

Py-Screener 系统筛查检测电子电器产品中邻苯二甲酸酯、溴代阻燃剂、特定管制物质含量

GCMS-641

摘要：本文利用岛津 Py-Screener Ver.3 系统建立了电子电器产品中 7 种邻苯二甲酸酯、20 种溴代阻燃剂和 5 种特定管制类物质的快速筛查方法。相较于 Py-Screener Ver.2 系统，本方法新增美国《有毒物质控制法案》（TSCA）管制物质：异丙基化磷酸三苯酯（3:1）（PIP（3:1））以及《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》（POPs 公约）管制物质：紫外线吸收剂 UV-328、得克隆（DP）、短链氯化石蜡（SCCPs）和中链氯化石蜡（MCCPs）5 种特定管制类物质的筛查。通过引入参考标准 ID 和校正因子，可以计算 7 种邻苯二甲酸酯、10 种 PBDE、10 种 PBB、TOTM、六溴环十二烷、PIP（3:1）、UV-328、DP、SCCPs 和 MCCPs 共 34 种化合物的含量；采用 SH-1MS 色谱柱，可在 35 min 内快速进行 34 种化合物的同时测定，操作简单快捷，适用于电子电器产品中受控物质的快速筛查。

关键词：Py-Screener 电子电器产品 邻苯二甲酸酯 溴代阻燃剂 特定管制物质

技术特点：

- ❖ 采用 Py-Screener Ver.3 系统可同时筛查邻苯二甲酸酯、溴代阻燃剂、PIP（3:1）、UV-328、DP、SCCPs 和 MCCPs 在内的 34 种化合物。
- ❖ 无需配备相应标准品，即可对 PIP（3:1）、UV-328、DP、SCCPs 和 MCCPs 进行筛查检测。

欧盟 RoHS 2.0 指令中对电子电器产品中的 4 种邻苯二甲酸酯和 PBBs、PBDEs 等物质设定了限值要求，各物质最高浓度不得超过 0.1 %。美国《有毒物质控制法案》（TSCA）在 2024 年 10 月开始管控异丙基化磷酸三苯酯（3:1），《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》（POPs）将 UV-328、DP、SCCPs 和 MCCPs 均纳入管控物质范围内。

岛津 Py-Screener Ver.2 系统可筛查七种邻苯二甲酸酯和溴代阻燃剂，满足 RoHS 指令有机物管控的要求；近期推出的 Py-Screener Ver.3 系统新增 TSCA 管

控的 PIP（3:1），以及 POPs 管控的持久性有机污染物 UV-328、得克隆（DP）、短链氯化石蜡（SCCPs）和中链氯化石蜡（MCCPs），旨在帮助相关生产企业准确识别产品中的受管控物质，并满足各项法规要求。

本文利用岛津 Py-Screener Ver.3 系统建立了电子电器产品中 7 种邻苯二甲酸酯、20 种溴代阻燃剂和 5 种特定管制物质的快速筛查方法。该方法不需要做前处理，直接称取样品上机分析就能得到各物质的筛查结果。

■ 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

1.2 分析条件

热裂解条件：

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

GCMS 条件

色 谱 柱：SH-1MS, 15 m×0.25 mm×0.1 μm

柱 温 程 序：80℃_20℃/min_320℃ (4 min)

进 样 口 温 度：300℃

流速控制方式：恒线速度方式

线 速 度：52.1 mL/min

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℃

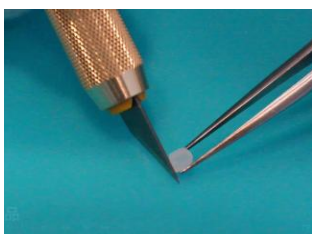
色谱质谱接口温度：320℃

检测器电压：调谐电压 +0.1 kV

采 集 模 式：SCAN&SIM, 离子信息见表 1

样品前处理

按照 Py-Screener 分析系统的要求, 对样品进行制备。准确称取 0.50 mg 样品至 Eco-Cup 中, 塞入少量石英棉, 放入 PY-3030D 自动进样器中上机待测。



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 邻苯二甲酸酯和溴代阻燃剂

邻苯二甲酸酯和溴代阻燃剂标准品色谱图分别见图 1、图 2, 化合物相关信息见表 1, 质量色谱图如图 3 所示。

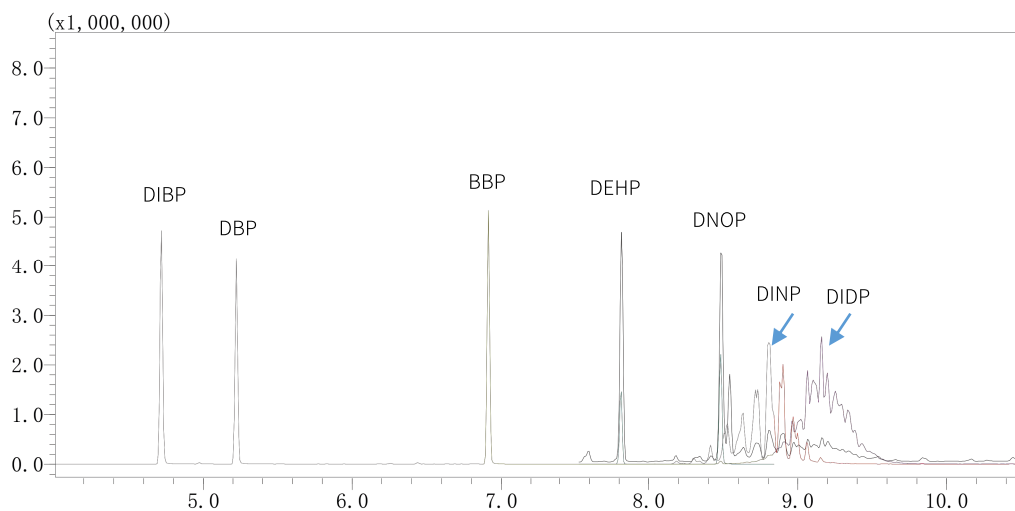


图 1 邻苯二甲酸酯标准品色谱图 (1000 mg/kg)

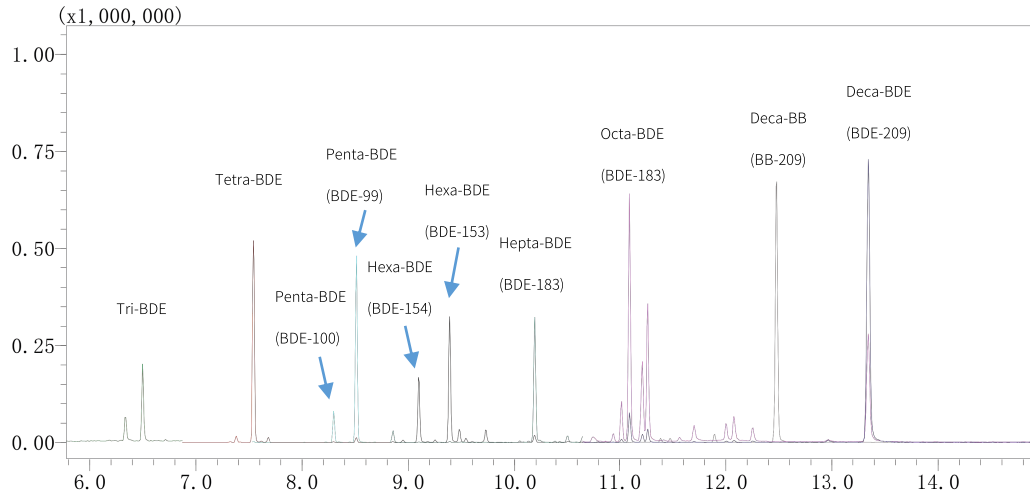
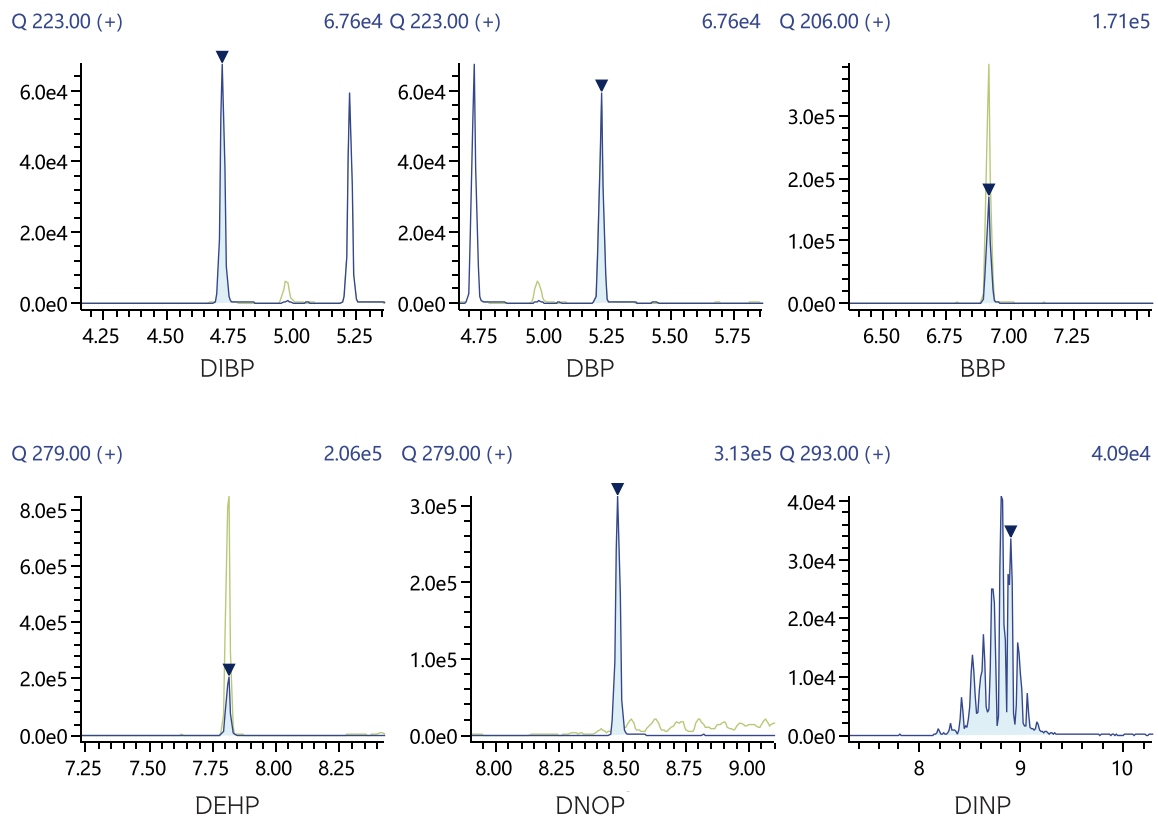


图 2 ERM-EC591 溴代阻燃剂标准品色谱图



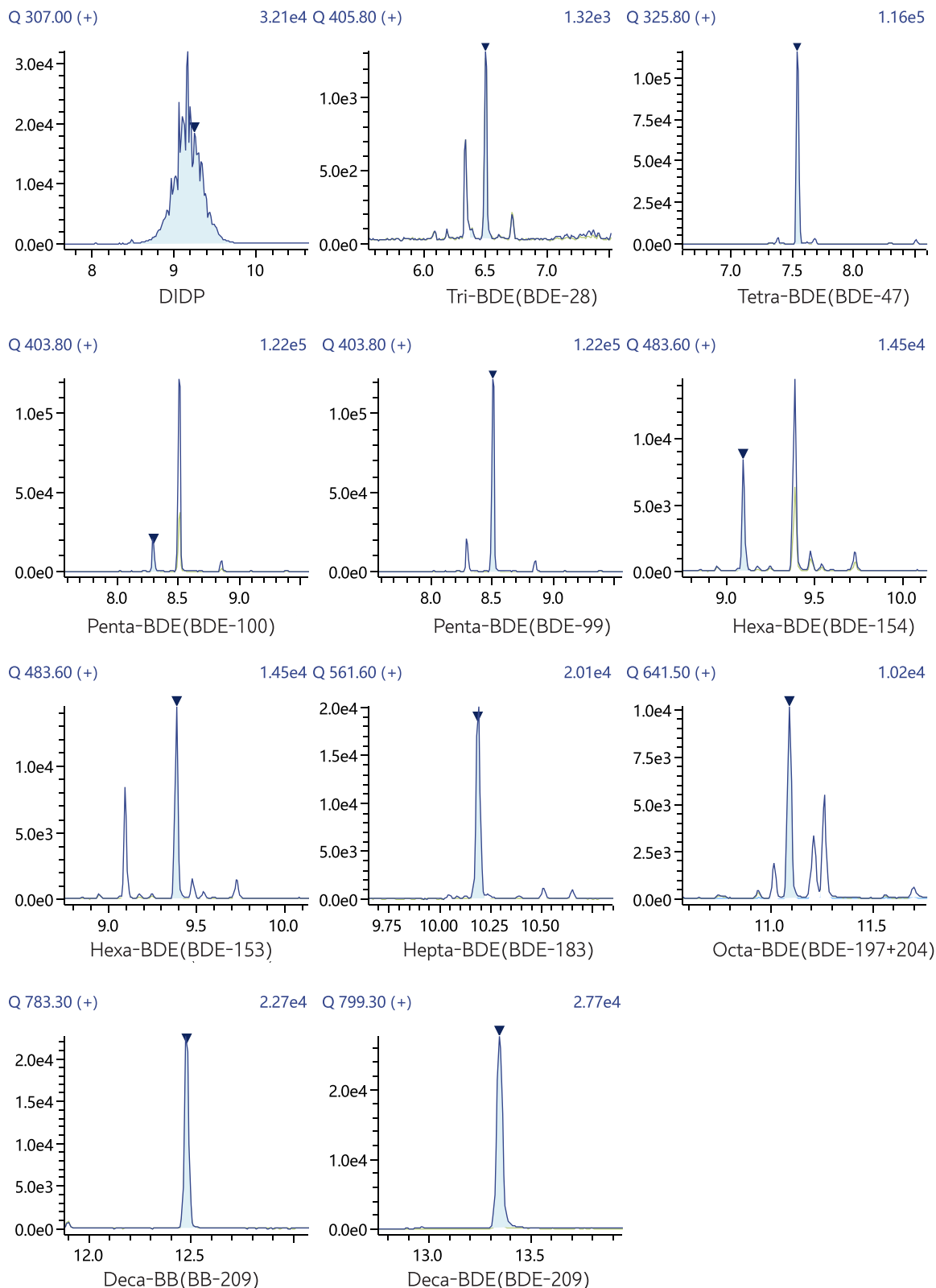


图3 邻苯二甲酸酯和溴代阻燃剂质量色谱图

表 1 邻苯二甲酸酯和溴代阻燃剂信息

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	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	84-69-5	4.719	223.0	205.0
2	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	84-74-2	5.222	223.0	205.0
3	邻苯二甲酸苯基丁酯	BBP	85-68-7	6.914	206.0	91.0
4	邻苯二甲酸二己酯	DEHP	84-75-3	7.813	279.0	167.0
5	邻苯二甲酸二辛酯	DNOP	117-84-0	8.481	279.0	167.0
6	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	84-76-4	7.310~10.300	293.0	/
7	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	26761-40-0	7.660~10.650	307.0	/
8	2,4,4'- 三溴二苯醚	Tri-BDE(BDE-28)	41318-75-6	6.498	405.8	407.8
9	2,2',4,4'- 四溴二苯醚	Tetra-BDE(BDE-47)	5436-43-1	7.540	325.8	483.6
10	2,2',4,4',6'- 五溴二苯醚	Penta-BDE(BDE-100)	189084-64-8	8.297	403.8	561.6
11	2,2',3,4,4'- 五溴二苯醚	Penta-BDE(BDE-99)	182346-21-0	8.511	403.8	561.6
12	2,2',4,4',5,6'- 六溴二苯醚	Hexa-BDE(BDE-154)	207122-15-4	9.096	483.6	643.5
13	2,2',4,4',5,5'- 六溴二苯醚	Hexa-BDE(BDE-153)	68631-49-2	9.387	483.6	643.5
14	2,2',3,4,4',5,6'- 七溴二苯醚	Hepta-BDE(BDE-183)	207122-16-5	10.188	561.6	721.4
15	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(B- DE-197+204)	117964-21-3/ 446255-54-5	11.092	641.5	643.5、 801.3
16	十溴联苯	Deca-BB(BB-209)	13654-09-6	12.476	783.3	785.3
17	十溴二苯醚	Deca-BDE(BDE-209)	1163-19-5	13.344	799.3	959.1

表 2 新增特定管制类化合物信息

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	异丙基化磷酸三苯酯 (3:1) (PIP (3:1))	iPr:0	68937-41-7	7.092	326.1	233.0
2		iPr:1		7.656	368.1	251.0
3		iPr:2		8.150	410.2	251.0
4		iPr:3		8.822	452.2	/
5		iPr:4		9.214	494.3	/
6	2-(2'- 羟基 -3',5'- 二叔戊基苯基) 苯并三唑	UV-328	25973-55-1	8.195	322.2	351.2
7	顺式得克隆	Syn-DP	135821-03-3	10.993	271.8	296.8
8	反式得克隆	Anti-DP	135821-74-8	11.183	271.8	296.8
9	短链氯化石蜡 + 中链氯化石蜡	SCCPs +MCCPs	85535-84-8+85535-85-9	2.520~13.570	49.0	75.0

3.2 新增特定管制类物质

在 Py-Screener Ver.3 中，除了可以筛查七种邻苯二甲酸酯和溴代阻燃剂以满足 RoHS 指令有机物管控要求，还增加了 TSCA 管控的 PIP (3:1)，以及 POPs 管控的持久性有机污染物 UV-328、得克隆 (DP)、短链氯化石蜡 (SCCPs) 和中链氯化石蜡 (MCCPs) 的筛查分析。化合物信息见表 2 所示，表 3 为可支持筛查的物质清单。

表 3 可支持筛查的物质清单

法规	管控物质	备注
RoHS	邻苯二甲酸酯	/
	溴代阻燃剂	
	TOTM/ 六溴环十二烷	辅助分析化合物
美国 TSCA	PIP(3:1)	新增特定管制类物质
	UV-328	
POPs 公约	DP	
	SCCPs+MCCPs	

对于新增的 PIP (3:1)、UV-328、DP、SCCPs 和 MCCPs 的定量，有两种定量方式：

- 1) 有标准物质，配制对应浓度的标准溶液，采用单点校准曲线的方法进行定量；
- 2) 无标准物质，根据 DEHP 的校准曲线结合校正因子进行定量。

本实验采用第二种定量方式，即无需标准物质，在软件中设置参考标准 ID 和校正因子，定量时采用组分表中 4 号组分 DEHP 的校准曲线和校正因子相乘的结果来计算浓度。图 4 为 Labsolution Insight 软件中设置参考标准 ID 和校正因子的截图。

#	化合物名称	组号	参比标准ID	校正因子	#	化合物名称	组号	参比标准ID	校正因子
1	DIBP	----		1.000000	21	Di-BB	2	13	0.792324
2	DBP	----		1.000000	22	Tri-BB	2	13	0.612465
3	BBP	----		1.000000	23	Tetra-BB	2	13	2.161322
4	DEHP	----		1.000000	24	Penta-BB	2	14	2.662315
5	DNOP	----		1.000000	25	Hexa-BB	2	14	2.319591
6	DINP	----		1.000000	26	Hepta-BB	2	14	3.460445
7	DIDP	----		1.000000	27	Octa-BB	2	29	0.756477
8	TOTM	----	4	3.086590	28	Nona-BB	2	29	0.862555
9	Hexabromocy...	----	14	4.865488	29	Deca-BB	2		1.000000
10	Mono-BDE	1	13	0.517526	30	iPr:0	----		1.000000
11	Di-BDE	1	13	0.520061	31	iPr:1	----		1.000000
12	Tri-BDE	1	13	1.071331	32	iPr:2	----		1.000000
13	Tetra-BDE	1		1.000000	33	iPr:3	----	4	0.427355
14	Penta-BDE	1		1.000000	34	iPr:4	----		1.000000
15	Hexa-BDE	1	14	0.967085	35	UV-328	----	4	0.058262
16	Hepta-BDE	1	14	1.415617	36	Syn-Dechlora...	3	4	0.659880
17	Octa-BDE	1	19	0.509105	37	Anti-Dechlora...	3	4	0.440250
18	Nona-BDE	1	19	0.668879	38	SCCPs+MCCPs	----	4	33.604978
19	Deca-BDE	1		1.000000	39	Total PBDEs	1		1.000000
20	Mono-BB	2	13	0.359256	40	Total PBBs	2		1.000000
21	Di-BB	2	13	0.792324	41	Total DP	3		1.000000

注：没有设定参考标准 ID 的化合物通过其本身的校准曲线来计算浓度。

图 4 Labsolution Insight 软件中参考标准 ID 和校正因子设置

3.3 样品测试

对电子电器设备中的 2 种电缆样品进行测试，样品色谱图见图 5，测定结果见表 4 所示。

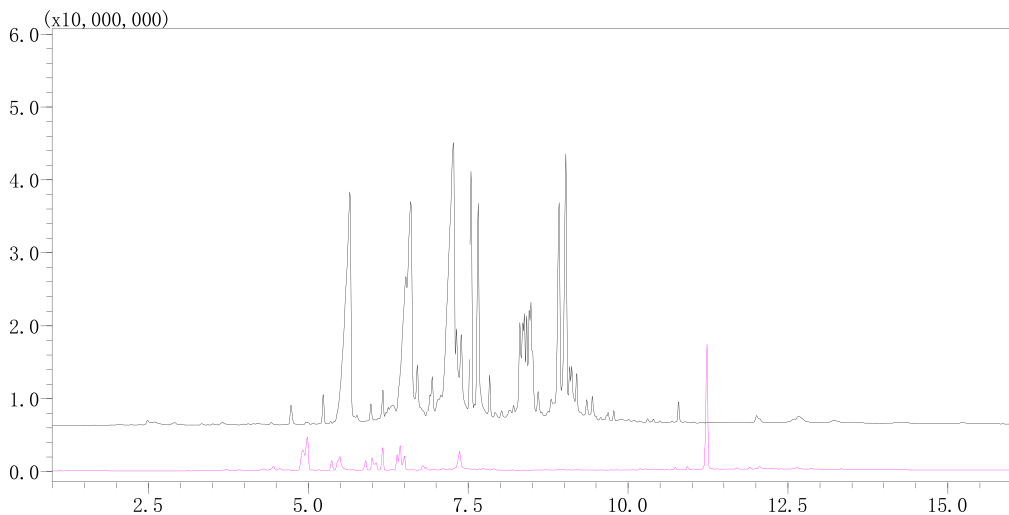


图 5 样品色谱图（黑色：样品 1，粉色：样品 2）

表 4 样品测试结果（单位：mg/kg）

No.	化合物名称	样品 1	样品 2	No.	化合物名称	样品 1	样品 2
1	DIBP	3177	N.D.	22	Tri-BB	N.D.	N.D.
2	DBP	3267	N.D.	23	Tetra-BB	N.D.	N.D.
3	BBP	3523	N.D.	24	Penta-BB	N.D.	N.D.
4	DEHP	1192	N.D.	25	Hexa-BB	N.D.	N.D.
5	DNOP	1314	N.D.	26	Hepta-BB	N.D.	N.D.
6	DINP	2007	N.D.	27	Octa-BB	N.D.	N.D.
7	DIDP	1389	N.D.	28	Nona-BB	N.D.	N.D.
8	TOTM	N.D.	N.D.	29	Deca-BB	N.D.	N.D.
9	Hexabromo cyclododecane	N.D.	N.D.	30	iPr:0	N.D.	N.D.
10	Mono-BDE	N.D.	N.D.	31	iPr:1	N.D.	N.D.
11	Di-BDE	N.D.	N.D.	32	iPr:2	N.D.	N.D.
12	Tri-BDE	N.D.	N.D.	33	iPr:3	N.D.	N.D.
13	Tetra-BDE	N.D.	N.D.	34	iPr:4	N.D.	N.D.
14	Penta-BDE	N.D.	N.D.	35	UV-328	N.D.	N.D.
15	Hexa-BDE	N.D.	N.D.	36	Syn-DP	N.D.	N.D.
16	Hepta-BDE	N.D.	N.D.	37	Anti-DP	N.D.	N.D.
17	Octa-BDE	N.D.	248	38	SCCPs+MCCPs	N.D.	N.D.
18	Nona-BDE	N.D.	562	39	Total PBDEs	N.D.	N.D.
19	Deca-BDE	N.D.	465	40	Total PBBs	N.D.	1275
20	Mono-BB	N.D.	N.D.	41	Total DP	N.D.	N.D.
21	Di-BB	N.D.	N.D.	/	/	/	/

注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

本方法采用岛津 Py-Screener Ver.3 系统对电子电器产品中 7 种邻苯二甲酸酯、20 种溴代阻燃剂以及 5 种特定管制类物质进行快速筛查检测。该方法样品不需要做前处理，直接称样上机分析就可得到筛查结果，通过使用邻苯二甲酸酯标准物质、ERM-EC591 溴代阻燃剂标准品，采用参照标准 ID 以及校正因子的设置，无需其他标准物质即可测定这些受管控物质的含量。

岛津应用云

