

邻苯二甲酸酯的快速分析

使用配备氢气载气和柱中反吹的
Agilent 8850 GC/5977C GC/MSD



作者

Bruce D. Quimby 博士
安捷伦科技有限公司

摘要

将 Agilent 8850 GC 系统与 Agilent 5977C Inert Plus GC/MSD 联用，配置氢气载气和 Agilent Inert Plus 离子源，对 19 种邻苯二甲酸酯进行快速分析。8850 GC 具备较高的柱温箱升温速率，可灵活地使用相同硬件配置运行常规方法和快速筛查方法。通过选择合适的色谱柱固定相和柱温箱升温速率，邻苯二甲酸酯可在 4.5 分钟内完成分离。采用柱中后运行反吹，在 0.75 分钟内去除高沸点基质组分，无需在运行结束时延长烘烤时间，从而使总运行时间缩短至 5.25 分钟。具有更高色谱分离度的常规方法采用相同的硬件配置和较慢的柱温箱升温程序，总运行时间为 12.25 分钟。同一配置下两种方法均可用，可在同一分析序列中实现快速筛查和/或更高分离度的确证。对 19 种邻苯二甲酸酯中的 17 种进行了校准，范围为 1–1000 pg。采用常规方法，15 种呈线性，2 种需要二次拟合，除 4 种化合物外，其余化合物的最低校准浓度均为 1 pg。采用快速方法，5 种呈线性，12 种需要二次拟合，13 种化合物的最低校准浓度为 1 pg。邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP) 和邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP) 均为异构体混合物，校准范围为 50–20000 pg，两种方法均需二次拟合。

前言

塑料在现代社会中无处不在，应用非常广泛。为调整塑料的机械性能（如柔韧性、透明度和耐用性）以满足特定应用的需求，生产过程中通常会添加邻苯二甲酸酯。这类化合物与塑料分子间不以共价键结合，因此很容易释放到环境中。它们广泛存在于电线绝缘层、儿童玩具、包装、笔具、管材等各类产品中。目前，许多国家/地区已对各类产品中的邻苯二甲酸酯含量实施监管。虽然不同地区以及针对不同的产品邻苯二甲酸酯的分析要求有所不同，但 GC/MS 通常是首选的检测技术。

考虑到实验室可能需要分析的样品数量庞大，若能有一种快速筛查方法来帮助确定样品优先级，以便进行更深入的分析，将非常有价值。若能使用相同的仪器硬件配置，以更高的色谱分离度进行鉴定和定量，也同样大有帮助。

本应用简报介绍了用于分析 19 种常见邻苯二甲酸酯的快速筛查方法和常规方法的开发过程。为提高分析速度所考虑的参数包括：

- 柱温箱升温程序
- 色谱柱规格
- 色谱柱固定相
- 载气
- 柱中后运行反吹

柱温箱升温程序

提高柱温箱的程序升温速率可以显著缩短分析时间。8850 GC 的柱温箱比常规仪器更小，并可提供显著更快的程序升温速率。关键在于协调优化程序升温速率与其他色谱参数，以便在使用较快方法时达到所需的分离效果。

色谱柱规格

可对色谱柱的长度、内径和膜厚进行优化，以在缩短运行时间的同时获得相同的分离效果。例如，使用 20 m × 180 μm 内径 × 0.18 μm 膜厚的色谱柱，代替 30 m × 250 μm 内径 × 0.25 μm 膜厚的色谱柱，可在更短时间内获得相同的分离效果，尽管柱容量会有所损失。对于邻苯二甲酸酯的分析，180 μm 内径色谱柱的柱容量通常足够。

色谱柱固定相

固定相化学性质通常可用于调整分析物的分离度和相对洗脱顺序，以达到所需分离度。在本例中，提高柱温箱升温速率时，邻苯二甲酸酯分析常用的固定相会导致共洗脱。研究发现，一种极性更高的替代固定相可以克服这一问题。

载气

虽然氦气通常被视为 GC/MS 分析的理想载气，但其价格相对较贵且供应不稳定，这增加了将氢气作为替代载气的应用需求。使用氢气作为载气的一个重要优势在于，能够在保持色谱分离度的同时缩短分析时间。例如，从使用氦气的 250 μm 内径色谱柱更换为使用氢气的 180 μm 内径色谱柱，可在约一半时间内获得相同的分离效果。用氢气进行 GC/MS 分析时，需要考虑多个方面。《安捷伦 EI GC/MS 仪器载气由氦气转换为氢气的用户指南》^[1] 详细介绍了转换步骤。此前已有研究证明，可使用氢气载气分析本应用简报中所研究的 19 种邻苯二甲酸酯^[2]。

柱中后运行反吹

样品中与邻苯二甲酸酯一同提取出的残留基质组分可能污染色谱柱，并在后续运行中因残留而产生杂峰。通常需要延长后运行烘烤时间，才能将其去除。反吹技术可用于解决这一问题。采用柱中反吹时，在 GC 色谱柱中间接入一个可控吹扫气路连接。最后一个分析物洗脱后，降低进样口压力，并在柱中连接处提高吹扫气压力。这使得载气以远高于分析流速的速度，在色谱柱前半段反向流动，在后半段正向流动。此过程可快速去除色谱柱中的高沸点化合物，无需延长后运行烘烤时间。

实验部分

本实验所用的系统经过专门配置，以尽可能减少邻苯二甲酸酯分析中氢气载气可能带来的潜在问题。采用的重要参数包括：

- **氢气：**使用水和氧气含量规格较低的内部氢气（纯度 99.9999%）作为载气
- **脉冲不分流进样：**用于将邻苯二甲酸酯尽可能多地转移到色谱柱中
- **气相色谱柱：**使用 Agilent J&W DB-EUPAH 色谱柱，20 m × 0.18 mm, 0.14 μm（部件号 121-9627），在高柱温箱升温速率下分离邻苯二甲酸酯。色谱柱从中间切断，两端连接至安捷伦吹扫 Ultimate 接头 (PUU)（部件号 G3186-60581），以实现反吹。通过 8850 GC 中的气路反吹模块 (PSD) 向 PUU 提供吹扫气，以控制流量
- **进样口衬管：**经测试，安捷伦超高惰性低压降衬管，带玻璃毛（部件号 5190-2295）对邻苯二甲酸酯具有良好的整体性能
- **MSD 电子电离 (EI) 离子源：**当换用氢气载气时，EI 离子源硬件是一个重要考虑因素^[1]。对于容易发生氢化反应的分析物，强烈推荐使用 Agilent Hydrolnert 离子源，它采用特殊材料制造，相比 EI 离子源常用的金属材料，可大大降低在氢气环境下的催化活性^[1]

如果要方法的扫描数据通过谱库检索（如 NIST23 谱库）的方式进行未知化合物鉴定，Hydrolnert 离子源仍是理想选择。不过，采用 GC/MS 分析的大部分化合物不会与氢气发生反应，使用配备 6 mm 或 9 mm 提取透镜的标准 Inert Plus 离子源即可完成分析^[1]。

本研究分析 19 种邻苯二甲酸酯。比较谱图保真度（基于 NIST 谱库匹配得分）和定量性能的实验数据^[2] 表明，在本实验条件下，配备 9 mm 透镜的标准 Inert Plus 离子源获得的结果与 Hydrolnert 离子源相当。因此，本方法选择 Inert Plus 离子源。

表 1 和表 2 列出了仪器操作参数。图 1 显示了本实验的系统配置。

脉冲不分流进样能够尽可能多地将邻苯二甲酸酯转移到色谱柱中，同时减少其在高温进样口内的不利相互作用。带玻璃毛的低压降超高惰性进样口衬管（部件号 5190-2295）适用于此应用。

表 1. 用于邻苯二甲酸酯分析的 GC 和 MS 条件

参数	设定值
GC	
GC	配备 Agilent 7693A 自动液体进样器的 Agilent 8850 气相色谱仪
进样口	分流/不分流进样口
进样口密封垫	安捷伦超高惰性分流平板（部件号 5190-6144）
模式	脉冲不分流
进样脉冲压力	25 psi 持续 0.75 min
分流出口吹扫流量	50 mL/min, 0.70 min 时开始
进样量	1.0 μL
进样针	安捷伦蓝色系列自动进样器进样针，10 μL，固定式针头，23–26/42/锥形针尖，PTFE 头推杆（部件号 G4513-80203）
隔垫	高级绿色隔垫，11 mm（部件号 8010-0208）
进样口温度	280 °C
进样口衬管	安捷伦超高惰性低压降进样口衬管，带玻璃毛（部件号 5190-2295）
色谱柱	Agilent J&W DB-EUPAH 色谱柱，20 m × 0.18 mm, 0.14 μm。切割成两个 10 m 小段（部件号 121-9627）
载气和流速	氢气，色谱柱 1 = 0.9 mL/min 恒流， 色谱柱 2 = 1.1 mL/min 恒流
12.25 min 柱温程序 (°C)	50 °C（保持 0.5 min） 以 50 °C/min 升至 220 °C（不保持） 以 12.5 °C/min 升至 300 °C（保持 1.2 min）， 后运行 0.75 min
5.25 min 柱温程序 (°C)	50 °C（保持 0.5 min） 以 50 °C/min 升至 200 °C（不保持） 以 80 °C/min 升至 300 °C（保持 1.75 min）， 后运行 0.75 min
后运行反吹温度	300 °C
后运行反吹时间	0.75 min
后运行反吹流速	色谱柱 1 为 7.23 mL/min，色谱柱 2 为 7.48 mL/min
MSD	
MSD	Agilent 5977C GC/MSD，配备 Inert Plus 离子源和涡轮分子泵
离子源	Inert Plus 离子源，可选 9 mm 提取透镜（部件号 G3870-20449）
传输线温度	300 °C
离子源温度	300 °C
四极杆温度	150 °C
电子倍增器电压增益模式	增益，1.0，4.5 分钟方法。 2.0，11.5 分钟方法
模式	SIM
调谐	ETUNE.U
溶剂延迟	4.5 分钟方法为 1.7 min，11.5 分钟方法为 3.0 min

表 2. 本研究分析的邻苯二甲酸酯的名称、缩写、CAS 号、保留时间以及目标离子和定性离子

名称	缩写	CAS 号	目标离子 (m/z)	定性离子 1 (m/z)	定性离子 2 (m/z)	定性离子 3 (m/z)
邻苯二甲酸二甲酯	DMP	131-11-3	163	77	194	133
邻苯二甲酸二乙酯	DEP	84-66-2	149	177	105	222
邻苯二甲酸二烯丙酯	DAP	131-17-9	149	41	132	189
1,2-苯二甲酸双(2-甲基丙基)酯	DIBP	84-69-5	149	223	167	104
邻苯二甲酸二丁酯	DBP	84-74-2	149	223	205	104
双(2-甲氧基乙基)邻苯二甲酸酯	DMEP	117-82-8	149	176	104	59
1,2-苯二甲酸双(4-甲基戊基)酯	BMPP	146-50-9	149	251	167	85
1,2-苯二甲酸双(2-乙氧基乙基)酯	DEEP	605-54-9	149	73	104	193
邻苯二甲酸二戊酯	DPP	131-18-0	149	237	219	104
1,2-苯二甲酸二己酯	DHXP	84-75-3	149	104	233	251
邻苯二甲酸丁苄酯	BBP	85-68-7	149	91	104	206
双(2-丁氧基乙基)邻苯二甲酸酯	DBEP	117-83-9	149	193	101	85
邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	84-61-7	149	167	104	249
邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	DEHP	117-81-7	149	167	113	104
邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	117-84-0	149	279	104	261
双(2-丙基庚基)邻苯二甲酸酯	DPHP	53306-54-0	149	55	167	307
1,2-苯二甲酸二壬酯	DNP	84-76-4	149	293	275	150
邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	28553-12-0	293	149	167	
邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	26761-40-0	307	149	167	

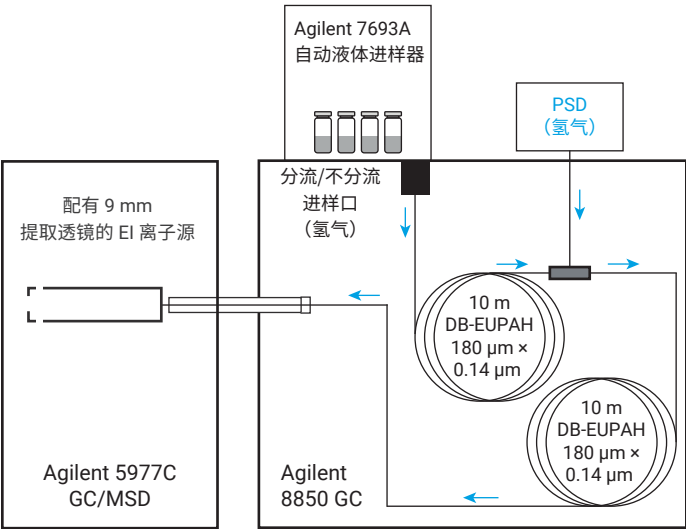


图 1. Agilent 8850 GC 与 Agilent 5977C GC/MSD 联用的系统配置

邻苯二甲酸酯校准标样按两个独立的校准组分别进行制备。第一组包含 19 种邻苯二甲酸酯中的 17 种，第二组为 DINP 和 DIDP 邻苯二甲酸酯异构体。

含有 15 种成分的定制邻苯二甲酸酯混合标准品购自 Ultra Scientific（现属于安捷伦）。各组分浓度为 1000 µg/mL，基质为异辛烷。邻苯二甲酸二烯丙酯 (DAP)、DINP 和 DIDP 纯品均购自安捷伦。双(2-丙基庚基)邻苯二甲酸酯 (DPHP) 纯品购自 Millipore Sigma。

17 种邻苯二甲酸酯分别配制了 11 个校准浓度：1、2.5、5、10、20、50、100、250、500、800 和 1000 ng/mL，溶剂为异辛烷。DIDP 和 DINP 异构体校准标样同样采用异辛烷配制，共 11 个校准浓度：50、100、250、500、750、1000、2500、5000、7500、10000 和 20000 ng/mL。有关化合物鉴定，请参见表 2 和图 2。所有定量测定均使用 Agilent MassHunter 定量分析软件 11.1 版。

结果与讨论

色谱柱选择

图 2 显示了使用典型 GC/MS 方法，以氦气为载气，采用 0.25 mm 色谱柱分离 17 种邻苯二甲酸酯的结果。使用氢气载气和 0.18 mm 色谱柱，并配合适当的柱温箱升温速率

率，可在不到一半的时间内获得相同的分离度。因此，对 Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 20 m × 0.18 mm 色谱柱进行了评估，以用于所需的柱温箱快速升温方法。

如图 3 所示，提高柱温箱升温速率以建立更快速的方法，导致 DEHP 和 DCHP 完全共洗脱，而这两种化合物正是该方法的重要目标物。

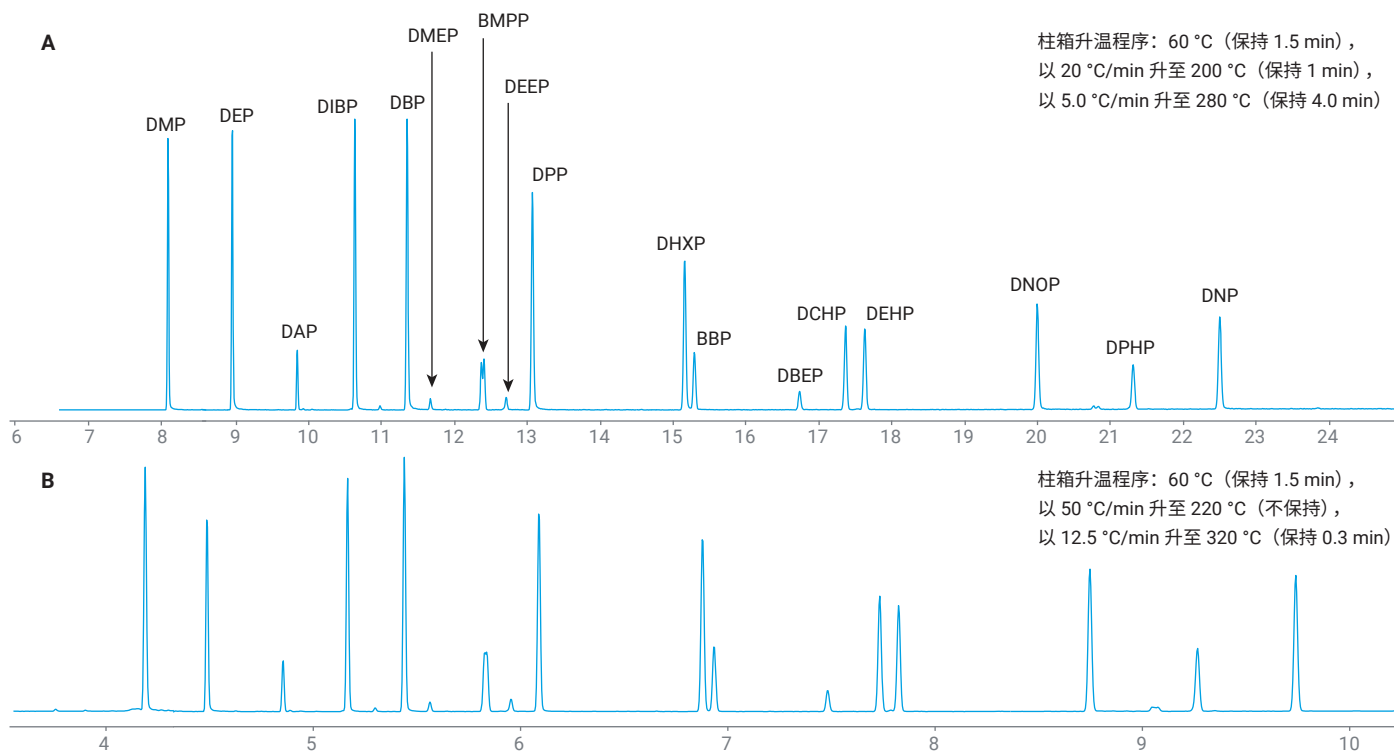


图 2. 1000 ng/mL 邻苯二甲酸酯标样。(A) Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱，30 m × 0.25 mm, 0.25 μm，氦气载气。(B) Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱，20 m × 0.18 mm, 0.18 μm，氢气载气。DMP 的 SIM m/z 163 定量离子，其他化合物为 SIM m/z 149 定量离子

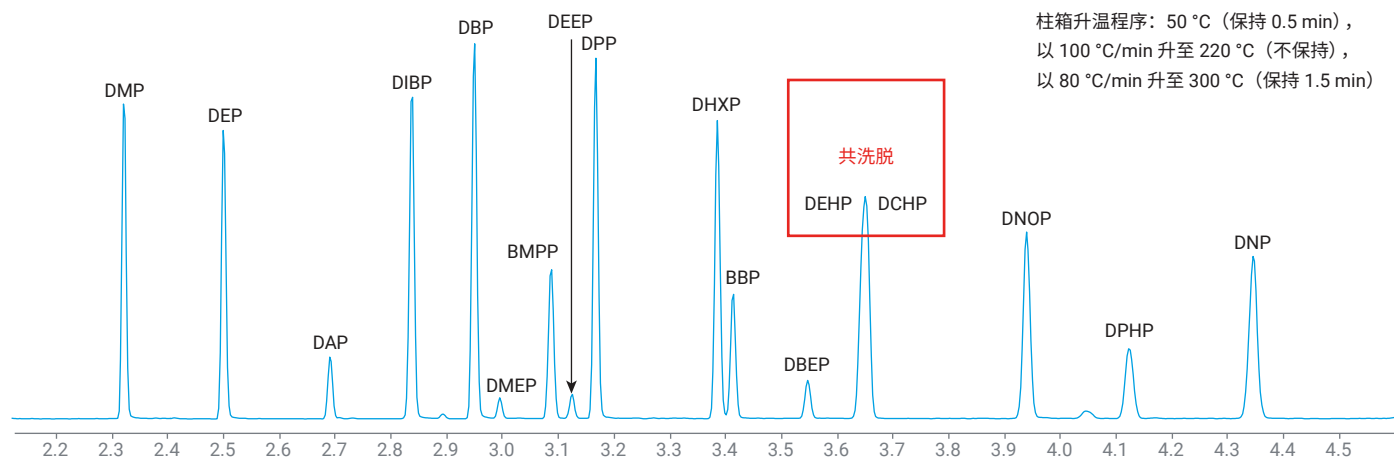


图 3. 1000 ng/mL 邻苯二甲酸酯标样。Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱，20 m × 0.18 mm, 0.18 μm，氢气载气，更快的柱温箱升温速率。DMP 的 SIM m/z 163 定量离子，其他化合物为 SIM m/z 149 定量离子

为解决这一问题，测试了一种高亚芳基含量的色谱柱，即 Agilent J&W DB-EUPAH。DB-EUPAH 色谱柱与 HP-5ms 超高惰性色谱柱的长度和内径相同，但膜厚略小 (0.14 μm)。

图 4 显示了采用常规柱温箱升温速率以获得更高分离度，以及采用极快升温速率分离 17 种邻苯二甲酸酯的结果。

采用常规升温速率时，DB-EUPAH 色谱柱的分离度与 HP-5ms 超高惰性色谱柱相似，但某些化合物的洗脱顺序不同。采用快速升温方法，所有 17 种邻苯二甲酸酯均得到充分分离。值得注意的是，采用快速方法时，DEHP 和 BBP 的洗脱顺序发生了逆转。在中等升温速率下，二者发生共洗脱，因此必须采用柱温箱快速升温才能实现分离。因此，选择 DB-EUPAH 色谱柱用于该方法的进一步开发。

柱中后运行反吹

采用快速方法，17 种邻苯二甲酸酯中的最后一个分析物 (DNP) 在不到 3.7 分钟内洗脱。为使 DIDP 的所有异构体完全洗脱，

柱温箱运行时间延长至 4.5 分钟。鉴于提取邻苯二甲酸酯的样品类型，必须从色谱柱中去除高沸点基质组分，以避免后续运行中出现污染和杂峰。通常需要延长后运行烘烤时间才能将其去除。为避免显著增加方法运行时间，此处改用柱中反吹。分析过程中，色谱柱前段 10 m 的氢气流速为 0.9 mL/min，后段流速为 1.2 mL/min。额外增加的 0.3 mL/min 由 PSD 提供和控制。分析运行结束时，柱温箱后运行温度保持在 300 $^{\circ}\text{C}$ ，降低进样口压力，并通过 PSD 在柱中连接处提高吹扫气流量。载气以 7.23 mL/min 的流速反向通过色谱柱前半段，以 7.48 mL/min 正向通过后半段。上述流速维持 0.75 分钟，足以去除该配置下的所有重质基质组分。请注意，上述流速需配合涡轮分子泵使用。

图 5 和图 6 显示了使用 DB-EUPAH 色谱柱和柱中反吹配置，采用快速方法和常规方法获得的色谱图。

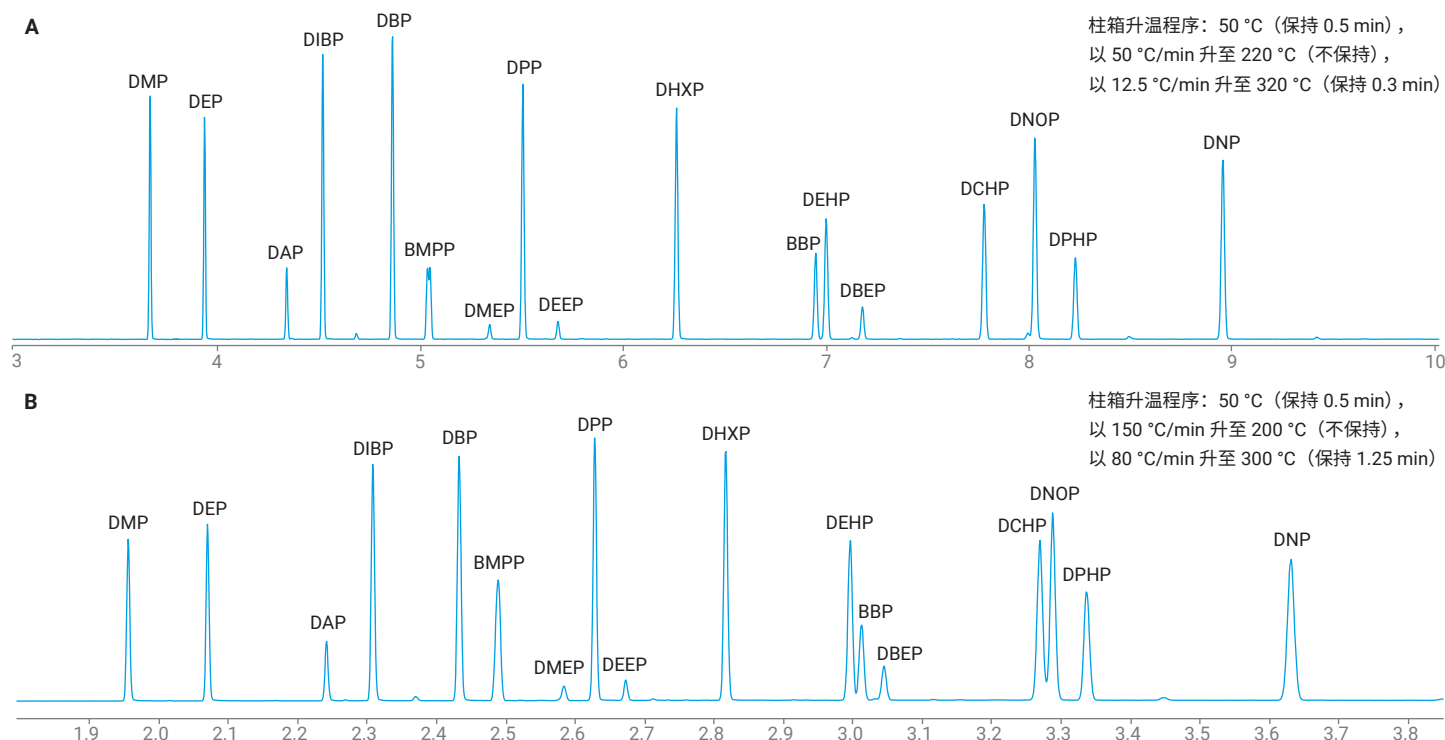


图 4. 1000 ng/mL 邻苯二甲酸酯标样。(A) Agilent J&W DB-EUPAH 色谱柱，20 m $\times$ 0.18 mm, 0.14 μm ，氢气载气，常规柱温箱升温速率。(B) 相同色谱柱和氢气载气流速，快速柱温箱升温

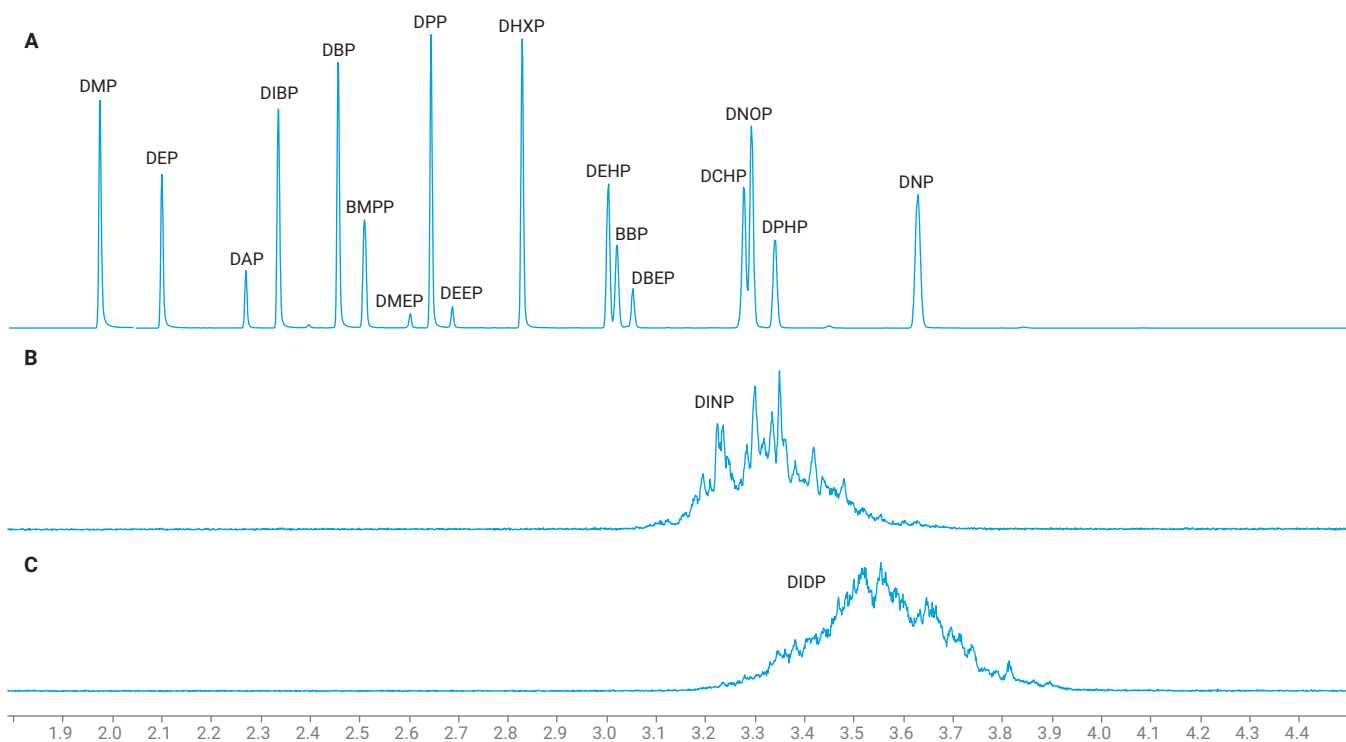


图 5. (A) 采用快速柱温箱升温方法获得的 1000 ng/mL 17 种邻苯二甲酸酯标准品色谱图。DMP 的 SIM m/z 163 定量离子，其他化合物为 SIM m/z 149 定量离子。(B 和 C) 1000 ng/mL DINP 和 DIDP 邻苯二甲酸酯标准品。DINP 的 SIM m/z 293 定量离子，DIDP 的 SIM m/z 307 定量离子

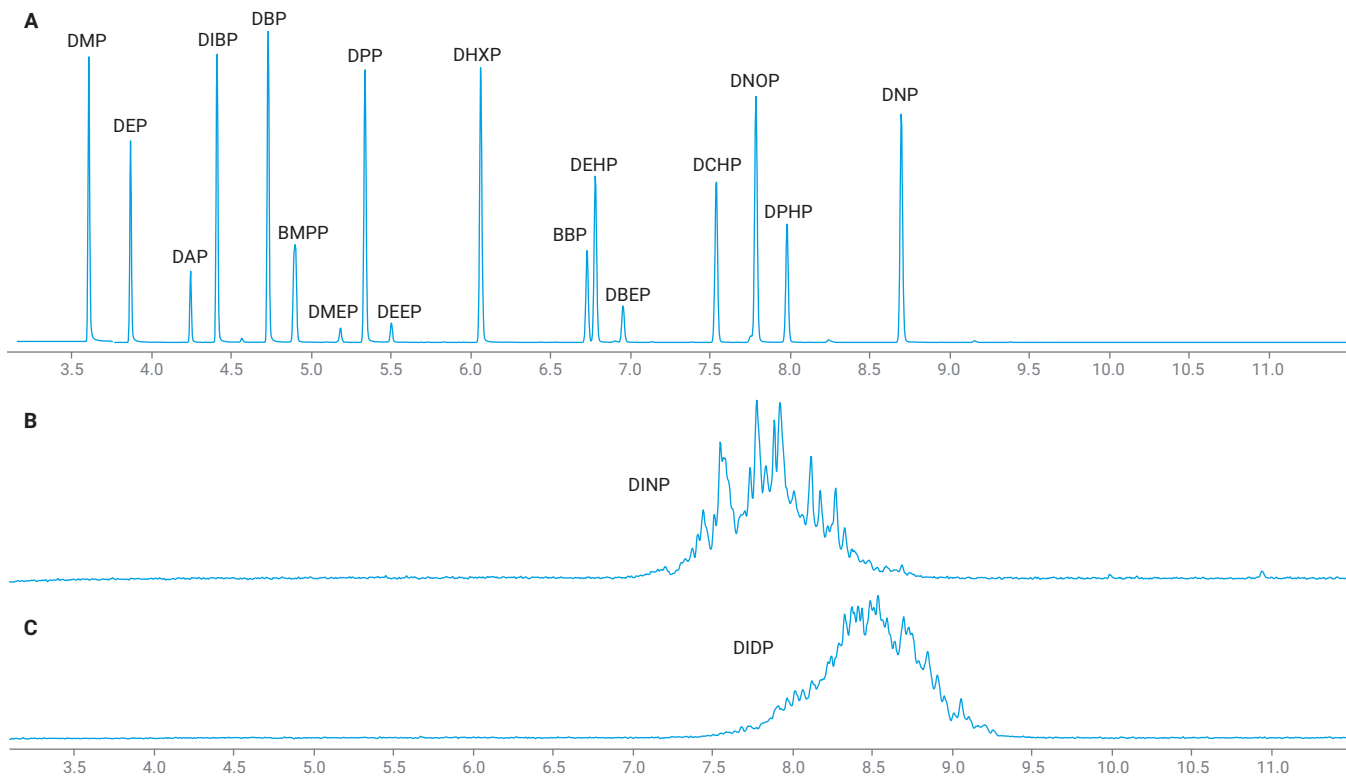


图 6. (A) 采用常规柱温箱升温方法获得的 1000 ng/mL 17 种邻苯二甲酸酯标准品色谱图。DMP 的 SIM m/z 163 定量离子，其他化合物为 SIM m/z 149 定量离子。(B 和 C) 1000 ng/mL DINP 和 DIDP 邻苯二甲酸酯标准品。DINP 的 SIM m/z 293 定量离子，DIDP 的 SIM m/z 307 定量离子

初始校准与仪器检出限

对 19 种邻苯二甲酸酯中的 17 种进行了校准，范围为 1–1000 pg。采用快速方法，5 种呈线性，12 种需要二次拟合，13 种化合物的最低校准浓度为 1 pg。DINP 和 DIDP 均为异构体混合物，校准范围为 100–20000 pg。DINP 需要二次拟合。

可以使用相对标准误差 (RSE) 值来判断是否需要使用二次拟合和/或去除最低校准点，从而使 RSE 值 < 20%。快速方法的校准结果列于表 3。

完成初始校准后，进行了仪器检出限 (IDL) 研究。针对 17 种邻苯二甲酸酯，使用 1 pg 校准标样进行了八次重复测试。使用公式 1 计算得到 IDLs。对于信噪比较低的化合物，使用 2.5 pg 校准标样对 DAP、DEEP 和 DBEP 进行了八次测试，使用 5 pg 校准标样对 DMEP 进行了八次测试。对于 DINP 和 DIDP，使用 50 pg 校准标样进行了八次重复测试。表 3 列出了 IDLs 计算值。

公式 1. IDL 计算公式

$$IDL = s \times t(n-1, 1-\alpha = 99) = s \times 2.998$$

其中：

t(n-1, 1-α) = 自由度为 n-1，置信水平为 99% 的 t 值

n = 测试次数 (8)

s = 八次测试的标准偏差

同样使用 1–1000 pg 范围的 17 种邻苯二甲酸酯标准品对常规方法进行了校准。采用常规方法，15 种呈线性，2 种需要二次拟合，13 种化合物的最低校准浓度为 1 pg。DINP 和 DIDP 的校准范围为 50–20000 pg，需要二次拟合。

可以使用 RSE 值来判断是否需要使用二次拟合和/或去除最低校准点，从而使 RSE 值 < 20%。常规方法的校准和 IDL 结果列于表 4。

图 7 和图 8 分别显示了快速方法和常规方法的校准曲线。

表 3. 快速方法在 SIM 模式下，1–1000 pg 范围内 11 个浓度点的校准结果

RT	名称	CF	低 CF 限值	高 CF 限值	CF 权重	RSE	CF R2	浓度 IDL	IDL (pg)
1.982	DMP	二次拟合	1	1000	1/x	10.3	0.999	1	0.23
2.097	DEP	线性	1	1000	1/x	12.5	0.999	1	0.35
2.267	DAP	二次拟合	2.5	1000	1/x	7.8	0.999	2.5	0.41
2.333	DIBP	线性	1	1000	1/x	11.6	0.998	1	0.17
2.453	DBP	线性	1	1000	1/x	5.9	0.999	1	0.36
2.507	BMPP	二次拟合	1	1000	1/x	4.0	0.999	1	0.17
2.600	DMEP	二次拟合	5	1000	1/x	8.4	0.999	5	2.45
2.643	DPP	线性	1	1000	1/x	8.6	0.998	1	0.15
2.685	DEEP	二次拟合	2.5	1000	1/x	8.4	0.999	2.5	1.32
2.827	DHXP	线性	1	1000	1/x	10.9	0.998	1	0.19
3.001	DEHP	二次拟合	2.5	1000	1/x	6.0	0.999	1	0.64
3.019	BBP	二次拟合	1	1000	1/x	4.3	0.999	1	0.20
3.050	DBEP	二次拟合	2.5	1000	1/x	6.4	1.000	2.5	0.59
3.274	DCHP	二次拟合	1	1000	1/x	5.2	0.999	1	0.24
3.292	DNOP	二次拟合	1	1000	1/x	3.7	1.000	1	0.26
3.340	DPHP	二次拟合	1	1000	1/x	8.5	0.999	1	0.27
3.628	DNP	二次拟合	1	1000	1/x	5.9	1.000	1	0.28
3.400	DINP	二次拟合	100	20000	1/x	10.2	0.999	50	5.76
3.550	DIDP	线性	100	20000	1/x	11.9	0.997	50	3.54

表 4. 常规方法在 SIM 模式下，1–1000 pg 范围内 11 个浓度点的校准结果

RT	名称	CF	低 CF 限值	高 CF 限值	CF 权重	RSE	CF R2	浓度 IDL	IDL (pg)
3.553	DMP	二次拟合	1	1000	1/x	8.0	0.999	1	0.13
3.829	DEP	线性	1	1000	1/x	5.4	0.999	1	0.51
4.207	DAP	二次拟合	1	1000	1/x	6.0	1.000	1	0.13
4.374	DIBP	线性	1	1000	1/x	4.9	1.000	1	0.08
4.699	DBP	线性	1	1000	1/x	11.9	0.999	1	0.25
4.862	BMPP	线性	1	1000	1/x	5.4	0.999	1	0.17
5.152	DMEP	线性	2.5	1000	1/x	8.9	0.999	2.5	1.35
5.308	DPP	线性	1	1000	1/x	7.0	0.999	1	0.07
5.475	DEEP	线性	2.5	1000	1/x	8.6	0.998	2.5	2.19
6.040	DHXP	线性	1	1000	1/x	6.2	0.999	1	0.09
6.710	BBP	线性	1	1000	1/x	5.6	0.999	1	0.15
6.759	DEHP	线性	2.5	1000	1/x	7.1	0.999	1	0.31
6.937	DBEP	线性	2.5	1000	1/x	7.5	0.999	2.5	0.85
7.524	DCHP	线性	1	1000	1/x	5.2	1.000	1	0.15
7.771	DNOP	线性	1	1000	1/x	3.5	1.000	1	0.21
7.970	DPHP	线性	1	1000	1/x	4.3	1.000	1	0.15
8.690	DNP	线性	1	1000	1/x	3.5	1.000	1	0.25
7.900	DINP	二次拟合	50	20000	1/x	3.4	1.000	50	9.3
8.500	DIDP	二次拟合	50	20000	1/x	9.6	0.999	50	5.7

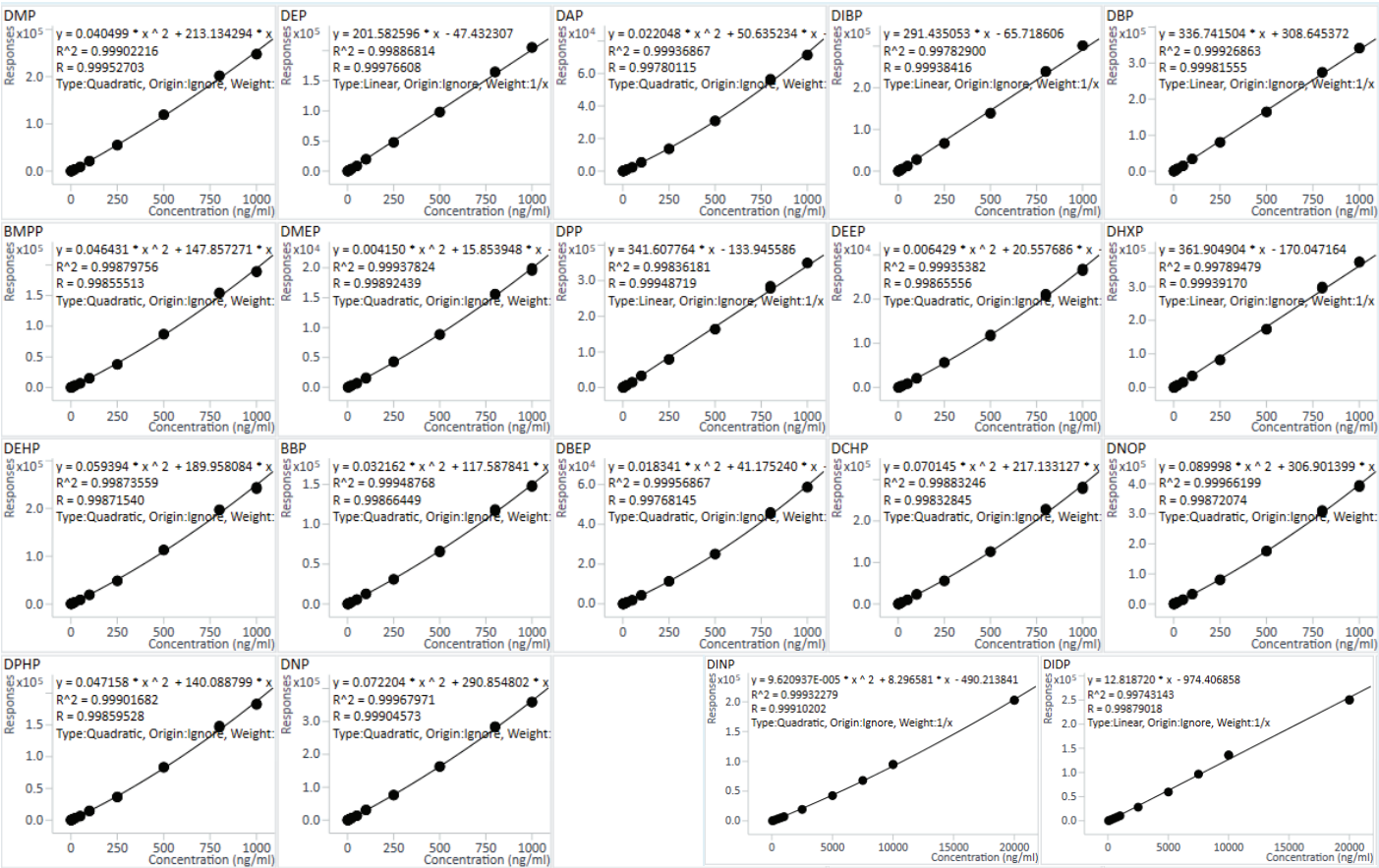


图 7. 快速方法的校准曲线

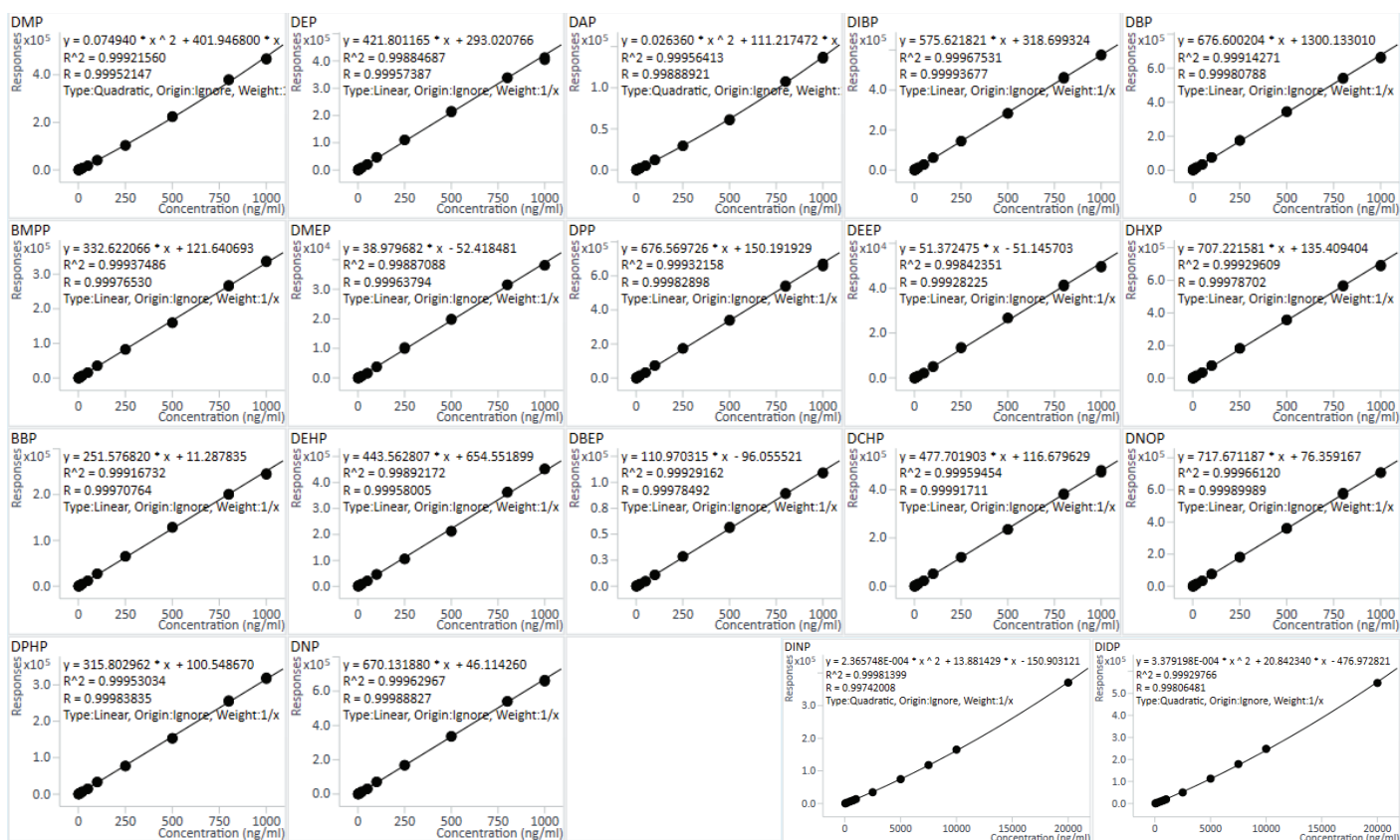


图 8. 常规方法的校准曲线

示例：笔帽

例如，使用 Agilent 8850 GC 与 Agilent 5977C GC/MSD 系统联用，对一个旧笔帽进行了测试，以快速筛查 19 种目标邻苯二甲酸酯。这支笔如图 9 所示。用溶剂清洁过的美工刀切取笔帽碎片作为样品。将碎片放入装有 1 mL 异辛烷的 2 mL 样品瓶中。用 PTFE 压盖封紧样品瓶，剧烈涡旋振荡 1 分钟。将约 50 μ L 提取液转移至装有平底内插管的自动进样器样品瓶中。除聚氨酯盖外，所有消耗品在使用前均按参考文献 2 所述，在 130 $^{\circ}$ C 下烘烤过夜^[2]。用聚氨酯卡扣盖密封样品瓶，然后进样提取液。此步骤并非定量分析，而是用于快速确定 19 种目标物中可能存在哪些，以及是否需要进一步测试。



图 9. 采用快速方法和常规方法测试的笔帽。如图所示，样品从笔帽中部切取

图 10 显示了使用每种方法分析笔帽的结果。

筛查结果表明，笔帽中含有 DEHP、DBP、DIBP、BBP 和 DEP。此处检出的五种邻苯二甲酸酯中，有四种也在参考文献 3 所研究的不同品牌笔帽中检出。参考文献 3 中仅未报告 DEP，原因是其并非目标物，尽管 DEP 可能同样存在。

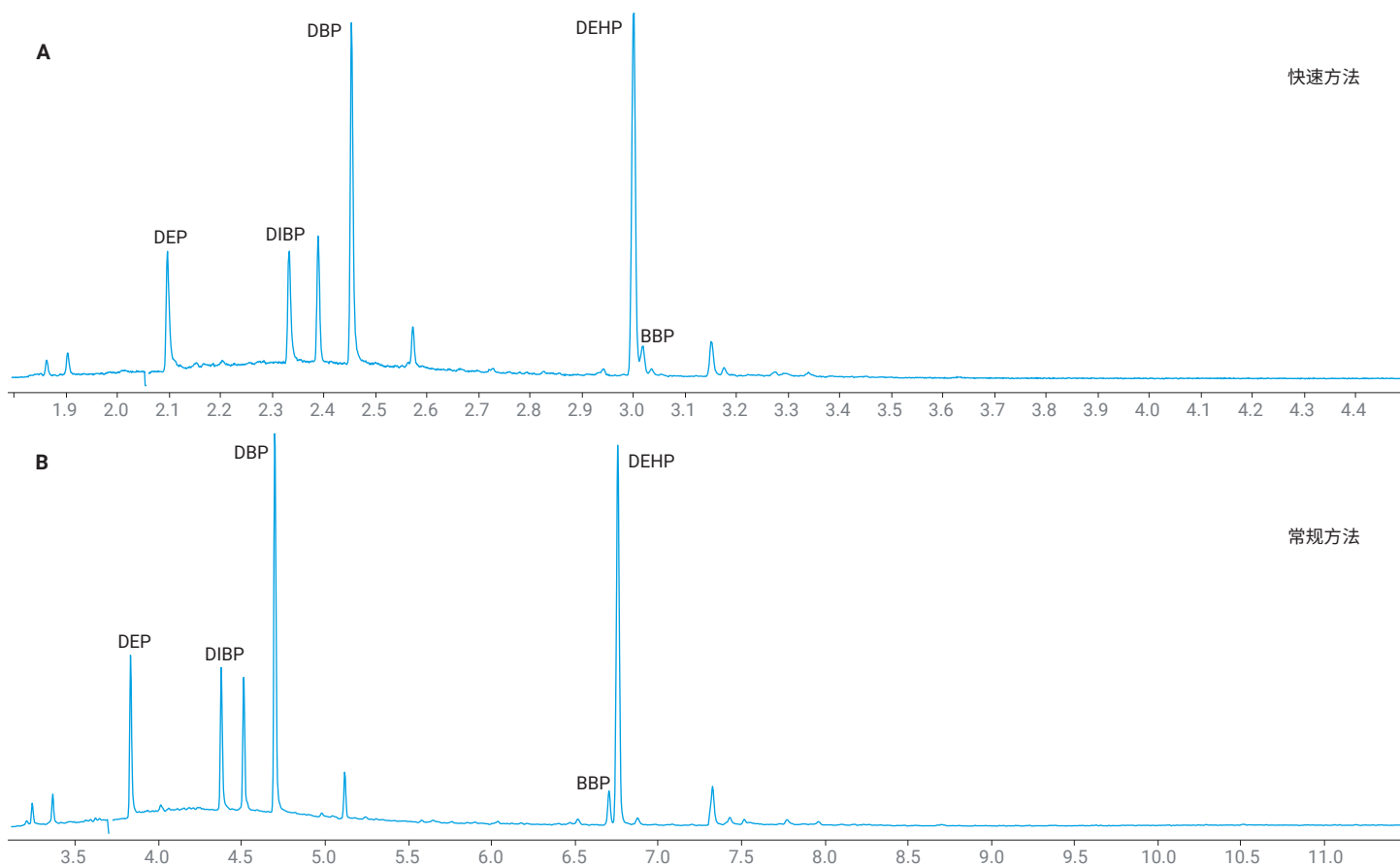


图 10. 采用快速方法和常规方法分析的笔帽。DMP 的 SIM m/z 163 定量离子，其他化合物为 SIM m/z 149 定量离子

结论

本应用所述方法可在相同硬件配置下，同时提供快速和常规 GC/MS 分析。两种方法均可用，可在同一分析序列中实现快速筛查和/或更高分离度的确证。在短时间内实现邻苯二甲酸酯充分分离的两个关键因素，是 Agilent 8850 GC 卓越的柱温箱升温能力以及 Agilent J&W DB-EUPAH 色谱柱的选择。采用柱中反吹进一步提高了整体分析速度，无需长时间后运行烘烤即可去除重质基质组分。

参考文献

1. Agilent EI GC/MS Instrument Helium to Hydrogen Carrier Gas Conversion (安捷伦 EI GC/MS 仪器载气由氦气转换为氢气)，安捷伦科技公司用户指南，出版号 5994-2312EN，**2022**
2. Quimby, B. 使用 Agilent 5977C GC/MSD 和氢气载气分析邻苯二甲酸酯，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5994-8354ZHCN，**2025**
3. Bushey, J. 使用 Agilent 8890 气相色谱系统和 Agilent 5977A GC/MSD 分析邻苯二甲酸酯，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5994-0483ZHCN，**2018**

www.agilent.com

DE-015758

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2026
2026 年 6 月 30 日，中国出版
5994-9319ZHCN

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn



Agilent

Trusted Answers