

1. 背景

中国电子工业标准化技术协会与 2019 年发布的 T/CESA 1063-2019 《电子电气产品中四种邻苯二甲酸酯的测定 高效液相色谱法》。本文参考该标准，使用日立 Primade 高效液相色谱仪结合 GL Sciences 的 Inertsil ODS-3 色谱柱建立的电子电气产品中四种邻苯二甲酸酯 (BBP、DIBP、DBP、DEHP) 的分析方法。在标准规定的 1 μ g/mL-100 μ g/mL 范围内，相关系数在 0.999 以上。实验结果表明，该方法可以满足电子电气产品中 4 中邻苯二甲酸酯的检测需求。

※四种邻苯二甲酸酯于 2015 年在盟发布的 (EU) 2015/863 中被要求管控，其限值为 0.1% (w/w)。电子制造行业一般进行来料检测，确保其产品符合欧盟标准。目前国内所采用的检测方法一般都是气相色谱质谱法 (GC-MS)。该设备价格昂贵，维护复杂，不利于生产企业的持续分析。高效液相色谱仪，价格相对低廉，维护简单，可以有效的弥补上述不足。

2. 实验分析

2.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: Inertsil ODS-3 250 \times 4.6mm, 5 μ m (P/N:5020-01732)
- GL Filter 针式过滤器 (GLS0604 25mm x 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial 样品瓶 (GLS0008 2mL 透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

3. 标准规定

3.1 标准内容:

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

色谱条件：以十八烷基键合硅胶为填充剂（250*4.6mm，5 μ m）；以乙腈为流动相A,水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为35 $^{\circ}$ C，检测波长为225nm。流速1.8ml/min。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~18	58	42
18~25	58→83	42→17
25~35	83	17
35~40	83→100	17→0
40~45	100→52	0→48

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：准确称取四种邻苯二甲酸酯标准物质0.1g于100 mL容量瓶中，用乙腈溶解并定容作为标准储备液，其浓度为1mg/mL。准备移取适量的标准储备液，用乙腈定容到10 mL，配置浓度为1.0、10.0、20.0、50.0、100 μ g/mL的标准溶液。

供试品溶液的制备：将固体样品破碎至粒径约1cm以下，再用粉碎机破碎至1 mm以下。称取粉碎好的样品1.000g（精确至0.1 mg）放至50mL具塞试管中，加入30mL乙腈，超声提取70min，静置冷却至室温后，过滤至100mL容量瓶中，用乙腈分三次洗涤具塞试管及残渣，洗涤液合并到100mL容量瓶中，最后用乙腈定容至刻度，用滤膜过滤供测定使用。

3.3 系统适用性要求:

四种邻苯塑化剂分离度大于1.5。

3.4 实验条件

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

色谱柱: Inertsil ODS-3 250 × 4.6mm, 5 μ m (P/N:5020-01732)

流动相A: 乙腈

流动相B: 水

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~15	50→60	50→40
15~25	60	40
25~40	60→80	40→20
40~45	80→100	20→0
45~60	100	0

※根据标准进行了修改

流速: 1.0 mL/min

柱温: 35°C

检测波长: 225 nm

进样量: 20 μ L

柱压: 6.2 MPa

仪器型号: Hitachi Primaide

检测器: UV

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

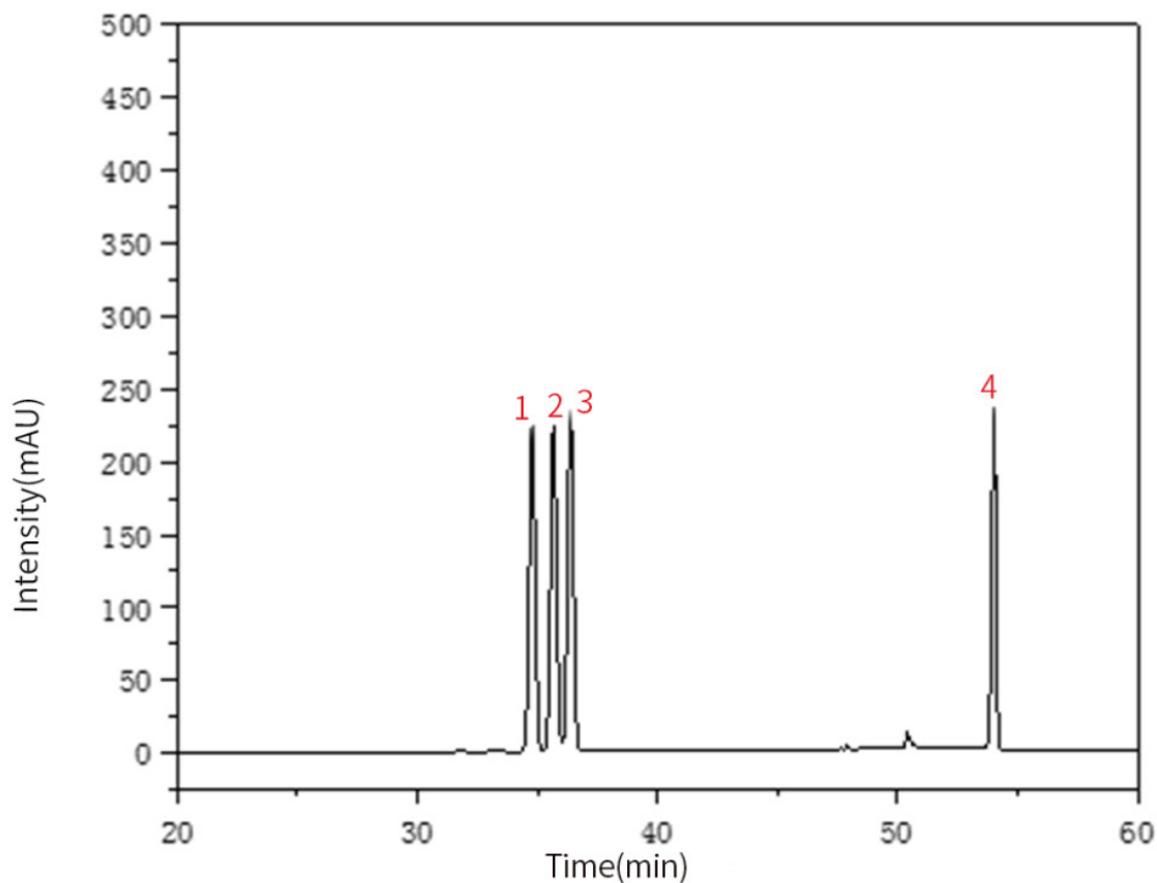
● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

3.5 100 μ g/ml实验结果



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	BBP	34.80	3929.28	224.30	89390	1.01	/
2	DIBP	35.70	3940.02	224.24	93396	1.02	1.91
3	DBP	36.40	4041.10	234.92	101598	1.01	1.52
4	DEHP	54.0	2806.37	233.81	483155	0.92	45.81

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● **上海总公司**

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● **技尔应用技术中心**

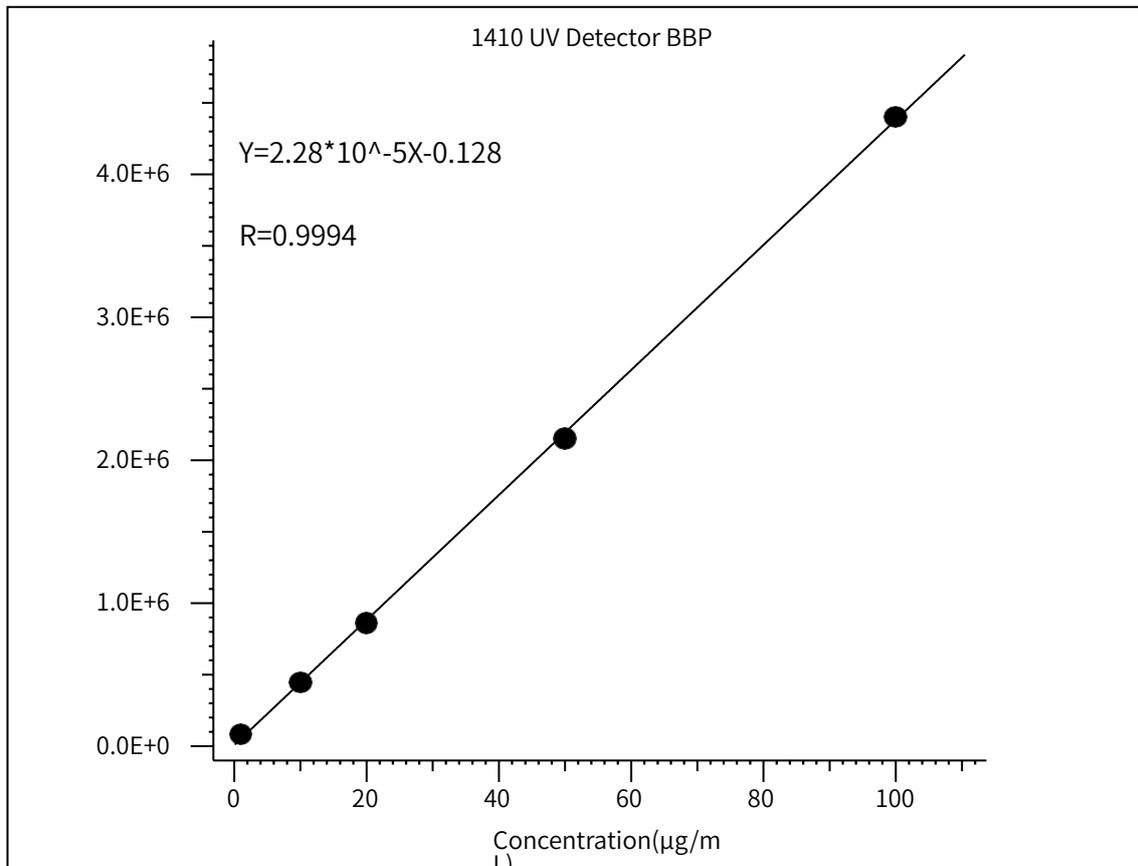
地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● **成都分公司**

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

3.6 线性相关系数

BBP



技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

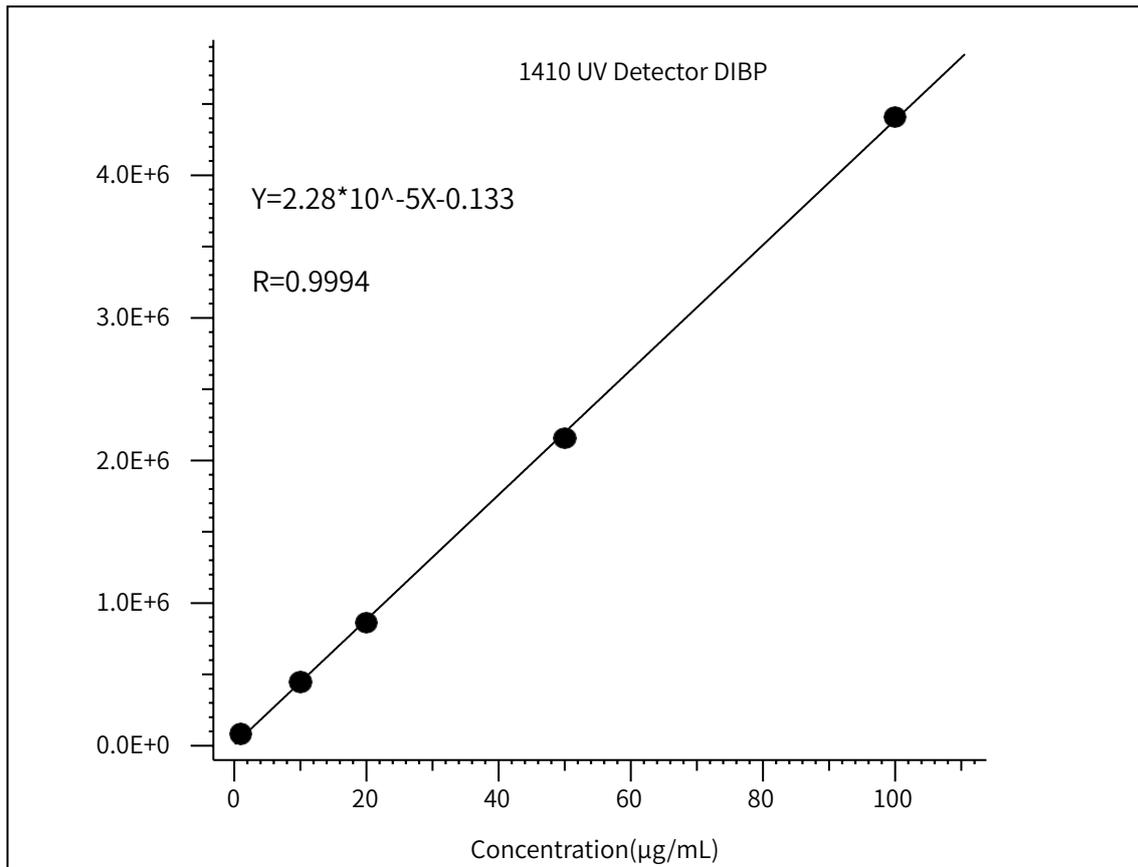
● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

DIBP



技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

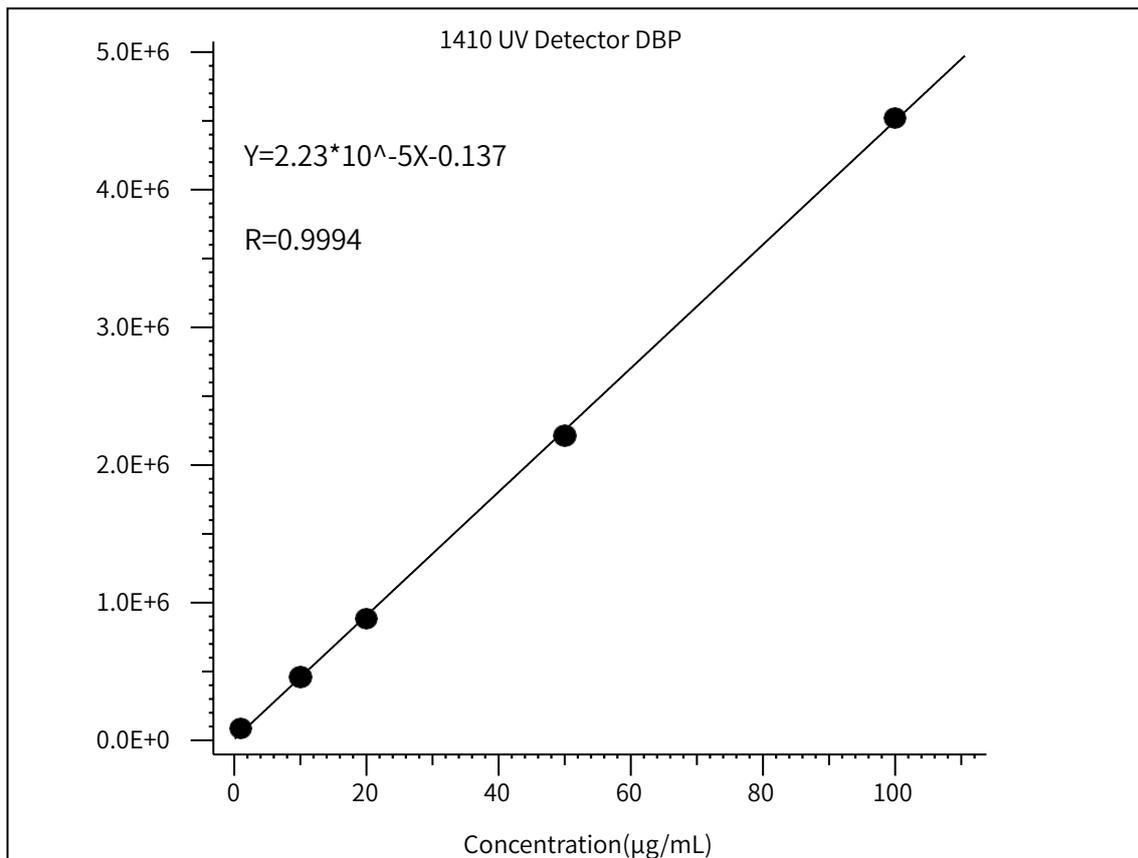
● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

DBP



技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

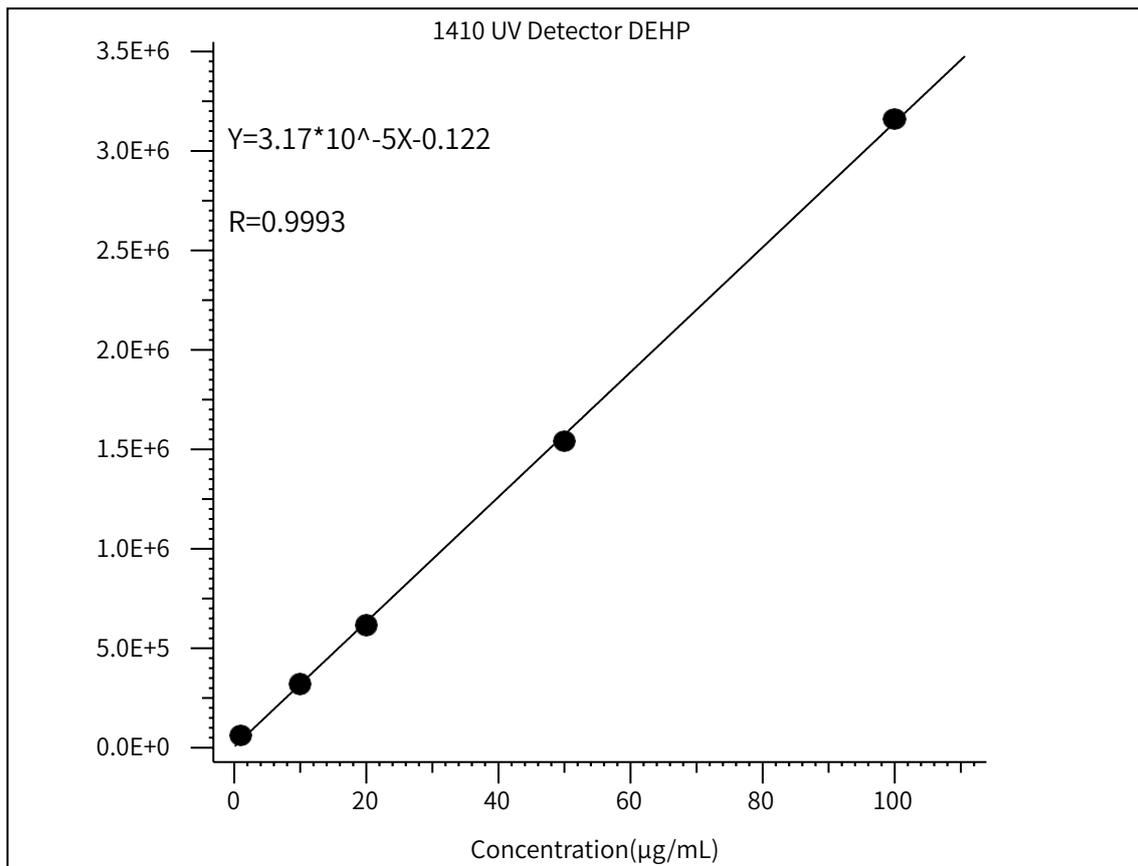
● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

DEHP

**技尔(上海)商贸有限公司**
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

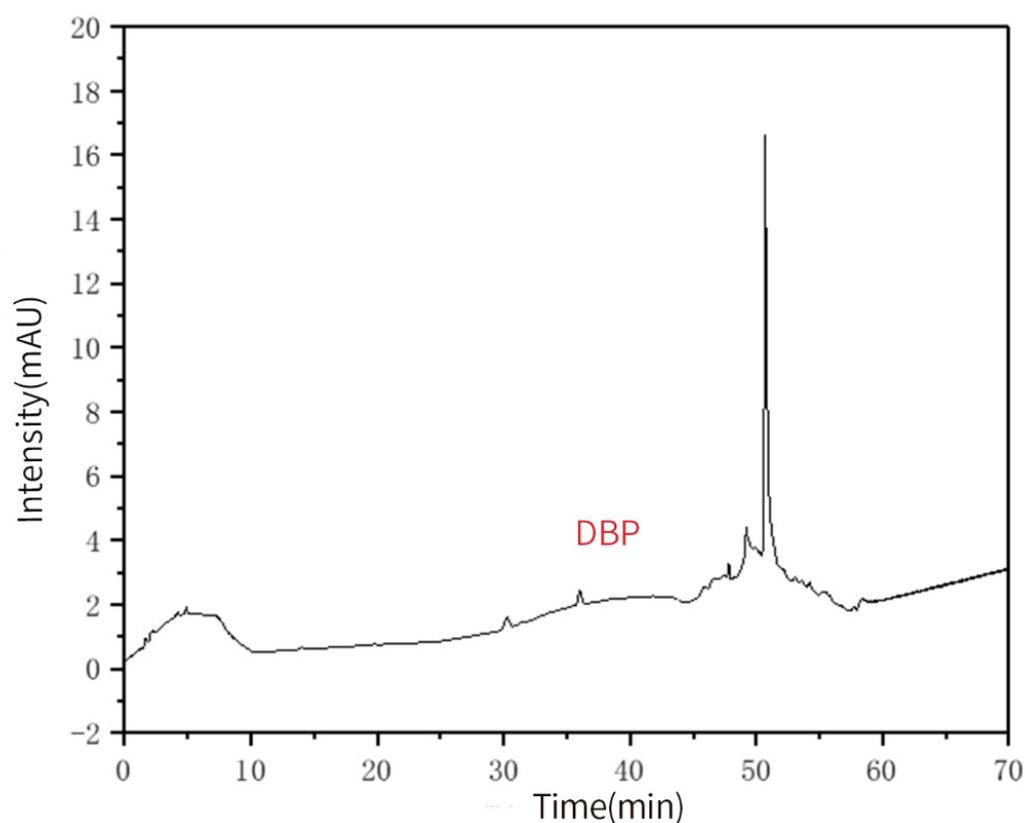
● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

3.7 实际样品测定



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Amount
1	DBP	36.03	17.31	0.49	75916	0.996

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● **上海总公司**

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

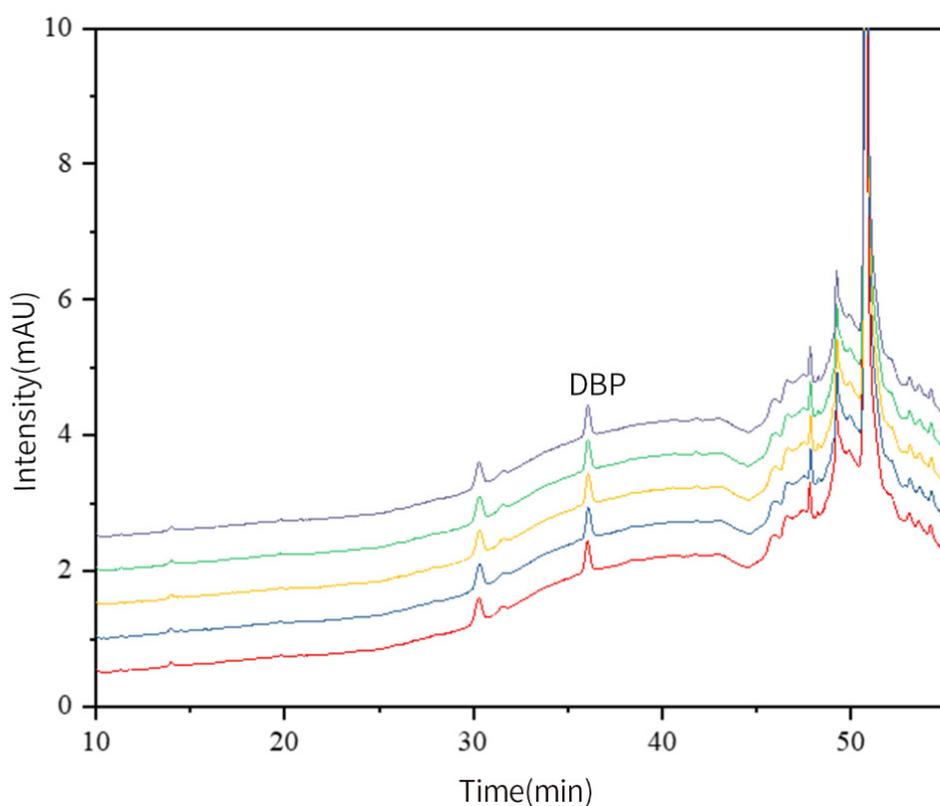
● **技尔应用技术中心**

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● **成都分公司**

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

3.8 重复性测试



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Amount
1	DBP	36.03	17.31	0.49	75916	0.996

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● **上海总公司**

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● **技尔应用技术中心**

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● **成都分公司**

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

2	DBP	36.08	17.25	0.48	75366	0.993
3	DBP	36.07	17.28	0.48	74923	0.994
4	DBP	36.05	17.34	0.49	76721	0.998
5	DBP	36.04	17.30	0.50	76615	0.995

4. 实验结果

四种邻苯二甲酸酯塑化剂参考行业标准开放方法检测。100µg/mL 浓度下四个邻苯二甲酸酯分离度皆大于 1.5。并按照行业标准的要求，建立了浓度范围为 1µg/mL 至 100µg/mL 的标准曲线，四种邻苯二甲酸酯的线性相关系数皆大于 0.999。实际样品中 DBP 被检出，其平均含量为 99.5mg/kg。故日立 Primaide 液相配合 Inertsil ODS-3 可以满足电子电气产品中 4 种邻苯二甲酸酯含量的测定。

※附录

5.1 数据换算

按照标准中的计算公式：

按公式（1）计算样品中邻苯二甲酸酯的含量

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X—— 样品中邻苯二甲酸酯含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- c—— 试样中邻苯二甲酸酯的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；
- V—— 试样定容体积，单位为毫升（mL）；
- m—— 样品质量，单位为克（g）。

计算结果取两次平行测定结果的平均值，保留三位有效数字。

$$X = \frac{0.996 \times 100}{1} = 99.6 \text{ mg/kg}$$

技尔（上海）商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址：上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话：021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址：上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话：021-64260228

● 成都分公司

地址：成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话：028-85596177