

塑料产品化学分析检验中阻燃剂含量的测定与分析

易东

银川能源学院

摘要：塑料制品因其优良的力学性能和加工特性在各行业中被广泛应用，但其可燃性及添加剂潜在危害引发了安全与环境问题。阻燃剂作为提高塑料耐火性能的重要添加成分，能够有效降低材料可燃性，但部分有机阻燃剂具有持久性和生物累积性，可能对生态环境与人体健康造成风险。为实现阻燃剂检测的高效化与精准化，本研究以塑料产品中常见的六种磷系阻燃剂为对象，建立了基于超声萃取 - 气相色谱质谱联用 (GC-MS) 的测定方法。通过优化色谱条件、选择合适萃取溶剂和控制实验参数，实现了对目标物的准确分离与定量。结果显示，该方法具有良好的线性关系、较高的回收率和优异的重复性，适用于塑料产品中多种磷系阻燃剂的检测。研究为阻燃塑料的质量控制、环保监管及绿色阻燃剂的开发提供了技术参考。

关键词：塑料产品；化学分析检验；阻燃剂含量；测定

随着塑料材料在工业制造、建筑、电器及日常用品中的广泛应用，其可燃性问题逐渐成为安全隐患。为提升塑料制品的防火性能，阻燃剂的添加成为必然选择。然而，部分传统阻燃剂在使用和降解过程中会释放有害物质，对生态环境及人体健康造成潜在威胁。近年来，绿色、无卤、低毒阻燃技术的研究逐渐成为材料科学领域的重点方向。准确测定塑料产品中阻燃剂的种类与含量，不仅是保障产品安全与合规的重要环节，也是推动阻燃剂科学使用与环境治理的基础。本研究通过超声萃取结合气相色谱 - 质谱联用 (GC-MS) 技术，对六种常见磷系阻燃剂进行定量分析，为塑料产品质量控制及阻燃剂检测提供科学依据。

1 阻燃剂在塑料产品中的应用与发展

1.1 阻燃剂的分类与发展趋势

塑料凭借优异的机械性能、耐腐蚀性及加工便捷性，已成为工业生产和日常生活中不可或缺的材料。然而，其可燃性特征在诸多应用场景中带来安全隐患。阻燃剂作为关键功能添加剂，能够有效降低塑料材料的可燃性、减缓火焰传播速度，从而显著提升材料的安全性能。随着国家对防火安全与环境保护要求的不断提高，阻燃剂的研发与应用已进入绿色、无卤化、低烟化的全新阶段。

当前常见的阻燃剂主要包括溴系、磷系、氮系以及无机氢氧化物系等。其中，溴系阻燃剂因其优异的阻燃效率和广泛适用性而长期占据市场主导地位。其主要通过在燃烧过程中释放氢溴酸 (HBr) 来捕捉自由基，从而中断燃烧链式反应并形成阻隔层，起到延缓火焰扩散的作用。然而，部分溴系阻燃剂具有持久性和生物累积性，对生态环境和人体健康造成潜在威

胁。基于此，绿色替代品逐渐成为研究重点，磷 - 氮系和无卤阻燃体系的开发不断推进，标志着阻燃剂技术由高效化向安全化、生态化方向转变。

1.2 各类阻燃剂的作用机理比较

阻燃机理的核心在于打破燃烧反应链，降低材料的热释放速率。不同类型阻燃剂在作用机制上存在差异。溴系阻燃剂主要发挥气相阻燃作用，通过捕获燃烧自由基终止反应链；而磷系阻燃剂则在凝聚相中发挥作用，其受热分解后能生成磷酸类物质，在塑料表面形成稳定的碳质保护层，阻隔热量与氧气传递。磷 - 氮系阻燃剂则兼具气相与凝聚相阻燃效应，常形成膨胀型炭化层，从而提升阻燃持久性与结构稳定性。

无机类阻燃剂，如氢氧化铝与氢氧化镁，则以物理吸热与稀释机制实现阻燃效果。氢氧化铝在约 200~300° C 分解时释放出大量水蒸气，吸收燃烧热并稀释氧气浓度，减缓燃烧速率；氢氧化镁分解温度更高（约 340~490° C），适用于高温聚烯烃体系，兼具优良的热稳定性与抑烟效果。随着新材料合成技术的发展，通过纳米复合、表面改性等方式实现阻燃剂的高效分散与协同作用，成为阻燃塑料性能优化的重要方向。

1.3 阻燃剂的环境与健康风险

阻燃剂在保障防火安全的同时，其环境与健康风险亦引发关注。人体可能通过吸入、皮肤接触或饮食途径摄入阻燃剂残留物，导致内分泌紊乱、生殖功能下降或免疫系统异常等健康问题。部分有机磷系阻燃剂被证实具有致癌性和致畸性，尤其对儿童发育存在潜在风险。

从环境角度看，塑料在废弃或焚烧过程中易释放

含阻燃剂的有害物质，这些化合物在土壤和水体中难以降解，可能长期残留并进入食物链，造成生态系统失衡。例如，水生生物对有机磷阻燃剂的富集效应明显，可能导致生物毒性累积。因而，建立科学的阻燃剂含量检测与风险评估体系，对于推动塑料产业绿色转型、保障环境与公众健康具有重要现实意义。

2 阻燃剂含量测定的实验设计与技术路线

2.1 实验材料与仪器配置

本研究以塑料产品中六种常见磷酸酯类阻燃剂为检测对象，建立超声波萃取 - 气相色谱质谱联用（GC-MS）分析方法。所使用的主要仪器包括气相色谱质谱联用仪（岛津公司）、超声波清洗机（艾尔玛）及旋转蒸发仪（东京理化）。此外，还配置氮吹仪与电子分析天平，以保证样品称量及浓缩处理的精度。

实验所用溶剂为色谱纯丙酮与甲醇。阻燃剂标准品来源于国内多家科研试剂公司，包括三（2,3-二溴丙基）磷酸酯、磷酸三（2-氯乙基）酯、磷酸三邻甲苯酯、磷酸三（1,3-二氯-2-丙基）酯等六种代表性化合物。这些标准品用于校准曲线绘制与方法精度验证。

2.2 样品制备与超声萃取步骤

样品的前处理对测定结果的准确性影响显著。本研究选取具有代表性的塑料样品，将其剪切为 $5\text{mm} \times 5\text{mm}$ 碎片，去除表面附着物后精确称取样品质量。随后向试管中加入 20mL 丙酮，使试样完全浸没并密封。样品置于超声波萃取仪中，于 40° C 条件下进行 25 分钟超声处理。过滤后再用 25mL 丙酮重复萃取一次，并将两次萃取液合并。

旋转蒸发仪设定温度为 45° C，对萃取液进行浓缩至近干。随后在氮气吹扫条件下使其完全干燥，再加入 10mL 丙酮溶解残留物，经过 0.45 μm 滤膜过滤后装入进样瓶中。经此预处理后，样品即可进入 GC-MS 检测阶段。该流程不仅有效提高了目标物的提取效率，还最大限度减少了基质干扰，为定量分析提供可靠基础。

2.3 气相色谱质谱联用（GC-MS）测定条件优化

实验优化工作主要包括色谱分离与质谱检测两方面。磷系阻燃剂结构相似，易出现峰重叠问题，因此需合理设定升温程序与载气流速。经多次试验确定：程序升温初温为 100° C，保持 1 分钟后以 30° C/min 升至 300° C 并保持 3 分钟；载气为高纯氮气（99.999%），流速 1.0mL/min；进样口温度 250° C，采用不分流进样，进样量 1 μL。此条件下，6 种目标化合物在 14 分钟内实现良好基线分离，色谱峰形稳定，响应灵敏度高。

质谱分析采用电子轰击离子源（EI）模式。通过比较不同离子源温度下的信号强度与噪声比，最终确定最优离子监测模式（SIM），有效提高灵敏度并降低杂峰干扰。全扫描模式用于定性分析，确保离子碎片信息的完整性，为后续定量提供依据。

2.4 实验精密度与回收率分析

为评估方法的可重复性与准确性，进行了加标回收实验与精密度测试。加标回收率范围为 90% ~ 120%，说明提取与检测方法具有良好准确性与重现性。相对标准偏差（RSD）均小于 10%，表明仪器运行稳定、实验误差控制有效。相比传统索氏提取或固相萃取方法，本研究采用的丙酮超声萃取法具有操作简便、时间短、溶剂消耗低等优点，同时避免了萃取柱堵塞及有机溶剂浪费等问题，体现出明显的应用优势。

3 结果分析与方法学评价

3.1 色谱与质谱结果分析

在优化条件下，6 种磷系阻燃剂在 GC-MS 图谱上实现清晰分离，总离子流色谱显示信号峰分布均匀、重现性高。各化合物回归方程的线性相关系数 r^2 均大于 0.995，表明方法线性良好。样品实测结果显示，不同塑料制品中阻燃剂含量差异显著，反映了材料种类与配方差异的影响。部分样品中检测出较高浓度的 TCEP 与 TDCPP，提示其在特定工业塑料中的使用仍较普遍。

3.2 提取溶剂选择与实验参数优化

溶剂的极性对阻燃剂的溶出效率具有重要影响。通过对丙酮、甲醇、乙腈及混合溶剂体系的实验结果发现，丙酮萃取的目标物浓度最高，兼顾溶解能力与基质相容性。其作为中等极性溶剂，既可与目标化合物发生适度相互作用，又能避免过强溶解导致杂质共提取的风险。实验证明了丙酮在提取效率与重复性方面的优越性，为塑料阻燃剂测定提供了高效溶剂选择依据。此外，超声萃取条件的优化亦显著影响检测结果。研究表明，温度控制在 40° C 时能有效促进阻燃剂释放，同时避免高温导致的热分解。旋转蒸发与氮吹步骤的结合，有助于去除溶剂残留与杂质，提高样品纯净度与检测精度。

3.3 方法适用性与推广价值

经验证，本研究构建的“超声萃取 - GC-MS 联用”检测体系具有高灵敏度、广适应性与操作简便等优点。该方法在塑料、橡胶、家居制品及食品包装材料等多领域均可推广应用，尤其适合环境监测和产品质量控制环节。其技术优势在于：

- (1) 检测限低, 可实现微量阻燃剂定量;
- (2) 样品前处理流程可自动化, 提高检测效率;
- (3) 可兼容多种基质样品, 适应复杂工业产品的成分特征。

未来, 随着阻燃剂种类的持续丰富及法规趋严, 检测技术需进一步提升综合灵敏度与多组分分析能力。可考虑结合高分辨质谱 (HRMS)、液相色谱质谱 (LC-MS/MS) 等新型技术, 形成多维分析体系, 以实现从含量测定到结构鉴定的全流程质量监管。通过该技术体系的完善, 不仅能为阻燃材料安全评价提供科学支撑, 也将为行业标准制定和绿色阻燃剂研发奠定基础。

4 结论与展望

本研究基于超声萃取—气相色谱质谱联用 (GC-MS) 技术, 建立了塑料产品中磷系阻燃剂含量的高效检测方法。研究结果表明, 该方法具有良好的线性相关性和较高的灵敏度, 回收率稳定在 90% ~ 120% 之间, 相对标准偏差低于 10%, 能够满足多种塑料样品中阻燃剂定量分析的要求。丙酮被证实为最优萃取溶剂, 在提取效率与基质适应性方面均表现突出。与传统的固相萃取或索氏提取法相比, 该方法在时间、溶剂消耗及操作便捷性方面具有明显优势, 且能有效减少杂质干扰与系统误差。研究结果不仅为塑料制品的安全检测与质量控制提供了可行方案, 也为阻燃剂的绿色应用与风险评估提供了科学依据。

展望未来, 阻燃剂检测技术的发展将更加注重绿色化、智能化和多组分同步分析。随着新型无卤、低

毒阻燃剂的不断出现, 检测手段需进一步融合高分辨质谱 (HRMS)、液相色谱 (LC-MS/MS) 及自动化前处理技术, 以提升检测通量与定性精度。同时, 应加强阻燃剂迁移规律与环境行为的系统研究, 构建从生产源头到环境终端的全链条监测体系。通过方法创新与技术集成, 可为塑料工业的可持续发展、阻燃材料的安全监管及生态环境保护提供更加坚实的技术支撑。

参考文献:

- [1] 杨劲松, 杨滨. 绿色低毒阻燃剂的开发及其在塑料制品中的应用研究 [J]. 聚酯工业, 2024, 37(2): 59–61.
- [2] 余敏. GC-MS/MS 法检测聚氨酯泡沫塑料中 14 种有机磷酸酯阻燃剂 [J]. 中国塑料, 2023, 37(10): 8–14.
- [3] 漆刚, 姜会平, 熊婷, 等. 塑料用特种有机硅助剂的研究进展与产品开发 [J]. 塑料工业, 2017, 45(10): 144–147, 151.
- [4] 黄传友. 阻燃剂的发展及其在阻燃塑料中的应用 [J]. 低碳世界, 2016(13): 252–252, 253.
- [5] 刘芳. 气相色谱质谱法测定塑料中 6 种磷酸酯类阻燃剂的含量 [J]. 实验室检测, 2024, 2(10): 139–142.
- [6] 钟圳, 陈肇文, 王有基, 等. 微纳米塑料和有机磷阻燃剂的联合毒性效应研究进展 [J]. 生态毒理学报, 2022, 17(6): 37–68.
- [7] 谢晨敏, 隆楚月, 黎大宁, 等. 南海永兴岛和东岛土壤中微塑料和卤代阻燃剂的分布特征 [J]. 生态环境学报, 2022, 31(5): 1008–1014.
- [8] 曾星, 徐绍娟, 李强林. 溴系阻燃剂在常见塑料改性中的应用进展 [J]. 塑料, 2023, 52(1): 116–121.