

# 采用高效液相色谱法测定电子产品中邻苯二甲酸酯

行业检测标准

## 前言

邻苯二甲酸酯类物质作为增塑剂被广泛应用于塑料及相关的电子产品设备中，对人体健康会造成危害并具有致癌的风险。2015年6月，欧盟发布指令对欧盟RoHS2.0进行修订，正式将邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（DEHP）、邻苯二甲酸丁苄酯（BBP）、邻苯二甲酸二丁酯（DBP）、邻苯二甲酸二异丁酯（DIBP）四种邻苯二甲酸酯（简称“四种PAEs”）列入RoHS2.0附录II中，于年底执行。因HPLC法具有抗污染能力，较GCMS法样品前处理简单、稳定性好、运行成本低等优势，特别适用于电子制造业中小型企业中原料控制检测。同时可进一步促进国产高效液相色谱仪检测技术在RoHS检测领域中的应用。

## Abstract

本文介绍了采用高效液相色谱法，测定电子产品中四种邻苯二甲酸酯的含量。本法结果可靠、线性良好，符合新发布标准《电子电气中四种邻苯二甲酸酯的测定-高效液相色谱法》要求，供用户参考。

Author :

姜菲菲

天美创科仪器(北京)有限公司 色谱市场部

## 实验部分

使用 Techcomp LC2000 高效液相色谱仪和T2100P工作站软件进行分析检测。

### 仪器和试剂

高效液相色谱仪 (LC2000, Techcomp), 分析天平 (普利赛斯), 超声波震荡仪 (江苏昆山)。乙腈购自 Burdich and Jackson (HPLC级), 超纯水由 Barnstead Easypure纯化系统制得。4种邻苯二甲酸酯混标购自o2si (浓度1000 $\mu$ g/mL于甲醇)。



Techcomp LC2000 高效液相色谱仪

### 标准品配置

**混合标准储备溶液:** 准确吸取1.00mL (精确至0.01 mL) 邻苯二甲酸酯混标于10mL棕色容量瓶, 乙腈溶解并定容, 配制成浓度为100 $\mu$ g/mL混标储备溶液。以上标准溶液在0 $^{\circ}$ C~4 $^{\circ}$ C避光保存, 有效期6个月。

**标准工作溶液:** 准确移取0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL的混合标准储备溶液, 分别置于10mL的棕色容量瓶, 用乙腈定容, 得到1  $\mu$ g/mL、5  $\mu$ g/mL、10  $\mu$ g/mL、20  $\mu$ g/mL、50  $\mu$ g/mL、100  $\mu$ g/mL的系列标准工作溶液。

### 样品处理

将固体样品破碎成粒径约为1mm的小块, 准确称取约1.0000g (精确至0.0001g), 乙腈为提取试剂进行

超声提取70min,静置冷却至室温, 乙腈多次洗涤试管及残渣后, 过滤合并到100mL容量瓶。

### 液相色谱条件

表1. 液相条件

色谱柱:	Kromasil C18 (4.6mm*250mm*5 $\mu$ m)
流动相:	乙腈-水梯度洗脱, 洗脱条件见表1
柱温:	35 $^{\circ}$ C
流速:	1.8 mL/min
检测波长:	225nm
进样量:	20 $\mu$ L

表2. 梯度洗脱条件

时间(min)	乙腈%	水%
0	58	42
18	58	42
25	83	17
35	83	17
40	100	0
45	58	42

## 实验结果

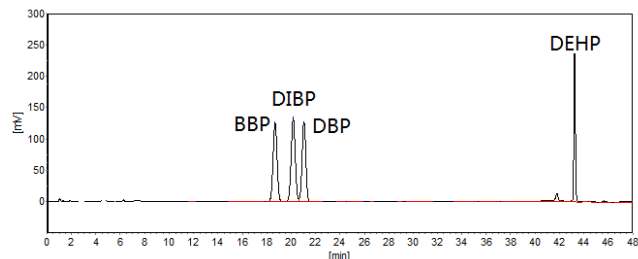
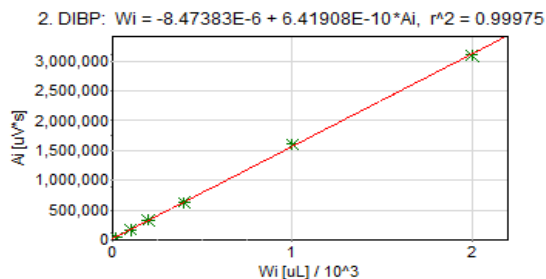
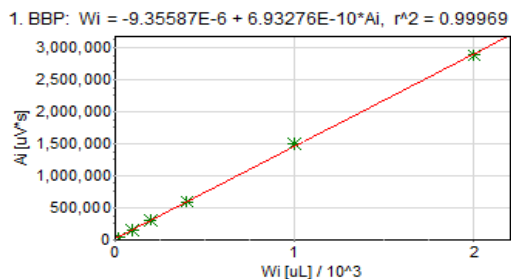


图1. HPLC法测定四种PAEs混标色谱图

色谱图显示, 四种PAEs分离度均大于1.5, 且色谱峰尖锐, 说明液相检测方法适用于测定此四种PAEs物质。

### 标准曲线

将1.0-100.0 $\mu$ g/mL范围内六个浓度等级的PAEs混标溶液, 绘制标准曲线, 如图2所示, 其校准曲线得到的线性回归结果在表2中显示。由此可知, 四种PAEs线性满足检测要求。



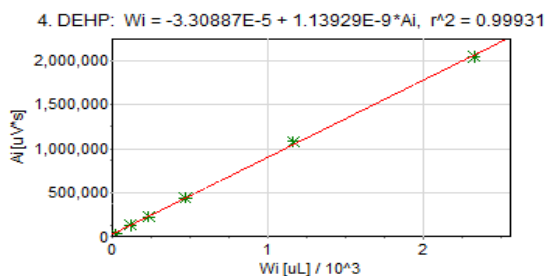
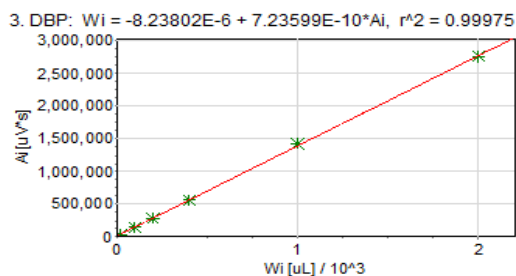


图2 四种PAEs标准曲线

### 重复性测定

表3. 四种不同浓度的PAEs重复性

PAEs	浓度 $\mu\text{g/mL}$	保留时间(min)	RSD%	峰面积	RSD%
BBP	1.0	18.657	0.320	33237	6.595
	10.0	18.875	0.130	307025	0.074
	50.0	18.547	0.097	1507757	1.015
DIBP	1.0	20.125	0.333	34487	2.081
	10.0	20.281	0.105	329639	0.049
	50.0	20.989	0.062	1624779	0.933
DBP	1.0	21.005	0.389	28795	3.976
	10.0	21.002	0.091	291720	0.075
	50.0	21.756	0.038	1443295	1.051
DEHP	1.0	42.910	0.099	29519	6.188
	10.0	43.082	0.347	302684	0.191
	50.0	42.834	2.330	1520790	6.780

### 样品检出结果



选用电线外皮和银行卡塑料材质，经过乙腈超声提取后的色谱图如图3和图4所示，检测结果见表4。

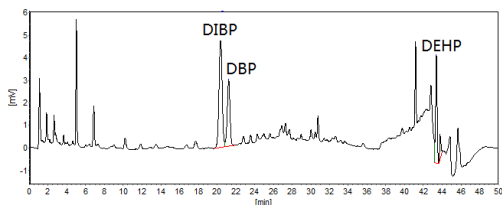


图3 电线外皮样品色谱图

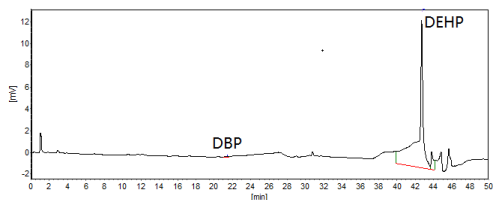


图4. 银行卡样品色谱图

表4. 样品中四种PAEs检测结果(mg/kg)

PAEs	电线外皮	银行卡
BBP	0	0
DIBP	318.4	0
DBP	170.5	0
DEHP	72.0	632.4

### 结论

本应用采用液相色谱法从电子产品中提取四种邻苯二甲酸酯的检测方法，并利用乙腈超声萃取前处理方法，得到检测结果完全满足电子电气产品中四种邻苯二甲酸酯检验的需要，各项技术指标均符合要求，方法准确且重现性好。

### 参考文献

- [1] 《电子电气产品中四种邻苯二甲酸酯的测定》团体标准  
(项目编号: CESA-2019-032)



#### 天美集团总部

香港九龙葵涌青山道552-566号美达中心6楼

t 00852-27519488

e techcomp@techcomp.com.hk

#### 天美创科仪器(北京)有限公司

北京市朝阳区红军营南路天畅园7号楼1、3层 (100107)

t 010-64010651

e TIL\_CH@techcomp.cn

#### 上海分公司

上海市徐汇区桂平路333号5号楼6楼 (200233)

t 021-64870138

e TIL\_CH@techcomp.cn

#### 广州分公司

广州市天河区体育西路109号高盛大厦16C (510620)

t 020-38899384

e TIL\_CH@techcomp.cn

400-810-7898

[www.techcomp.cn](http://www.techcomp.cn)

[www.techcomp.com.hk](http://www.techcomp.com.hk)



天美集团官方网站



天美集团官方微信