

RoHs2.0解决方案GC-MS热裂解气相色谱质谱联用仪

产品名称	RoHs2.0解决方案GC-MS热裂解气相色谱质谱联用仪
公司名称	深圳市广润自动化设备有限公司
价格	1.00/台
规格参数	品牌:Thermo 型号:TRACE1310 产地:美国
公司地址	深圳市宝安区82区新安六路1003号华丰科技园521室
联系电话	0755-29234569 13631672362

产品详情

RoHs2.0解决方案Thermo GC-MS热裂解气相色谱质谱联用仪

唯一参与最新中国国家标准制定商

型号：

TRACE 1310 气相色谱

ISQ 7000 单四极杆质谱

Frontier EGA/PY-3030D 热裂解

Thermo Scientific™ Chromeleon7.2 数据处理系统

本文参考 IEC 62321-8:2017 《通过气相色谱质谱联用仪(GC-MS)，配有热裂解/热脱附的气相色谱质谱联用仪 (Py/ TD-GC-MS) 检测聚合物中的邻苯二甲酸酯》，采用热裂解作为样品进样技术，不经前处理直接进 Pyrolyzer-

GCMS 系统分析检测，省去了繁琐的前处理步骤。该方法操作简单，速度快，仪器灵敏度高，无杂质干扰，适合进行增塑剂的快速筛查。

方案特点1) 自动化程度高，高达 48 位自动进样器，满足高通量分析要求

2) 可提供EworkFlow™ 方法包，整合仪器方法，分析方法，报告模板，无需重新建立，一键启动分析。

3) 独特的进样口接口设计，无需切换载气流路。可在热裂解进样方式和普通进样方式自由切换。

4) 性能稳定，大浓度进样后系统依然残留量少，大幅减少维护时间，满足连续筛查任务的进行。

关键词

热裂解；增塑剂；聚合物

目标

建立一种简单、快速、自动化程度高的分析检测方法来检测聚合物中增塑剂，以期提供更好的快速筛查方法。

引言

塑化剂是大宗工业品，广泛应用于国民经济各领域，包括塑料、橡胶、粘合剂、纤维素、树脂、医疗器械、电缆等成千上万种产品中。香港浸会大学生物系用白鼠研究发现，曾经服食增塑剂的老鼠，诞下的后代以雌性为主，并会影响其正常的排卵，即使诞下雄性，其生殖器较正常的小三分之二，而精子数量亦大减，反映增塑剂毒性属抗雄激素活性，造成内分泌失调，影响其正常生育能力。研究可应用到人类身上。

国际电工委员会（IEC）在其 IEC 62321-8:2017 电子产品中某些物质的测定 - 第 8 部分：通过气相色谱质谱联用仪(GC-MS)，配有热裂解 / 热脱附的气相色谱质谱联用仪 (Py/ TD-GC-MS) 检测聚合物中的邻苯二甲酸酯中引入了热裂解的进样方式，相较传统的索式萃取方式，极大的缩短了样品的前处理时间和处理难度，大幅提升样品的分析效率。

赛默飞世尔科技 Pyrolyzer-GCMS 分析系统由 ISQ™ GC-MS 系统和 Frontier EGA/PY-3030D 系统组成，独特的 PY 进样口接口，实现了 ISQ™ GC-MS 和热裂解的完美结合。

仪器

Pyrolyzer-Thermo Scientific™ ISQ™ 7000 GC-MS 热裂解 - 气相色谱质谱联用仪，

包括：

- TRACE 1310 气相色谱
- ISQ 7000 单四极杆质谱
- Frontier EGA/PY-3030D 热裂解

Thermo Scientific™ Chromeleon7.2 数据处理系统

耗材

TG-5HT 15 m x 0.25 mm x 0.10 μ m (P/N 26095-0350)

试剂与标准品

PVC 基质标准品 (1000 mg/kg) 锐标

工作曲线的制备

工作曲线：精准称取 0.50 mg (精准至 0.01 mg) 上机，获得单点绝对进样量校正曲线。

样品前处理

精准称取样品 0.50 mg (精准至 0.01 mg)，直接上机。

取样过程如下：根据不样品材质及形状选择随机合适的工具进行截取

热裂解条件

Step

Initial

()

Initial Rate

(min) (/min)

Final

()

Final

(min)

Total

1st

200

0

20

300

0

5

2nd

5

340

1

14

Upper Temp. :300

GC/MS 条件

进样口条件：进样口温度300 ，分流进样（分流比120：1），恒流 1.3 mL/min

柱温程序：80 （0 min）-20 /min-300 （2 min）传输线温度：280 ，离子源温度：320

El mode , SIM 方式采集

总运行时间：26 min（热裂解时间+GCMS 运行时间）

表 1.8 种增塑剂保留时间及特征离子

序号

化合物

保留时间 /min

定量离子

定性离子

1

DIBP

4.91

223

205、149

2

BBP

5.41

223

205、149

3

DnHP

7.59

251

149、150

4

7.61

206

91、 149

5

DEHP

8.12

279

167、 149

6

DNOP

8.77

167

279、 149

7

DINP

7.50-9.80

293

149、 167

8

DIDP

8.39-10.18

307

149、 167

结果与讨论

标准品色谱图

RSD 及系统残留测定分别精准称取 1000 mg/kg 标准品 0.50 mg (精准至 0.01 mg)，采用上述方法分别进样分析，连续进样，考察各组分的RSD 及系统残留，实验结果表明 8 种组分RSD 在 5.55-7.87% 之间，重复性良好。系统残留在 5% 以下 (见表 2)。

表 2. 方法学数据

序号	化合物	保留时间 /min	RSD/% (n=8)	残留量 /ng (9 针后 , 理论值 500ng)
1	DIBP	4.91	7.59	22.68
2	BBP	5.41	6.91	27.71
3	DnHP	7.59	6.71	

0.30

4

7.61

7.41

ND

5

DEHP

8.12

5.55

ND

6

DNOP

8.77

7.87

25.10

7

DINP

7.50-9.80

6.79

8

DIDP

8.39-10.18

7.67

14.53

注：ND= 未检出

实际样品测定

取三种不同材质样品 3 份，参考本方法对塑料中增塑剂进行分析检测。

表 3.8 种增塑剂测定值

序号

化合物

A (mg/kg)

样品

B (mg/kg)

C (mg/kg)

1

DIBP

0.63

0.92

44.81

2

BBP

1.48

1.87

40.54

3

DnHP

ND

ND

4

6.36

5.67

ND

5

DEHP

4.06

3.49

70.22

6

DNOP

ND

7

DINP

7.41

2.29

8

DIDP

注：ND = 未检