

APPLICATION NOTE



使用天美赛里安 8500GC-8700SQ 测定电子产品中邻苯二甲酸酯

前言

我国电子电气产品的产量和制造能力全球领先，对欧盟电子电气产品出口量巨大，企业出口欧盟的产品都需符合相应的限量要求。在 RoHS2.0 涉及的分析仪器中有机部分主要是针对溴代阻燃剂和塑化剂，包括三类物质：多溴联苯，多溴二苯醚以及邻苯二甲酸酯。使用色谱以及色谱-质谱联用进行检测。针对有机部分的检测，天美提供全套的色谱和色谱质谱联用解决方案，帮助您应对 RoHS2.0 指令的相关检测。本文介绍了快速筛查电子产品中邻苯二甲酸酯的方法。

实验条件

实验仪器

SCION 8500GC-8700SQ 质谱仪，Frontier EGNPY 30300 热裂解。见图 1。

图 1 8500GC-8700SQ



标准品及样品

标准品：邻苯二甲酸酯 PVC 标准品化合物，具体含量见表 1。

表 1

化合物名称	CAS No	标准值 mg/kg	扩展不确定度 mg/kg , k=2
DIBP	84-69-5	975	98
DBP	84-74-2	1012	101
DNHP	84-75-3	1079	108
BBP	85-68-7	977	98
DEHP	117-81-7	1212	121
DNOP	117-84-0	1099	110

仪器实验条件详见表 2。

表 2 仪器实验条件

色谱柱:	SCION-5MS, 30m×0.25mm×0.25μm
载气流速:	恒流, 1mL/min
进样口温度:	250°C
分流比:	分流, 50 : 1
升温程序:	80°C 保持 0min;
	20°C/min 到 300°C 保持 5min;
质谱传输线温度:	280°C
离子源温度:	230°C
扫描模式:	选择离子 (SIM)
扫描范围:	50~500amu
溶剂延迟:	2min

样品准备：使用切刀，将样品切割成合适大小，称量 0.50mg，精确至 0.01mg。小心放置于干净的燃烧杯中，待测。

实验结果

标准品谱图

将装有标准品的燃烧杯装入热裂解仪的手动进样器，待热裂解仪和气相色谱仪准备完毕后，按压手动进样器，使燃烧杯落入裂解室开始上机测试，测试结果谱图参见图 2。从 TIC 图中提取 149 EiC 图，可以看出邻苯二甲酸酯 PVC 标准品中 6 种邻苯均有效分离。对目标化合物峰积分，NIST 检索，列出 4 种待测物质化合物表。见图 2，表 3。

图 2 邻苯二甲酸酯 PVC 标准品测试谱图

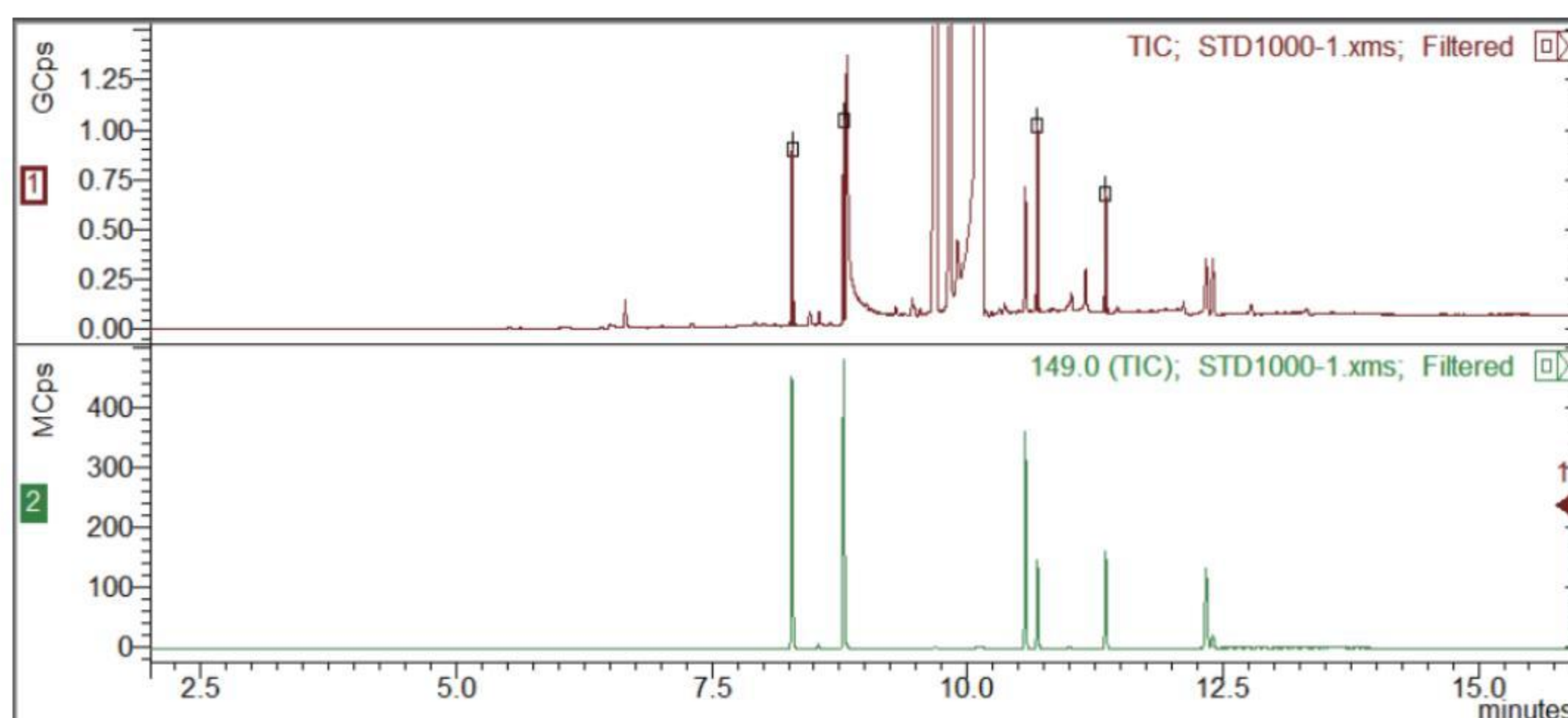


表 3 欧盟 RoSH 4 项邻苯二甲酸酯对应的保留时间

化合物名称	CAS No	保留时间
DIBP	84-69-5	8.285
DBP	84-74-2	8.789
BBP	85-68-7	10.687
DEHP	117-81-7	10.687

取两个样品进行测试，总离子流图和结果见下图 3，图 4

图 3 样品 1 总离子流图

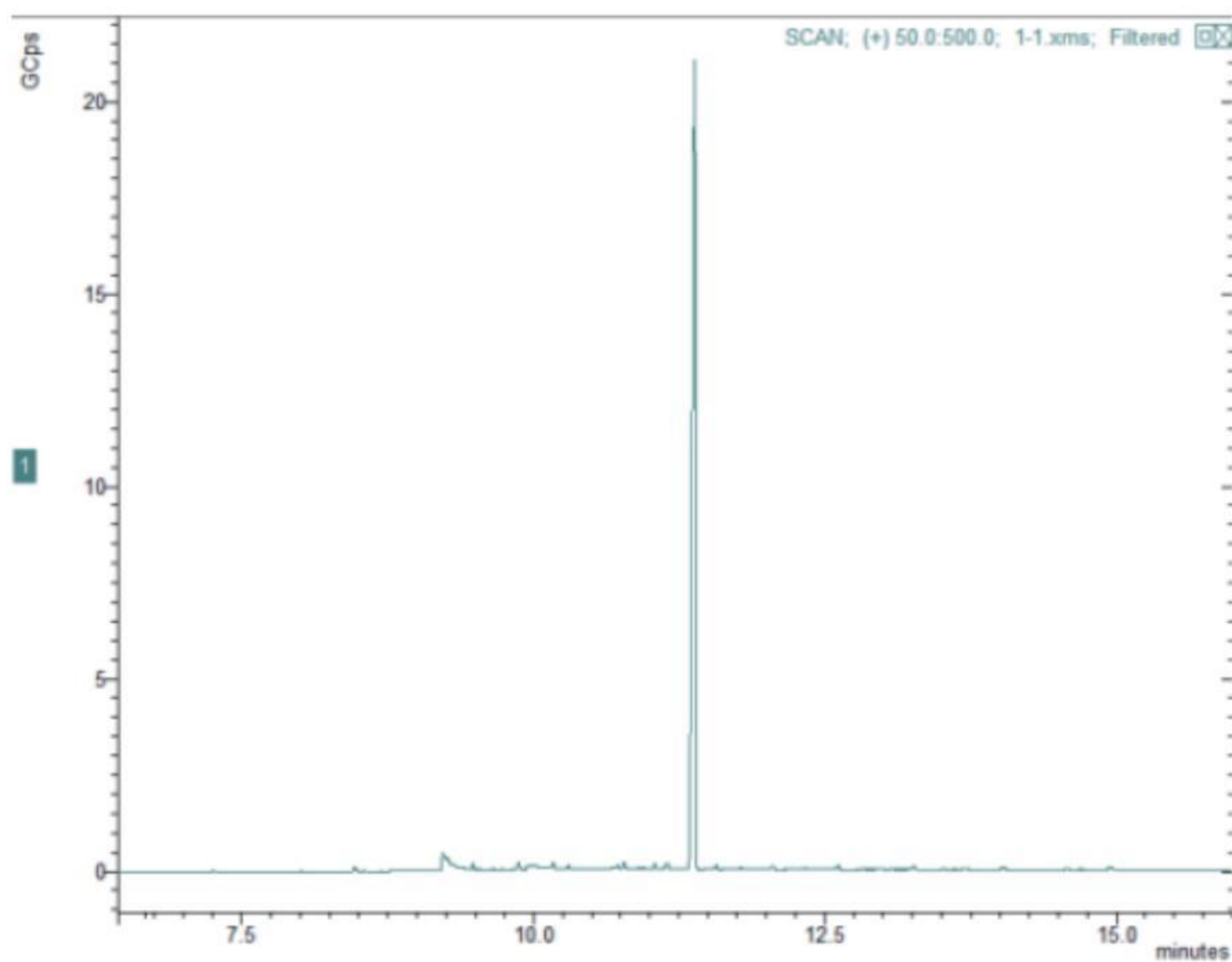
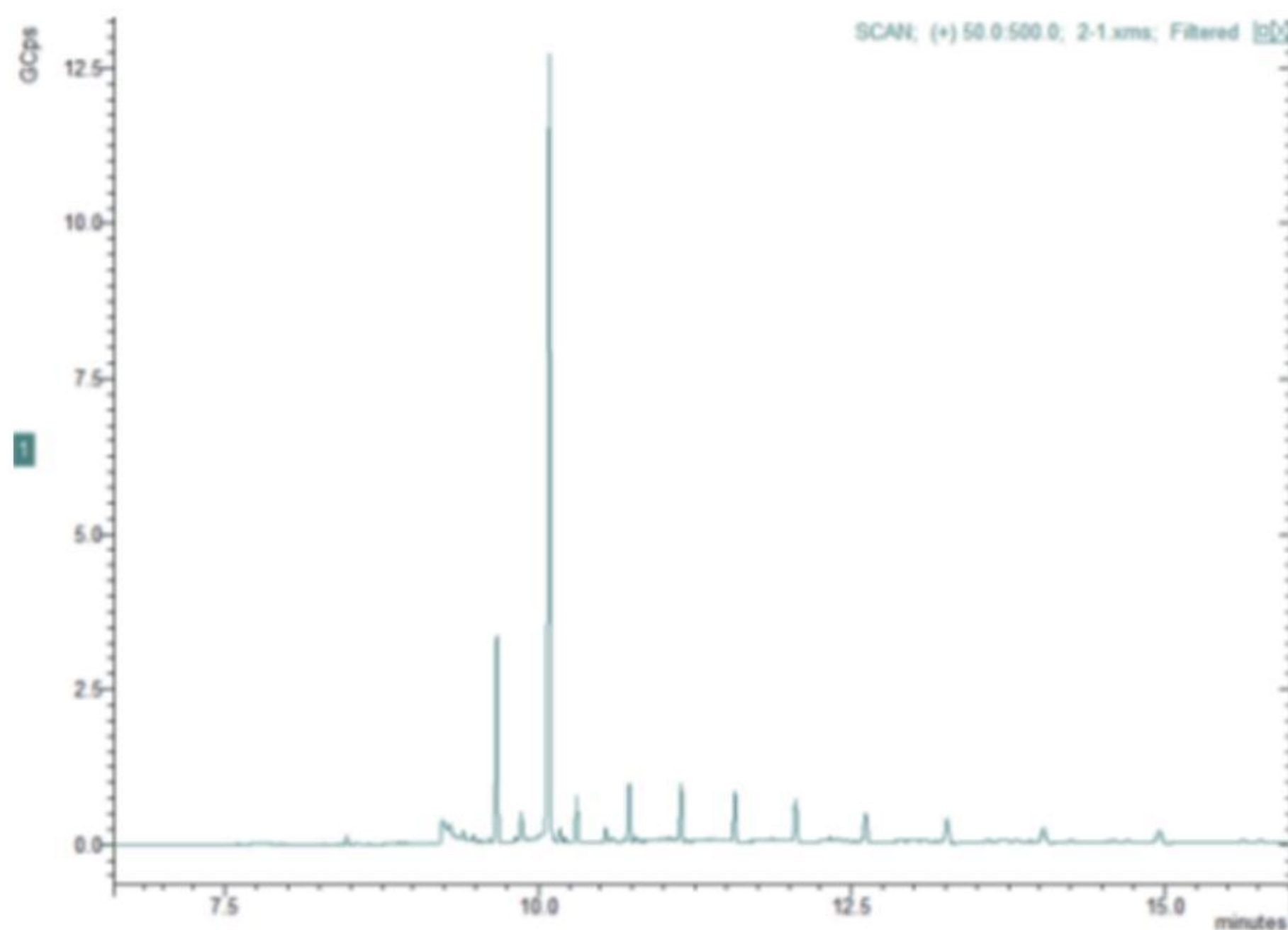


图 4 样品 2 总离子流图



样品测试结果详见表 4，从表中可以看出，1 号样品有很高浓度的 DEHP 检出，2 号样品也同样有少量的 DEHP 检出。

表 4 样品测试结果

样品名称	质量 mg	编号	化合物/定量离子	保留时间 min	峰面积	浓度 mg/kg
标准品	0.5	STDI000-1	DBP/223	8.285	1.949X107	1012
			DIBP/223	8.788	1.801X107	975
			BBP/206	10.687	2.426X107	977
			DEHP/279	11.355	9.942X106	1212
1 号样品	0.51	1-1	DBP/223	—	—	ND
			DIBP/223	8.787	252450	13.4
			BBP/206	—	—	ND
			DEHP/279	11.387	1.137X109	135891
2 号样品	0.58	2-1	DBP/223	—	—	ND
			DIBP/223	—	—	ND
			BBP/206	—	—	ND
			DEHP/279	11.355	181070	19

结论

热裂解气质联用法可以有效筛选邻苯二甲酸酯类物质，对 DIBP、DBP、BBP、DEHP 的测试效果良好，可以用于待测样品的快速确认。无需样品前处理，整个分析流程约 15 分钟，极大地节省了分析时间。同时，由于此方法采用单点定量方法，且取样量很少，样品不均匀性可能会造成结果差异，因此，在进行样品测试时，还应选取代表性试样。还有，当化合物浓度较限值很小时，可以认为样品符合限制要求；当浓度超出限制较大时，可以认为样品不符合标准要求；而当浓度在限值附近时，还需要将样品取代表性部分进行化学前处理，再使用 GCMS 分析提取溶液，计算待测化合物浓度与限值进行比较。综上，热裂解气质联用法可以作为邻苯二甲酸酯类物质的辅助快速筛查方法使用。

400-810-7898
www.techcomp.cn
www.techcomp.com.hk



天美集团官方网站



天美色谱微信