

## APPLICATION NOTE



## 天美赛里安液相 测定电子产品中邻苯二甲酸酯

### 前言

邻苯二甲酸酯（PAEs）又称酞酸酯，是邻苯二甲酸形成的酯的统称。邻苯二甲酸酯类化合物是脂溶性化合物，电器电子产品中邻苯二甲酸酯，会对环境造成严重污染，损害人体健康。2015年6月4日，欧盟在其官方公报上发布指令(EU) 2015/863 对 RoHS2.0(2011/65/EU) 附录 II 进行修订，正式将四种邻苯二甲酸酯 (DEHP、BBP、DBP、DIBP)列入 RoHS2.0 附录 II 中,并规定新增的 4 种邻苯二甲酸酯的限值均是 0.1%。针对此，天美提供高效液相法测定的解决方案，轻松应对 RoHS 2.0 指令。

## 实验条件

### 实验仪器

高效液相色谱仪（赛里安 LC6000），分析天平（普利赛斯），超声波振荡仪（江苏昆山）。乙腈购自 Burdich and Jacksson（HPLC 级），超纯水由 Barnstead Easypure 纯化系统制得，见图 1 LC6000。

图 1 LC6000



### 试剂样品

标准品：4 种邻苯二甲酸酯混标购自 o2si（浓度 1000 $\mu$ g/ml 于甲醇）混合标准溶液配制：准确吸取 1.00mL（精确至 0.01mL）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。

混合标准工作溶液：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 10 mL 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。液相色谱条件详见表 1。

表 1 液相色谱条件

色谱柱	SCION C18 ODS-AQ (4.6 mm * 250 mm , 5 μm)		
流动相	A: 乙腈 B: 水		
流速	1.0 mL/min		
柱温	35.0℃		
进样量	20 μL		
检测波长	225 nm		
洗脱程序	时间 (min)	A (%)	B (%)
	0	58	42
	18	58	45
	25	83	17
	35	83	17
	40	100	0
	45	58	42

实验结果

标准品谱图

使用上述的仪器条件测试，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。四种不同浓度的 PAEs 重现性，完全满足相关国家标准要求。见图 2，表 2。

图 2 HPLC 法测定四种 PAEs 混标色谱图

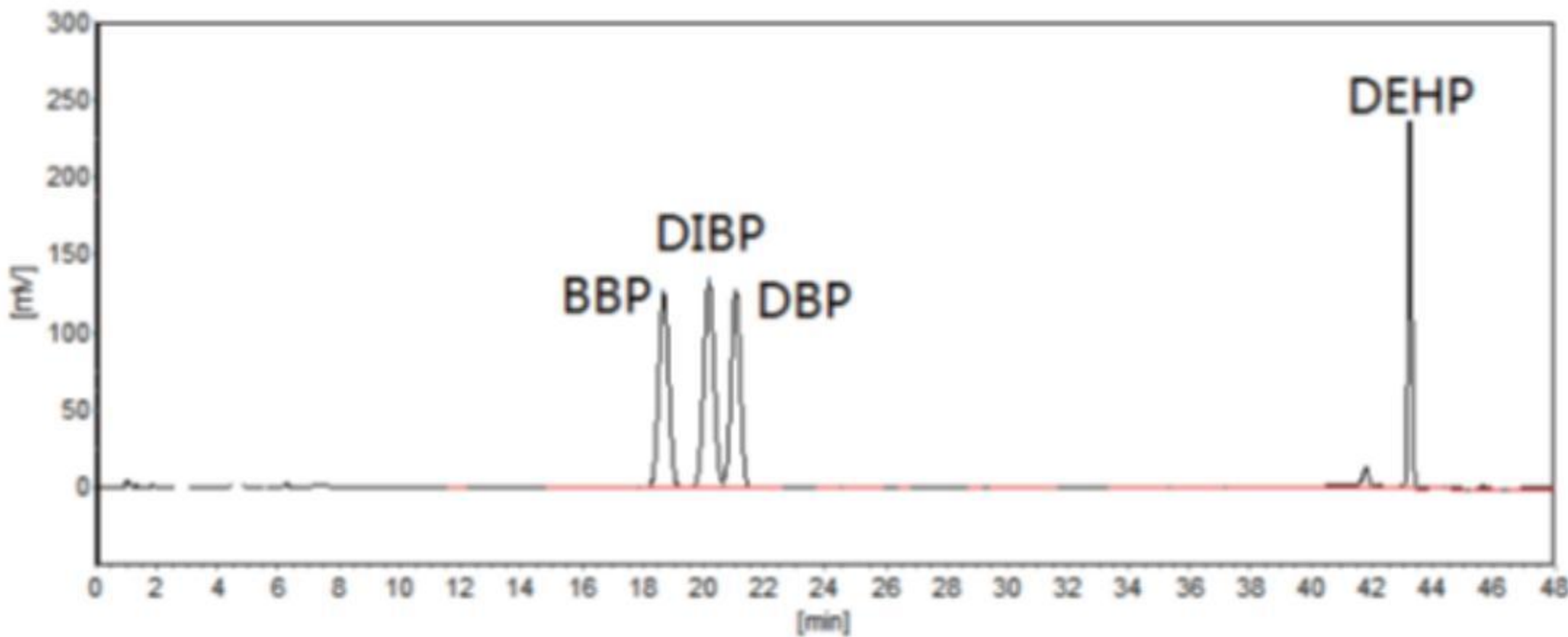


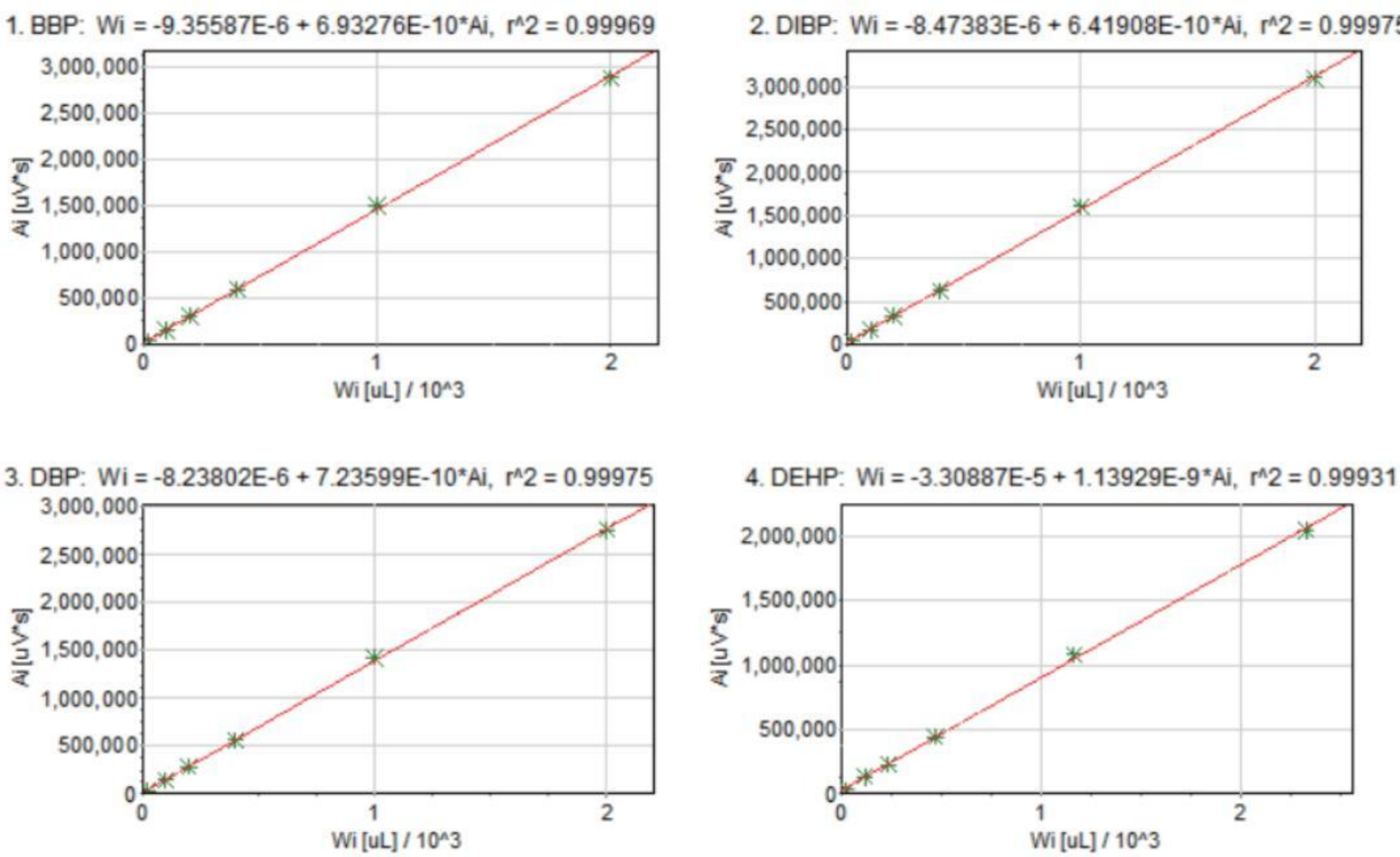
表 2 四种不同浓度的 PAEs 重现性

PAES	浓度	保留时间 (min)	RSD%	峰面积	RSD%
BBP	1.0	18.657	0.32	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

线性测试

1.0-100.0μg/ml 范围内六个浓度等级的 PAEs 混标溶液, 绘制标准曲线, 其校准曲线得到的线性回归如图 3 所示。由此可知, 四种 PAEs 线性满足检测要求。

图 3 四种 PAEs 线性



## 样品测试

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 4 和图 5 所示，检测结果见表 3。

图 4 电线外皮样品色谱图

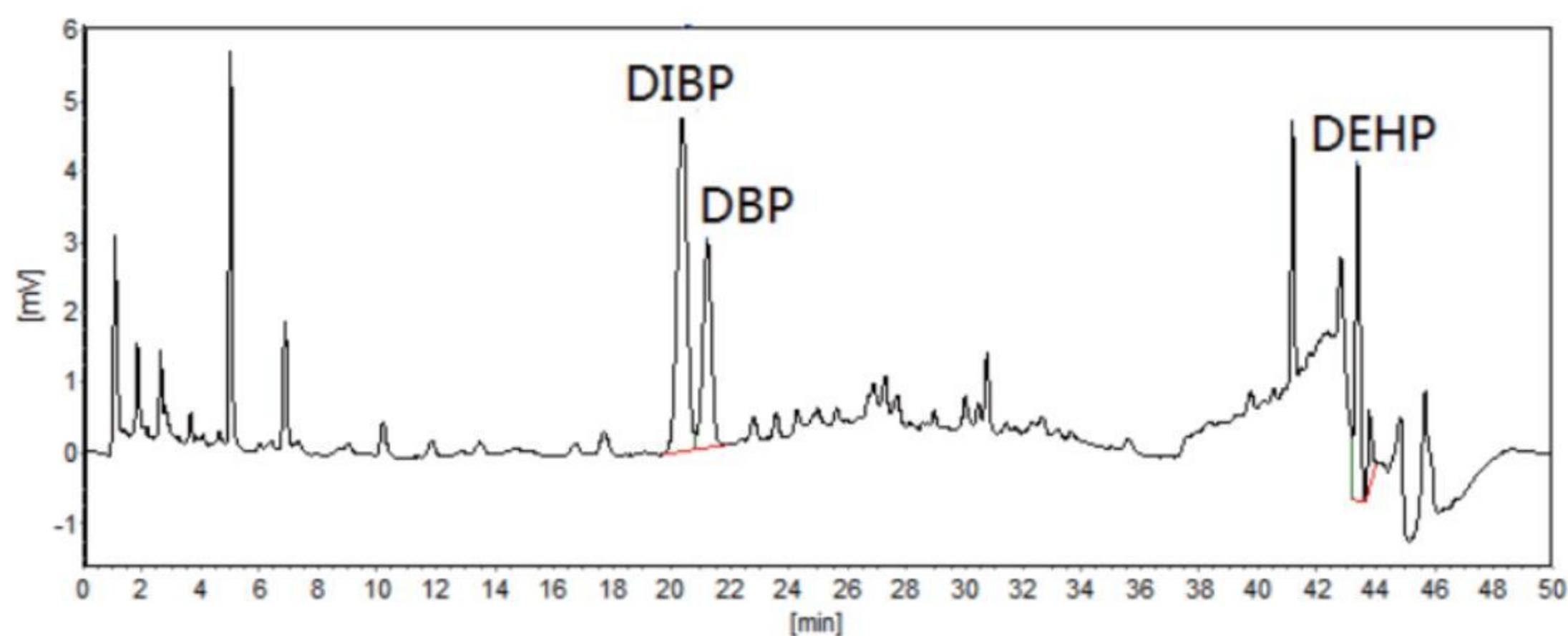


图 5 银行卡样品色谱图

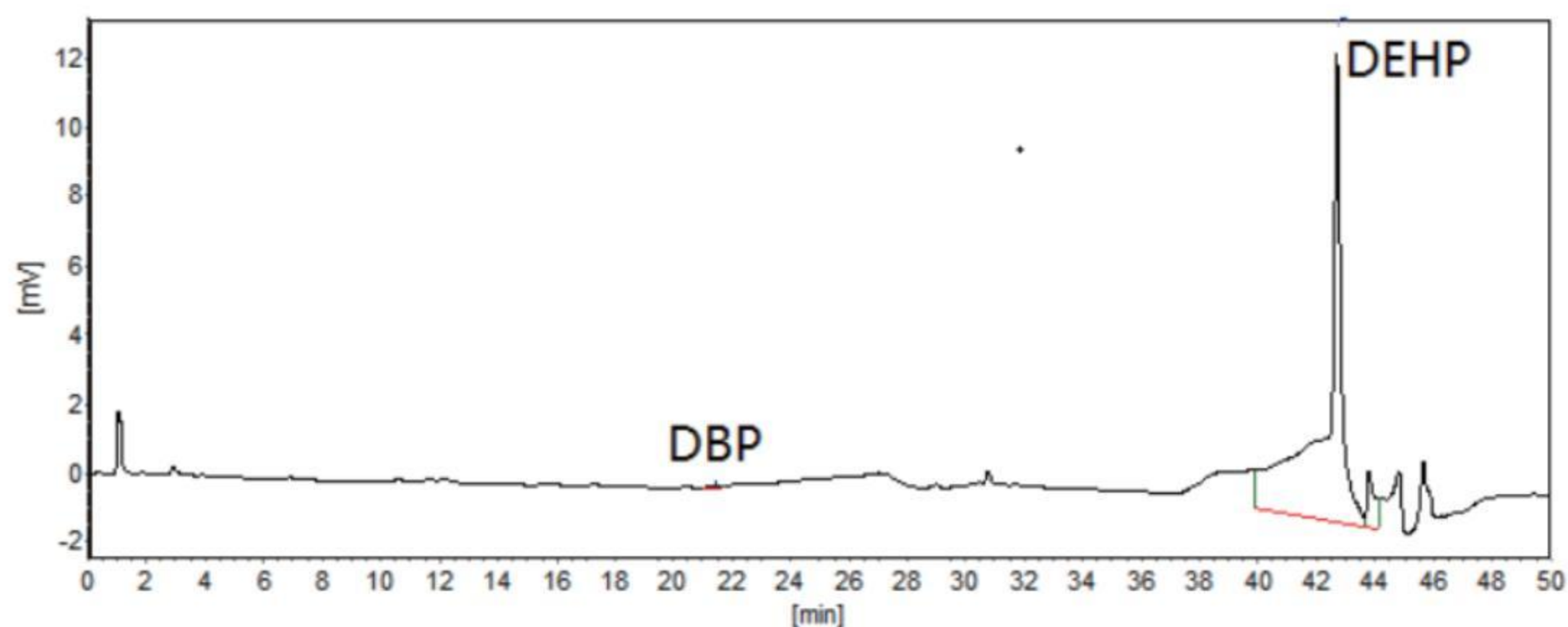


表 3 样品中四种 PAEs 检测结果 (mg/kg)

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。



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



天美色谱微信