为广泛的两类添加剂，如 UV326、UV327、UV328 等紫外线稳定剂和二丁基羟基甲苯等抗氧化剂。

本文利用岛津 Py-GCMS 系统建立了 5 种紫外线稳定剂和 3 种抗氧化剂的热裂解气相色谱质谱测定方法。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱 - 质谱联用仪：GCMS-QP2020 NX

裂解器：PY-3030D

### 1.2 分析条件

热裂解条件：

炉温程序：200°C \_20°C /min\_340°C (2 min)

GCMS 条件：

色谱柱：Rtx-1HT, (15 m×0.25 mm×0.1 μm)

柱温程序：80°C \_20°C /min\_300°C (5 min)

载气控制模式：恒线速度

线速度：52.1 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：50:1

离子源温度：230°C

检测器电压：调谐电压 +0.1 kV

采集方式：SCAN/SIM (离子信息见表 1)

### 1.3 样品及固体标准品制备

固体标准品制备：配制空白聚碳酸酯溶液，浓度为 50 mg/mL。配制抗氧化剂和紫外线混合标准溶液，浓度为 5 mg/L。将上述两种溶液 1:1 混合均匀，得到 100 mg/kg 的聚碳酸酯基质标准品。准确移取 20 μL 基质标准品至 Eco 杯中，溶剂挥发，填装少量石英棉后上机分析，标准品质量为 0.5 mg。

样品制备：称取 0.4~0.6 mg 样品至 Eco 杯中，填装少量石英棉后上机分析。

## ■ 结果讨论

### 2.1 标准品色谱图及化合物信息

分析 1.3 节制备的 100 mg/kg 的 8 种化合物聚碳酸酯基质标准品，得到总离子流图见图 1，质量色谱图如图 2 所示，化合物信息见表 1。

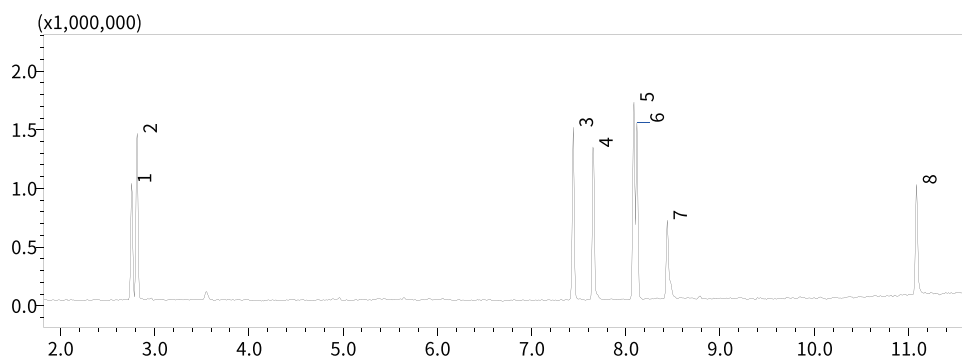
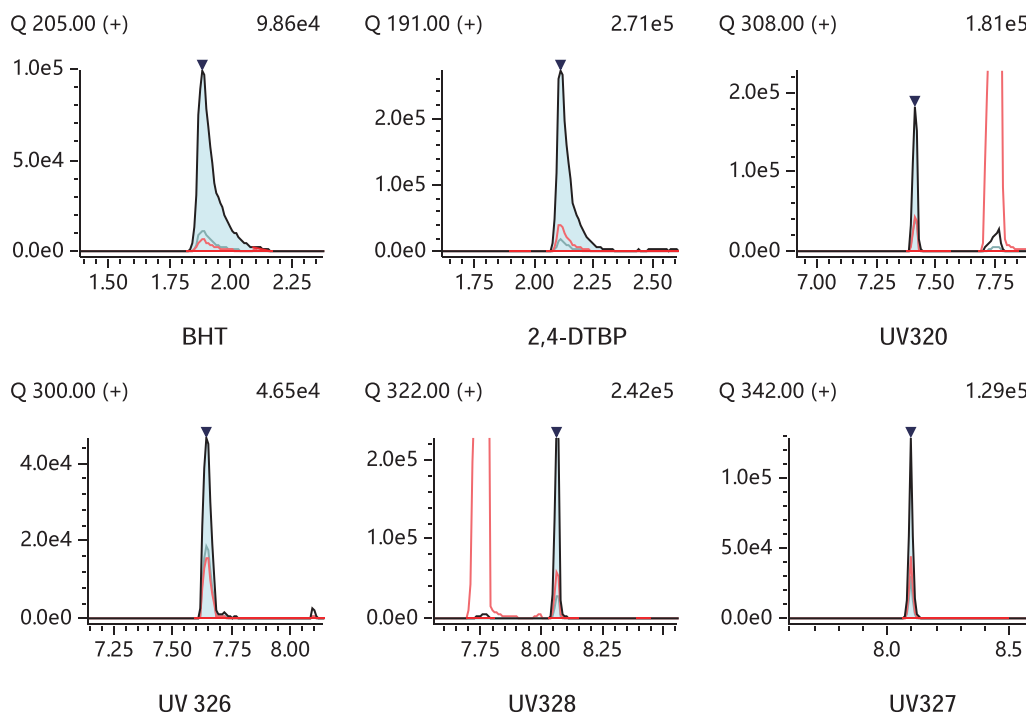


图 1 3种抗氧化剂和5种紫外线稳定剂总离子流图

表 1 3种抗氧化剂和5种紫外线稳定剂化合物信息

No.	化合物名称	简称	添加剂类型	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子	参考离子
1	2,6-二叔丁基对甲酚	BHT	抗氧化剂	128-37-0	1.872	205	145,220
2	2,4-二叔丁基苯酚	2,4-DTBP	抗氧化剂	96-76-4	2.107	191	192,163
3	2-(2-羟基-3,5-二叔丁基苯基)-苯并三唑	UV 320	紫外线稳定剂	3846-71-7	7.413	308	323,309
4	2-(2-羟基-3-叔丁基-5-甲基苯基)-5-氯苯并三唑	UV 326	紫外线稳定剂	3896-11-5	7.641	300	302,315
5	2-(2-羟基-3,5-二特戊基苯基)苯并三唑	UV 328	紫外线稳定剂	25973-55-1	8.059	322	323,351
6	2-(2-羟基-3,5-二叔丁基苯基)-5-氯代苯并三唑	UV 327	紫外线稳定剂	3864-99-1	8.094	342	343,344
7	2-羟基-4-正辛氧基二苯甲酮	UV 531	紫外线稳定剂	1843-05-6	8.415	213	137,214
8	$\beta$ -(4-羟基-3,5-二叔丁基苯基)丙酸正十八酯	Irganox 1076	抗氧化剂	2082-79-3	11.065	219	531,516



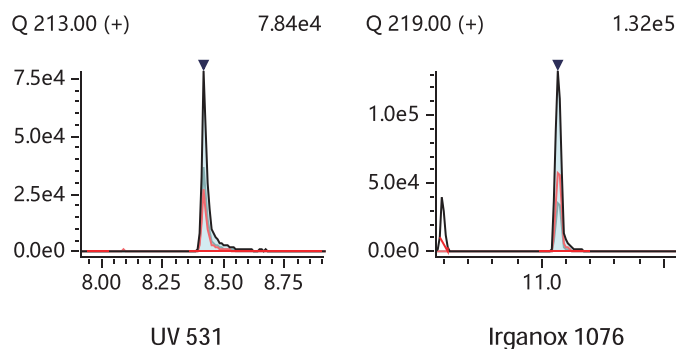


图2 目标组分质量色谱图（浓度为 100 mg/kg）

### 2.2 重复性结果

将 100 mg/kg 标准品重复分析 6 次，考察仪器重复性，8 种化合物峰面积的相对标准偏差均小于 7%，具体结果见表 2。

表 2 重复性实验结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	BHT	473830	457773	509328	509297	500264	509192	4.5
2	2,4-DTBP	1063916	1032439	1104926	1089975	1101074	1122302	3.0
3	UV320	217492	216986	224840	236104	225103	221415	3.1
4	UV326	108748	109401	113712	115658	114892	111646	2.6
5	UV328	293566	285222	286231	313191	293153	281046	3.9
6	UV327	164173	152579	165040	175599	163885	158248	4.7
7	UV531	151063	146014	157570	156481	153048	154315	2.7
8	Irganox 1076	170808	162119	167571	193481	172368	160808	6.9

### 2.3 实际样品测试及加标回收率结果

按照 1.3 的样品制备方法，分析某采集到的海洋塑料样品，其中有两种紫外线稳定剂检出，质量色谱图如图 3 所示，浓度如表 3 所示。

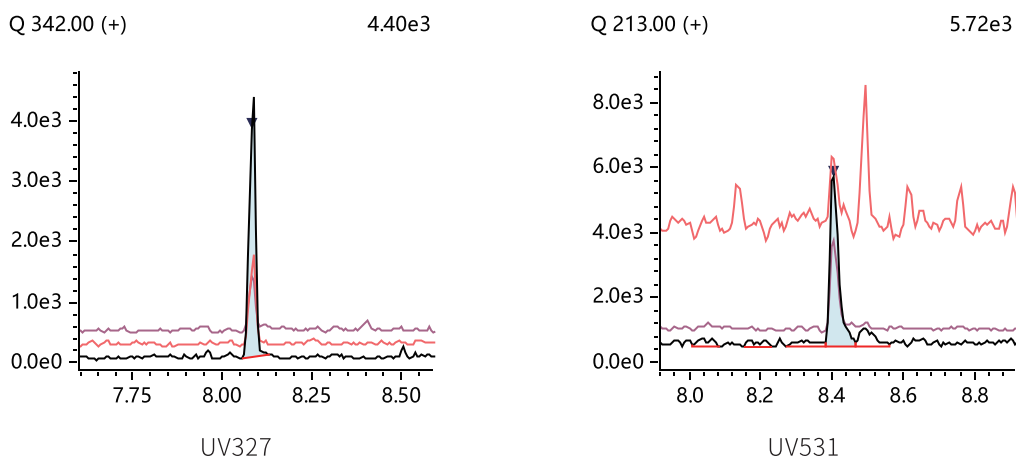


图3 实际样品中检出化合物色谱图

表 3 样品测定结果

No.	化合物	样品浓度 (mg/kg)
1	BHT	N.D.
2	2,4-DTBP	N.D.
3	UV 320	N.D.
4	UV 326	N.D.
5	UV 328	N.D.
6	UV 327	5.02
7	UV 531	9.29
8	Irganox 1076	N.D.

注：N.D. 表示未检出。

## ■ 结论

本文采用岛津热裂解+GCMS建立了海洋塑料中3种抗氧化剂和5种紫外线稳定剂的筛查方法，采用100 mg/kg 固体标准品建立单点校准曲线，并将100 mg/kg 标准品重复进样6次，各组分峰面积RSD均小于7%，重复性良好。筛查分析实际海洋塑料样品，部分紫外线稳定剂有检出。

岛津应用云

