

GCMS 法测定聚合物材料中的紫外吸收剂

GCMS-607

摘要： 本文使用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，结合超声提取方式，建立了聚合物材料中 6 种紫外吸收剂含量的检测方法，并进行了方法学考察。结果表明，该方法前处理简单、各化合物线性及重复性结果良好，表明该方法适用于聚合物材料中紫外吸收剂的检测。

关键词： 气质联用仪 聚合物 紫外吸收剂

技术特点：

- ❖ 使用岛津新上市的气质联用仪 GCMS-QP2050，化合物灵敏度更高。
- ❖ 采用了岛津特有 FASST 采集模式，兼顾定性同时，也提高定量准确性。

苯并三唑类紫外吸收剂 (Benzotriazole UV absorbers, UVAs) 是一类广泛应用于个人护理品、塑料、涂料等产品中的化学物质，用于吸收紫外线，保护产品和人体免受紫外线伤害。然而，近年来，UVAs 的环境残留和潜在生态毒性引发了广泛关注，促使各国出台相关法规限制其使用。

UVAs 难以自然降解，可在环境中长期残留，并通过食物链富集，最终影响人类健康。研究表明，UVAs 对水生生物具有毒性，可干扰其内分泌系统，影响生长发育和繁殖能力。部分 UVAs 被怀疑具有内分泌干扰作用，可能对人类生殖系统、免疫系统等造成不良影响。

鉴于 UVAs 的潜在危害，各国纷纷出台法规限制其使用：欧盟 REACH 法规将部分 UVAs 列为高度关注物质 (SVHC)，限制其在消费品中的使用。化妆品法规 (EC) No 1223/2009 禁止部分 UVAs 在防晒产品中使用。美国食品药品监督管理局 (FDA) 对防晒产品中的 UVAs 使用浓度进行严格限制。中国《化妆品安全技术规范》(2015 年版) 对化妆品中 UVAs 的使用种类和浓度进行了严格规定。

本文采用岛津最新型号气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2050，建立了聚合物材料中 6 种紫外吸收剂的测定方法。结果表明，该方法前处理简单、定量可靠，可适用于聚合物材料中紫外吸收剂的检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2050

1.2 分析条件

色 谱 柱：SH-I-1MS, 15 m×0.25 mm×0.1 μm

柱 温 程 序：50°C (1 min)_20°C /min_350°C (1 min)

进 样 口 温 度：300°C

离 子 源 温 度：230°C

载 气 控 制 模 式：恒线速度 (56.2 cm/sec)

接 口 温 度：300°C

进 样 方 式：不分流进样

采 集 模 式：FASST 模式, m/z 45-500,

进 样 量：进样量

SIM 离子信息请见表 1

■ 样品前处理

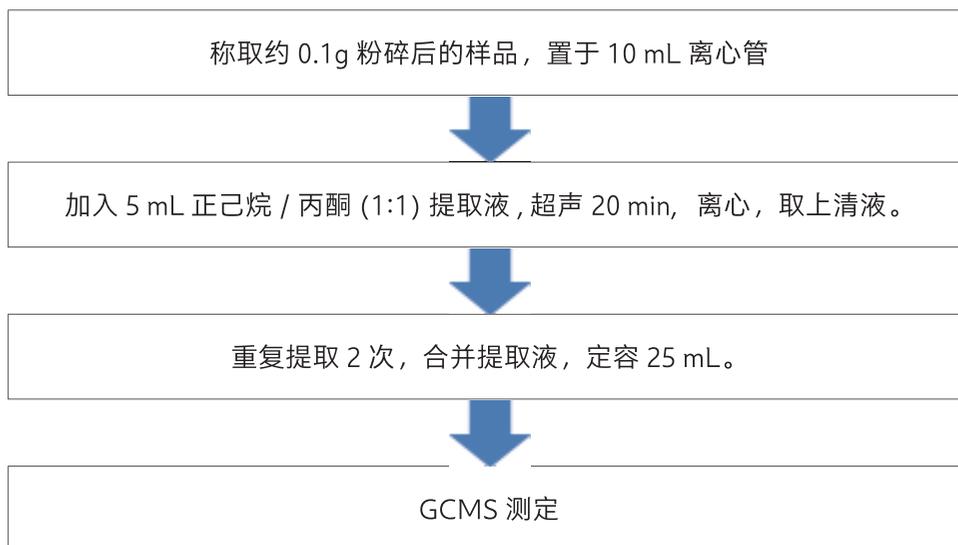


图 1 前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

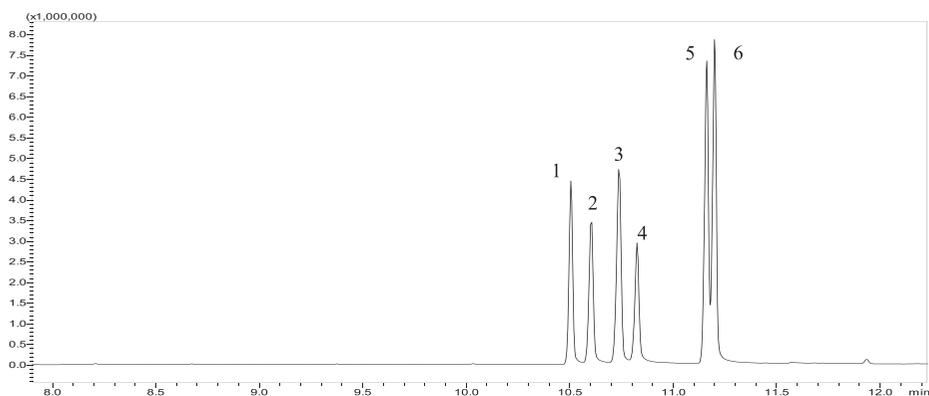


图 2 6种紫外吸收剂标准溶液色谱图 (0.5 mg/L)

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-(3,5-二叔丁基-2-羟基苯基)苯并三唑	UV-320	3846-71-7	10.487	308	323; 252
2	2-(2'-羟基-3'-异丁基-5'-叔丁基苯基)苯并三唑	UV-350	36437-37-3	10.584	308	323; 294
3	2'-(2'-羟基-3'-叔丁基-5'-甲基苯基)-5-氯苯并三唑	UV-326	3896-11-5	10.712	300	315; 272
4	2-(2'-羟基-5'-叔辛基苯基)苯并三唑	UV-329	3147-75-9	10.799	252	323; 253
5	2-(2'-羟基-3',5'-二叔戊基苯基)苯并三唑	UV-328	25973-55-1	11.141	322	351; 252
6	2-(2'-羟基-3',5'-二叔丁基苯基)-5-氯代苯并三唑	UV-327	3864-99-1	11.174	342	357; 344

3.2 标准曲线与检出限

以丙酮为溶剂，配制系列浓度为 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mg/L，上机测试。以外标法建立标准曲线。取浓度 0.2 mg/L 标准溶液，以 3 倍信噪比计算各化合物仪器检出限。标准曲线信息、检出限结果见表 2。

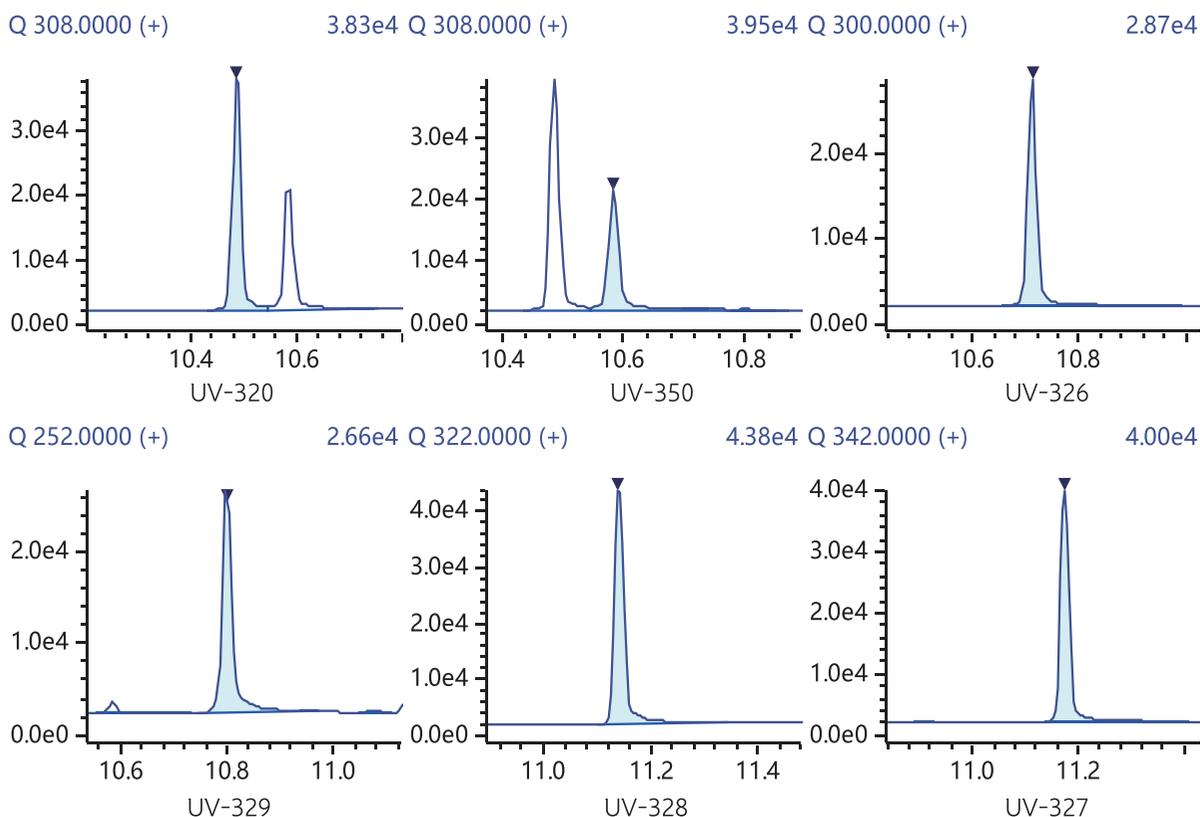
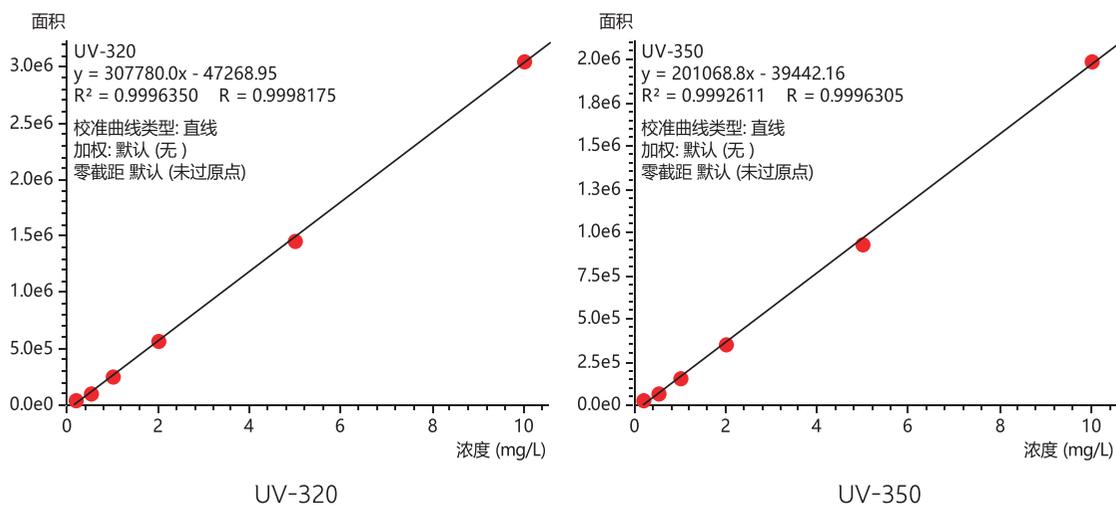


图 3 化合物质量色谱图（浓度 0.2 mg/L）



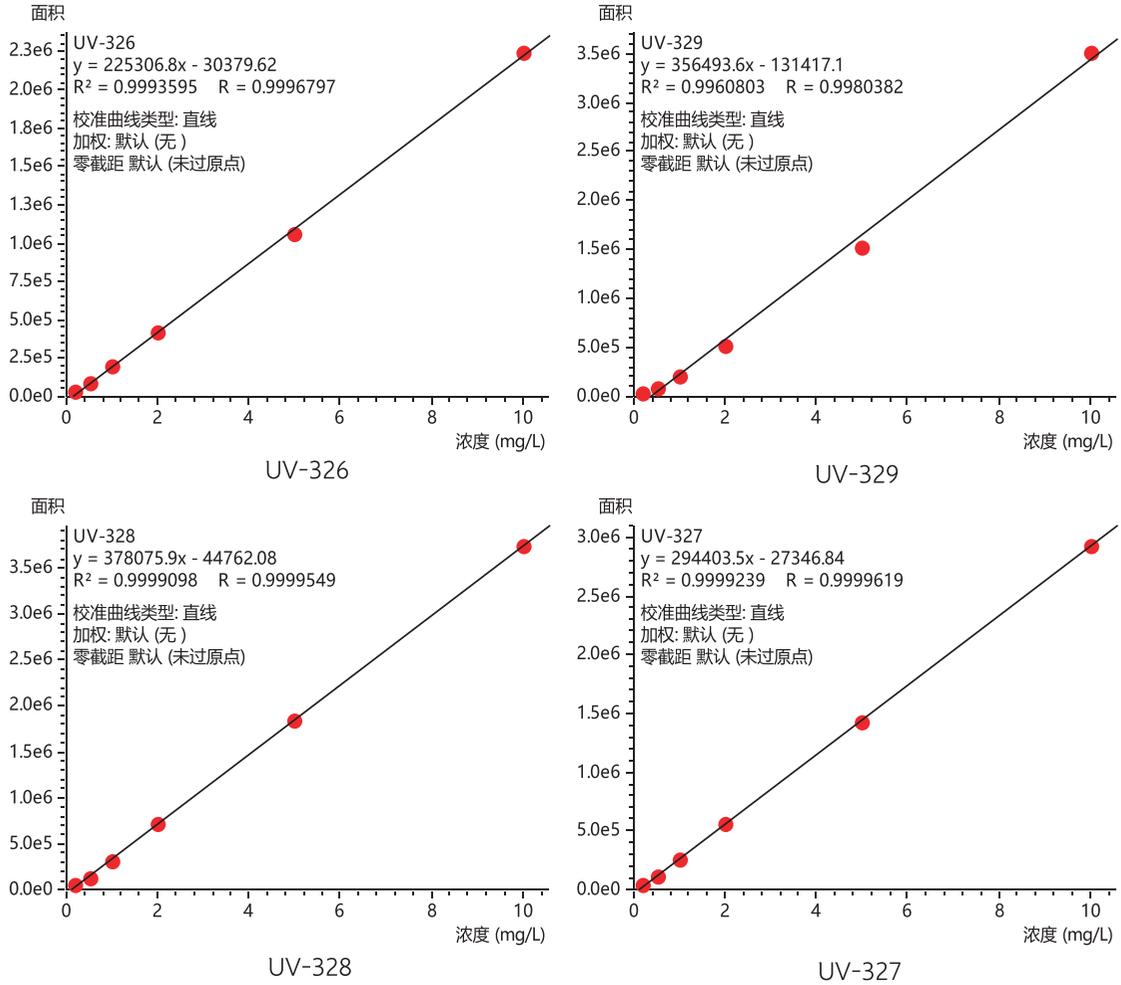


图 4 化合物标准曲线

表 2 化合物标准曲线线性相关系数及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (µg/L)
1	UV-320	0.9998	1.77
2	UV-350	0.9996	4.71
3	UV-326	0.9997	2.34
4	UV-328	0.9980	9.33
5	UV-329	0.9999	1.01
6	UV-327	0.9999	4.24

3.3 重复性测试

取浓度为 0.2 mg/L 混合标准溶液，连续进样 6 针，考察重复性。具体结果见表 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	UV-320	21,447	22,195	22,786	22,674	23,230	23,450	3.22
2	UV-350	13,029	13,723	14,209	14,496	14,352	14,814	4.52
3	UV-326	13,930	15,003	15,409	15,581	15,509	16,072	4.80
4	UV-328	17,512	18,928	18,857	18,996	18,850	19,559	3.61
5	UV-329	28,766	29,765	30,116	30,186	31,007	31,448	3.13
6	UV-327	20,975	21,785	22,691	22,726	23,232	23,541	4.24

3.4 加标回收测试

取 PVC 空白样品进行低浓度加标测试，添加浓度为 50 mg/kg，经前处理后上机测试。平行实验三次，计算三次的回收率平均值。结果如下。

表4 回收率结果 (n=3)

No.	化合物名称	样品测定结果 (mg/kg)	加标测定结果 (mg/kg)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	UV-320	N.D.	47.33	47.13	48.25	1.26
2	UV-328	N.D.	47.18	48.15	47.65	1.02
3	UV-327	N.D.	47.23	47.75	47.53	0.55
4	UV-350	N.D.	47.33	47.13	48.25	1.58
5	UV-326	N.D.	47.18	48.15	47.65	1.62
6	UV-329	N.D.	47.23	47.75	47.53	1.32

注：N.D. 表示未检出

3.5 代表性样品测试

取 PC、PE 两种代表性样品，经前处理步骤后上机检测，测定紫外吸收剂含量，平行测定三次，计算含量 RSD。结果如下：

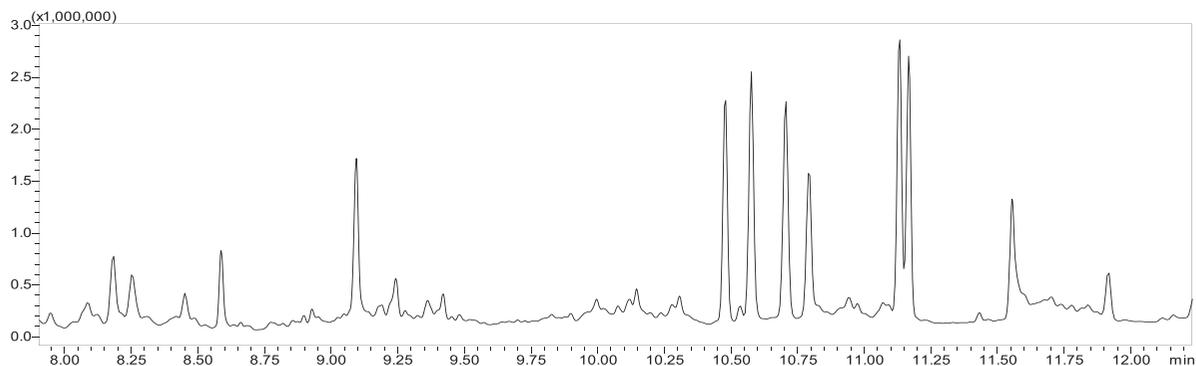


图5 PC 样品色谱图

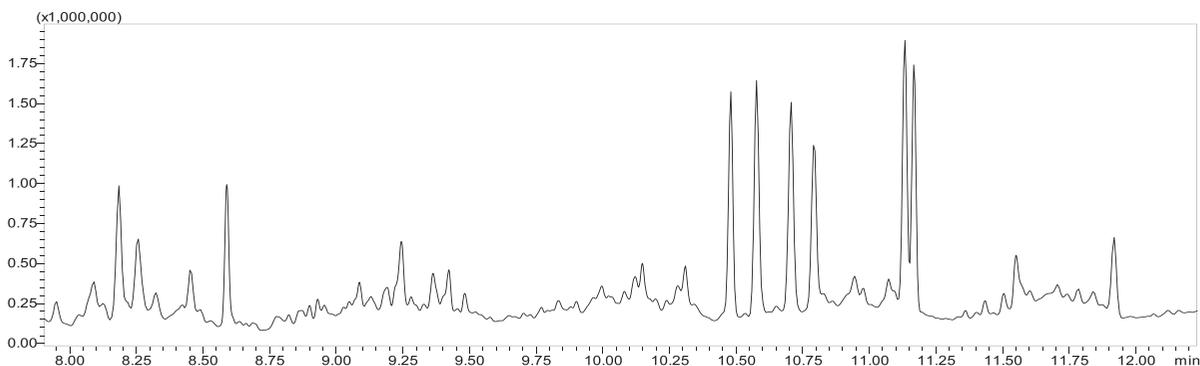


图 6 PE 样品色谱图

表 5 样品测定结果 (n=3)

样品类型	化合物名称	含量 (mg/kg)			RSD (%)
		1	2	3	
PC	UV-320	1412.9	1477.1	1384.0	3.34
	UV-328	1648.7	1702.7	1611.5	2.77
	UV-327	1573.8	1595.6	1523.3	2.37
	UV-350	1710.9	1792.9	1722.0	2.56
	UV-326	1309.1	1357.3	1288.7	2.67
	UV-329	1407.1	1469.5	1380.6	3.22
PE	UV-320	801.6	768.7	862.3	5.86
	UV-328	930.2	879.9	992.2	6.02
	UV-327	808.5	776.0	879.4	6.43
	UV-350	1033.2	987.2	1103.4	5.62
	UV-326	764.3	735.6	841.3	7.00
	UV-329	792.3	772.6	858.7	5.59

■ 结论

本文使用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了聚合物材料中紫外吸收剂的检测方法。在 0.2~10.0 mg/L 浓度范围内，6 种化合物线性良好，相关系数大于 0.998。取浓度为 0.2 mg/L 混合标准溶液，连续进样 6 针，6 种化合物峰面积 RSD% 小于 5%，重复性良好。代表性样品重复性实验 (n=3) RSD 小于 7%。经方法学验证，该方法可作为聚合物材料中紫外吸收剂含量分析之参考。

岛津应用云

