

Py-Screener 系统测定微塑料中邻苯二甲酸酯及溴类阻燃剂

GCMS-335

摘要： 本文利用岛津 Py-Screener 系统建立了微塑料中的邻苯二甲酸酯和溴类阻燃剂的分析方法。相较于传统的检测方法，该法称样后直接上机测定，无需使用有机溶剂，环境友好，能快速筛查出微塑料中的邻苯二甲酸酯和溴类阻燃剂，简单快捷。

关键词： Py-Screener GCMS 微塑料 邻苯二甲酸酯 溴类阻燃剂

微塑料作为海洋中一种新型的污染物正受到越来越多的关注。微塑料在全球多个海域均有检出，根据其来源分为原生微塑料和次生微塑料。原生微塑料由人工直接制造所得，常见于日常生活用品中；次生微塑料由大块塑料制品长期风化、磨损和光解形成。塑料自身含有多种有机添加剂如邻苯二甲酸酯、溴类阻燃剂等，不断向环境中释放，污染海洋环境。微塑料因其粒径小、比表面积大等物化性质，还可吸附有机污染物，一旦和污染物相遇，便能聚集成一个有机污染球体，再加上它可以在水体环境中自由游荡，它很容易被浮游生物所吸食，接着小鱼吃浮游生物，大鱼

捕食小鱼，人和鸟吃大的鱼在体内积存，海洋的生态系统会被破坏，人类在富集的作用下，会累积大量的微塑料在体内，产生难以预计的危害。前瞻性的研究微塑料中有机污染物，对未来环境保护非常必要。

本文采用岛津 Py-Screener 系统即 PY 热裂解进样器结合 GCMS 气质联用仪对海洋环境里微塑料中的邻苯二甲酸酯和溴类阻燃剂进行了检测。该方法样品不需要做前处理，直接称样上机分析就能得到结果，可以简单快捷的检测微塑料中的邻苯二甲酸酯和溴类阻燃剂。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气相色谱 - 质谱联用仪

PY-3030D 多功能热裂解进样器带 48 位 AS-1020E 自动进样器

1.2 分析条件

PY 热裂解条件

炉温程序：200°C _20°C /min_300°C _5°C /min_340°C (1 min)

GCMS 条件

色谱柱：SH-Rxi-1HT (15 m × 0.25 mm × 0.1 μm)

柱温程序：80°C _20°C /min_300°C (5 min)

进样口温度：300°C

流速控制方式：恒线速度方式

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

离子源温度：230°C

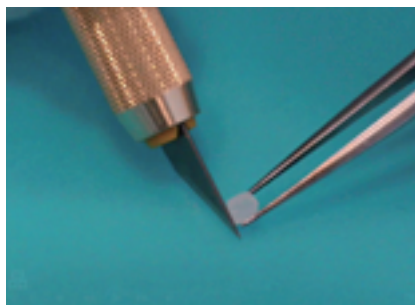
色谱质谱接口温度：300°C

检测器电压：调谐电压 +0.1 kV

采集模式：FASST，离子信息见表 1

■ 样品制备

按照 Py-Screener 分析系统的要求，对样品进行制备。称取约 0.5 mg 的样品于 Eco- 样品杯中，添加少量石英棉覆盖样品，直接上机测定。



切取适量样品



放入样品杯中称重



加入石英棉

■ 结果与讨论

3.1 邻苯二甲酸酯和溴类阻燃剂的 TIC 图分别见图 1、图 2，化合物相关信息见表 1，质量色谱图如图 3 所示。

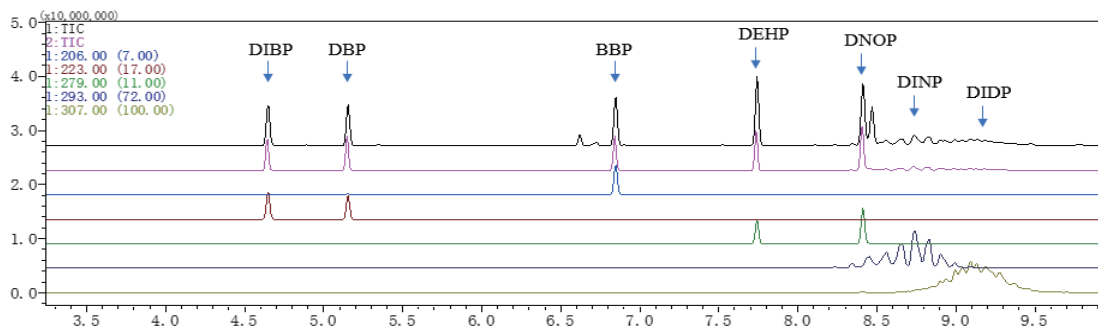


图 1. 邻苯二甲酸酯的 TIC 图 (1000 mg/kg)

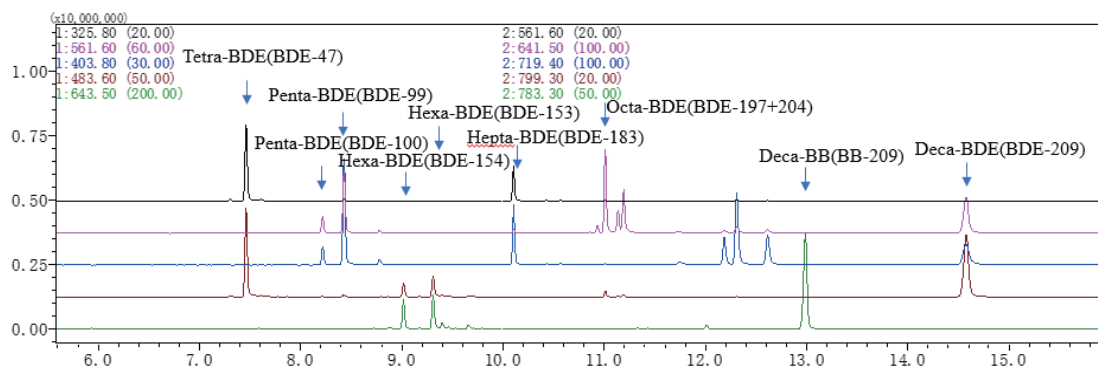
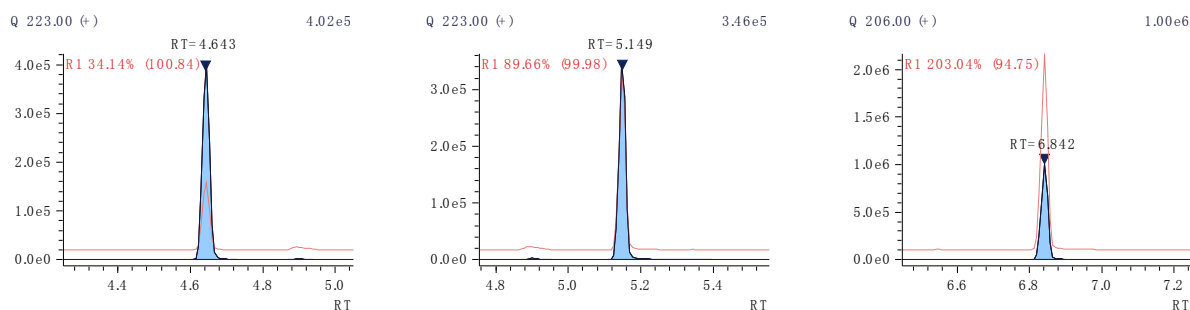


图 2 ERM-EC591 溴类阻燃剂标准品的 TIC 图

表 1. 邻苯二甲酸酯和溴类阻燃剂的组分信息

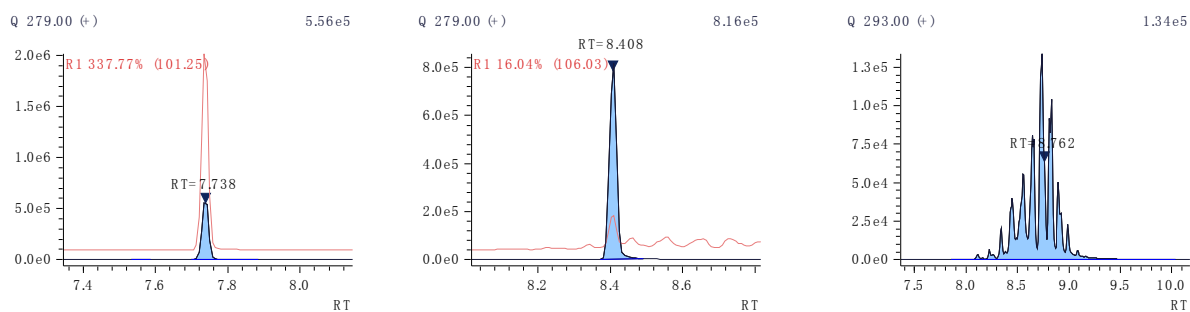
No.	中文名称	英文缩写	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	4.643	223.0	205.0
2	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	5.148	223.0	205.0
3	邻苯二甲酸苯基丁酯	BBP	6.843	206.0	91.0
4	邻苯二甲酸二己酯	DEHP	7.739	279.0	167.0
5	邻苯二甲酸二辛酯	DNOP	8.408	279.0	167.0
6	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	8.762	293.0	-
7	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	9.185	307.0	-
8	2,2',4,4' - 四溴二苯醚	Tetra-BDE(BDE-47)	7.457	325.8	483.6
9	2,2',4,4',6- 五溴二苯醚	Penta-BDE(BDE-100)	8.214	403.8	561.6
10	2,2',3,4,4' - 五溴二苯醚	Penta-BDE(BDE-99)	8.425	403.8	561.6
11	2,2',4,4',5,6- 六溴二苯醚	Hexa-BDE(BDE-154)	9.014	483.6	643.5
12	2,2',4,4',5,5' - 六溴二苯醚	Hexa-BDE(BDE-153)	9.307	483.6	643.5
13	2,2',3,4,4',5,6- 七溴二苯醚	Hepta-BDE(BDE-183)	10.103	561.6	721.4
14	2,2',3,3',4,4',6,6' - 八溴二苯醚 + 2,2',3,4,4',5,6,6' - 八溴二苯醚	Octa-BDE(BDE-197+204)	11.008	641.5	643.5
15	十溴联苯	Deca-BB(BB-209)	12.988	783.3	785.3
16	十溴二苯醚	Deca-BDE(BDE-209)	14.577	799.3	959.1



DIBP

DBP

BBP



DEHP

DNOP

DINP

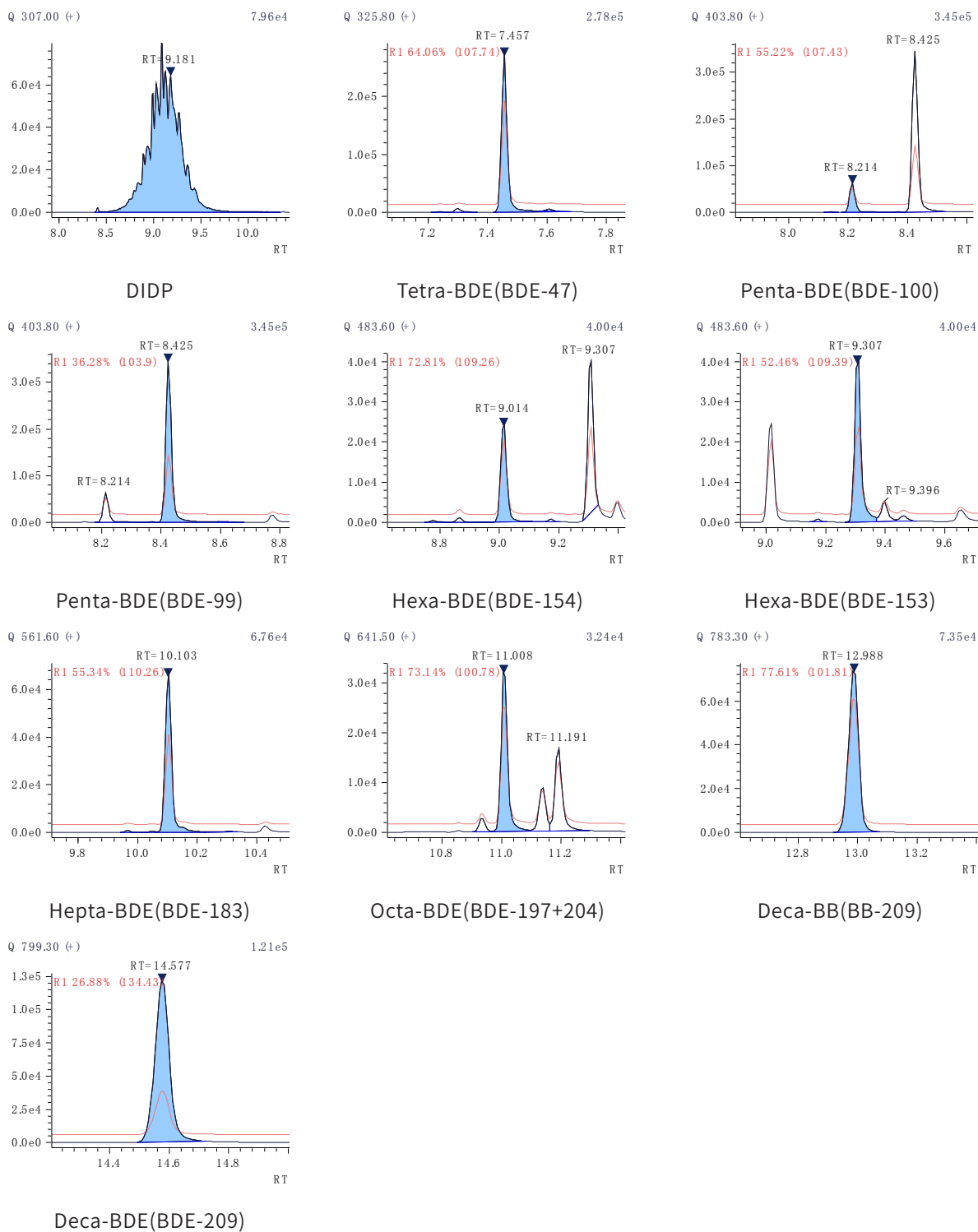


图 3 邻苯二甲酸酯和溴类阻燃剂质量色谱图

3.2 残留测试

为考察仪器分析高浓度样后的残留情况，进 1000 mg/kg 标准样品后，接着对空杯进行分析，残留测试结果见表 2。

表 2. 残留测试结果 (单位: mg/kg)

No.	英文缩写	残留量	残留率 (%)
1	DIBP	1.47	0.15
2	DBP	N.D	N.D
3	BBP	N.D	N.D
4	DEHP	1.57	0.16
5	DNOP	N.D	N.D
6	DINP	N.D	N.D
7	DIDP	N.D	N.D
8	Tetra-BDE(BDE-47)	N.D	N.D
9	Penta-BDE(BDE-100)	N.D	N.D
10	Penta-BDE(BDE-99)	N.D	N.D
11	Hexa-BDE(BDE-154)	N.D	N.D
12	Hexa-BDE(BDE-153)	N.D	N.D
13	Hepta-BDE(BDE-183)	N.D	N.D
14	Octa-BDE(BDE-197+204)	N.D	N.D
15	Deca-BB(BB-209)	N.D	N.D
16	Deca-BDE(BDE-209)	N.D	N.D

注: N.D 表示未检测到峰

3.3 样品测试

对海洋环境中的 3 种微塑料进行测试，测试谱图见图 4。

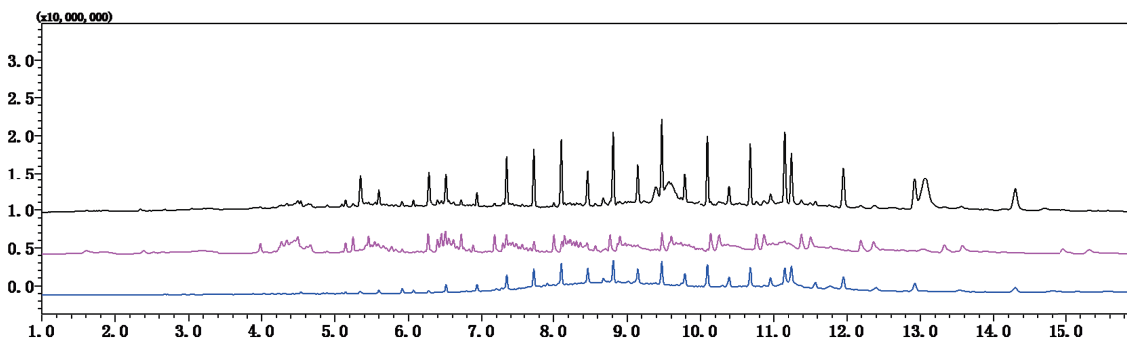


图 4 样品色谱图 (黑色: 样品 1, 粉色: 样品 2, 蓝色: 样品 3)

表 3. 测试结果 (单位: mg/kg)

No.	英文缩写	样品 1	样品 2	样品 3
1	DIBP	14.25	17.28	4.7
2	DBP	44.33	148.50	21.62
3	BBP	N.D	N.D	N.D
4	DEHP	124.59	86.66	51.13
5	DNOP	N.D	N.D	N.D
6	DINP	N.D	N.D	23.60
7	DIDP	N.D	N.D	N.D
8	Tetra-BDE(BDE-47)	N.D	N.D	N.D
9	Penta-BDE(BDE-100)	N.D	N.D	N.D
10	Penta-BDE(BDE-99)	N.D	N.D	N.D
11	Hexa-BDE(BDE-154)	N.D	N.D	N.D
12	Hexa-BDE(BDE-153)	N.D	N.D	N.D
13	Hepta-BDE(BDE-183)	N.D	N.D	N.D
14	Octa-BDE(BDE-197+204)	N.D	N.D	N.D
15	Deca-BB(BB-209)	N.D	N.D	N.D
16	Deca-BDE(BDE-209)	N.D	N.D	N.D

注: N.D 表示未检测到峰

■ 结论

本方法采用岛津 Py-Screener 对海洋环境中 3 种微塑料中的邻苯二甲酸酯和溴类阻燃剂进行检测。该方法样品不需要做前处理, 直接称样上机分析就能得到结果, 可以简单快捷的检测微塑料中的邻苯二甲酸酯和溴类阻燃剂。

岛津应用云

