

Py-screener 系统检测再生塑料中邻苯二甲酸酯类有害物质

GCMS-552

摘要： 本文使用岛津 Py-Screener 有害物质筛查系统，建立了再生塑料制品中的 7 种邻苯二甲酸酯的筛查检测的方法。相较于传统的检测方法，该法称样后直接上机测定，无需进行大量前处理实验，溶剂消耗少，分析速度快。

关键词： 气相质谱联用仪 再生塑料 邻苯二甲酸酯

技术特点：

- ❖ 直接进样分析，无需前处理，溶剂消耗少，分析速度快。
- ❖ 采用 FASST 扫描模式 (SCAN+SIM 同时采集)，定性更加可靠，减少误判。

塑料工业是国民经济重要支柱产业，随着我国塑料产业的快速发展和塑料制品的大量使用，塑料的回收再生循环利用是行业面临的重要问题，是塑料可持续发展的方式之一，同时也为解决“白色污染”等环保问题提供了有效途径。

此前，我国塑料再生领域尚无产品标准，行业内无标准可依。因此，国家于 2022 年出台了 GB/T 40006《塑料 再生塑料》国家标准，对再生塑料样品有害物质含量提出了规定，要求多溴联苯总量、多溴联苯醚总量、DIBP、DBP、BBP、DEHP 限值小于 0.1%。

针对该国标中的有害物质检测方法，中国海关发布了 SN/T 5414-2022《再生塑料中 33 种禁限用物质的测定 裂解气相色谱 - 质谱筛选法》标准，采用热裂解方法萃取有害物质，气相质谱仪进行筛查检测。相对于传统的溶剂萃取法，热裂解法不需要溶剂萃取的前处理，节省了溶剂和时间消耗。对于大批量的样品，可以采用热裂解法进行批量筛查，大幅提高实验室检测效率，降低检测成本和难度。

本文参考 SN/T 5414-2022 标准，验证了岛津 Py-Screener 系统对再生塑料中 7 种邻苯类有害物质的筛查检测能力。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱 - 质谱联用仪
PY-3030D 多功能热裂解进样器

1.2 分析条件

热裂解条件

裂解炉温度程序：200°C_20°C/min_300°C_5°C/min_340°C (1 min)

接口温度：300°C

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

恒线速度：52.1 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：50:1

离子化方式：EI

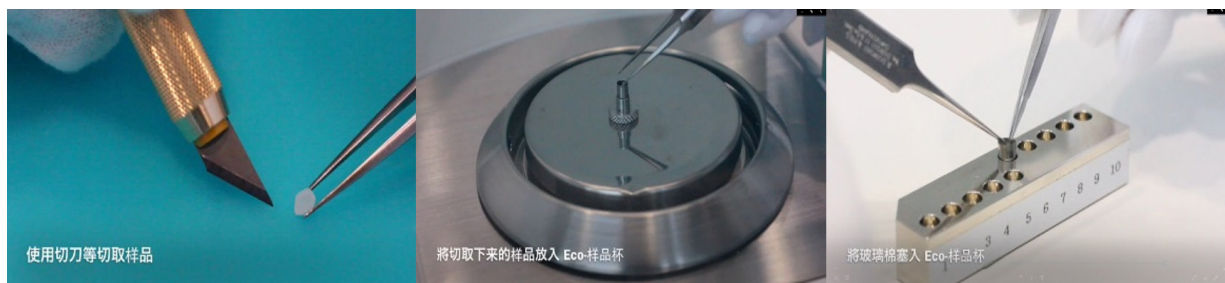
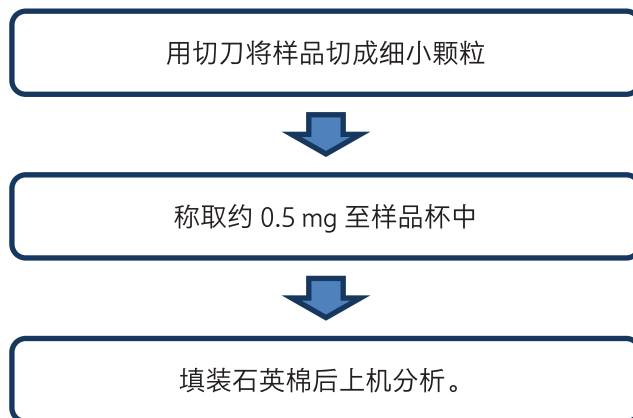
离子源温度：230°C

色谱质谱接口温度：320°C

采集模式：FASST 模式，各化合物选择离子见表 1

质量范围：m/z 50~1000

■ 样品和标准品制备



参照样品处理过程，制备 Phthalate_STD_Blank、Phthalate_STD_100、Phthalate_STD_1000 邻苯二甲酸酯标准品（岛津提供，P/N: 225-31003-91），上机测试。

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

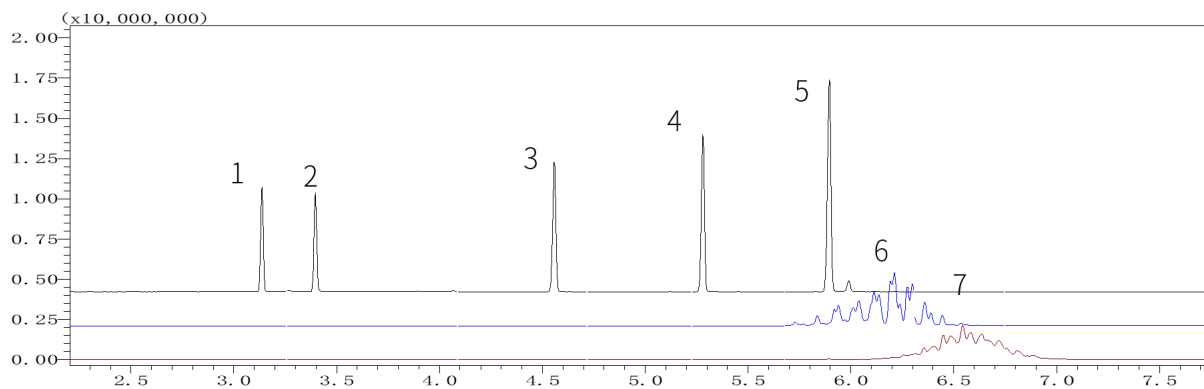


图 1 邻苯二甲酸酯标准品色谱图 (浓度为 1000 mg/kg)

表 1 化合物信息

| No. | 化合物名称 | 英文简称 | 保留时间 (min) | 定量离子 (m/z) | 定性离子 (m/z) |
|-----|------------|------|------------|------------|------------|
| 1 | 邻苯二甲酸二异丁脂 | DIBP | 2.967 | 223 | 205 |
| 2 | 邻苯二甲酸二丁脂 | DBP | 3.212 | 223 | 205 |
| 3 | 邻苯二甲酸丁基苄基脂 | BBP | 4.353 | 206 | 91 |

| | | | | | |
|---|-----------------|------|-------|-----|-----|
| 4 | 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)脂 | DEHP | 4.990 | 279 | 167 |
| 5 | 邻苯二甲酸二正辛脂 | DNOP | 5.600 | 279 | 167 |
| 6 | 邻苯二甲酸二异壬脂 | DINP | 5.951 | 293 | -- |
| 7 | 邻苯二甲酸二异癸脂 | DIDP | 6.249 | 307 | -- |

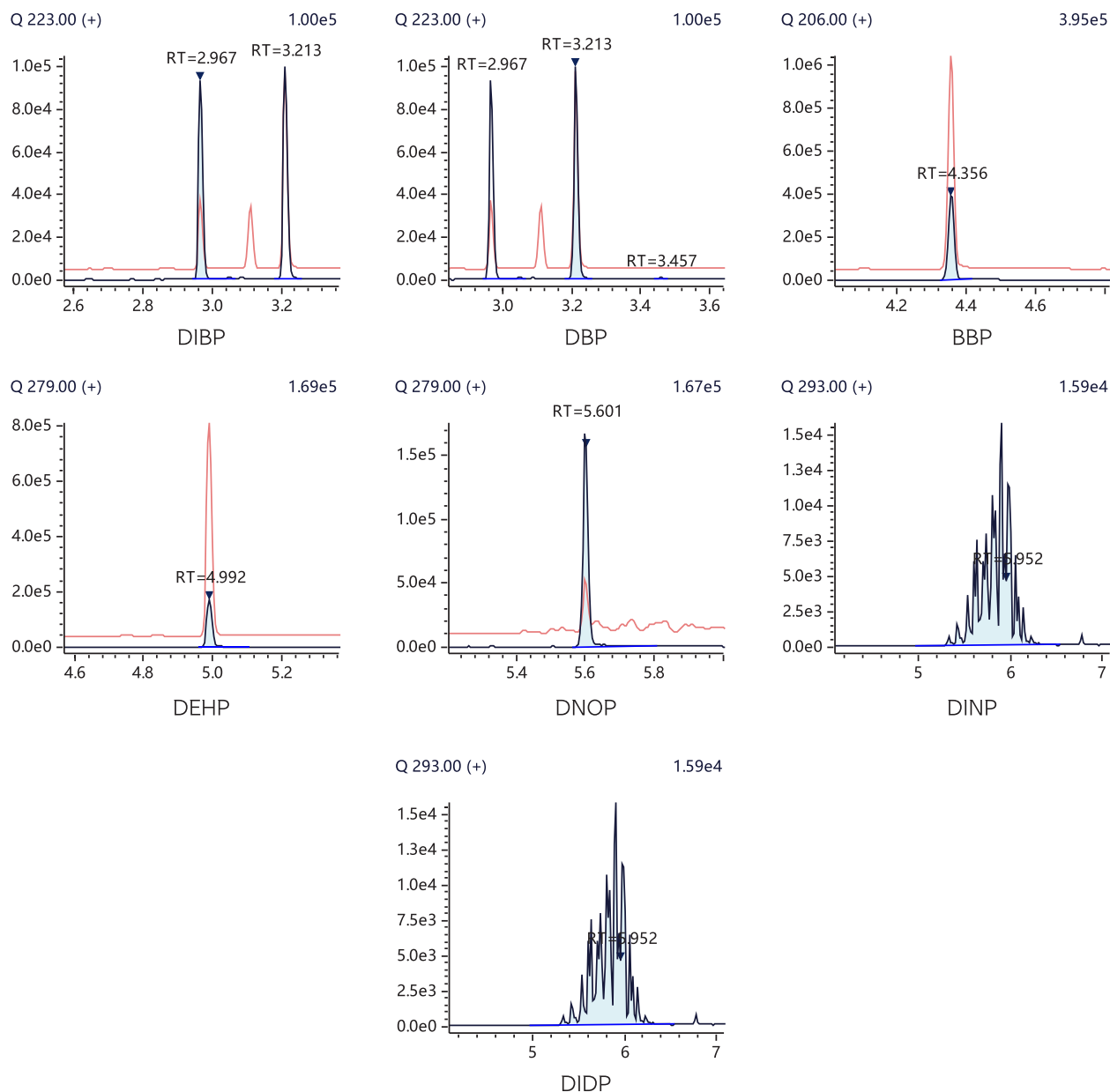


图 2 邻苯二甲酸酯质量色谱图

3.2 灵敏度测试

取 100 mg/kg 邻苯二甲酸酯标准品 (Phthalate_STD_100) 进行测定, 计算各化合物的信噪比, 结果见表 2。

表 2 信噪比结果

| No. | 化合物名称 | 定量离子 (m/z) | S/N |
|-----|-------|------------|---------|
| 1 | DIBP | 223 | 3004.45 |
| 2 | DBP | 223 | 2547.82 |
| 3 | BBP | 202 | 4657.00 |
| 4 | DEHP | 279 | 3203.37 |
| 5 | DNOP | 279 | 3795.26 |
| 6 | DINP | 293 | 280.87 |
| 7 | DIDP | 307 | 273.19 |

3.3 实际样品检测

取 PVC 再生塑料作为代表性样品进行分析, 平行测定三次, 测定结果见表 3。

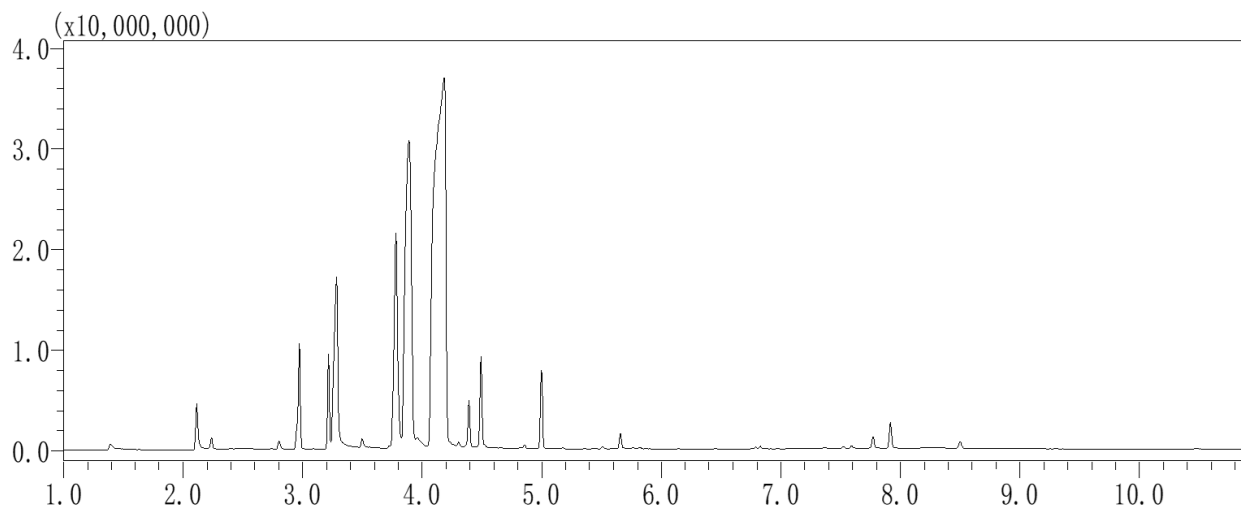


图 3 样品色谱图

表 3 PVC 再生塑料测定结果

| 化合物名称 | 测定结果 (mg/kg) | | | RSD (%) |
|-------|--------------|---------|---------|---------|
| | 1 | 2 | 3 | |
| DIBP | 4561.67 | 5025.98 | 4754.41 | 4.88 |
| DBP | 3454.42 | 3759.74 | 3531.32 | 4.43 |
| BBP | 793.83 | 815.33 | 860.49 | 4.13 |
| DEHP | 1306.55 | 1302.27 | 1254.88 | 2.23 |
| DNOP | N.D. | N.D. | N.D. | -- |
| DINP | N.D. | N.D. | N.D. | -- |
| DIDP | N.D. | N.D. | N.D. | -- |

注: N.D. 表示未检出

■ 结论

本文参考行业标准 SN/T 5414-2022，采用岛津 Py-Screener 有害物质筛查系统，建立了再生塑料样品中邻苯二甲酸酯类物质的筛查检测方法。该方法采用热裂解方式萃取样品中的有害物质，无需经过索氏提取等前处理步骤，样品直接上机即可分析，大幅降低实验室成本和检测难度，提高检测效率。

采用标准品和实际样品，对 Py-Screener 系统进行重复性和灵敏度验证。实际样品三次平行测定结果的 RSD 小于 5%，重复性良好。100 mg/kg 标准品五种邻苯物质信噪比大于 3000，DINP 和 DIDP 信噪比大于 200，灵敏度高。该系统可完全满足实验室对再生塑料样品的快速筛查检测要求。

岛津应用云

