

热裂解气相色谱法分析十溴联苯醚

No.GC-010

摘要：十溴联苯醚（DBDE）是一种高纯度的高效阻燃剂，它含溴量高，热稳定性极佳，最为通用于高分子塑料的阻燃，比如用于尼龙、聚丙烯、不饱和聚酯树脂和环氧树脂等各种热塑性、弹性和热固性聚合物材料中。此外，它还适用于粘合剂和背胶涂层中处理各类纺织品和家具。但研究表明，十溴联苯醚可以沉积在生物体的脂肪组织内，并通过母婴对下一代的神经系统、免疫系统造成伤害，甚至可能致癌。因此，其应用已逐步引起全球的关注。此前，挪威已先于欧盟发布法规，于2008年4月1日起全面禁止使用十溴联苯醚。美国也通过法案禁止在床垫或家具软垫等纺织品和电视机或电脑等电子产品塑料外罩中使用重量超过0.1%的十溴联苯醚。

各国纷纷出台十溴联苯醚禁限令，禁用该物质大势难挡，致力于开发更安全的阻燃剂替代品迫在眉睫。现行国内外主流测试方法包括HPLC法、GC法和GCMS法等，尤以GCMS法最为常用。这些方法尽管结果比较可靠，但是由于普遍需要采用索氏提取、超生萃取、微波消解等前处理方法，样品分析时间长，对操作人员的要求也比较高，不能用于大批量样品的快速筛查。

本文采用PY-2020iD热裂解装置和GC-2010ECD气相色谱仪联用，样品不需要前处理，直接固体进样，20分钟即可得到结果，保留时间重现性良好，峰面积重现性也可控制在适当范围内，可以进行初步定量。非常适合作为十溴联苯醚的快速筛查方法，完全能满足企业大批量快速筛查的要求。

关键词：GC-2010ECD PY-2020iD DBDE

■ 仪器

岛津GC-2010气相色谱仪配电子捕获检测器（ECD）、PY-2020iD双阶热裂解仪，AS-1020E自动进样器，GCsolution工作站。

■ 仪器分析条件

气相色谱：

色谱柱：UA-PBDE 15m x 0.25mm x 0.05 μ m，
 色谱柱温度：50°C(1min) - 30°C/min - 340°C (2min)
 进样口温度：320°C
 载气：氦气 线速度：80.4cm/s
 分流比：100：1
 控制方式：恒线速度
 ECD温度：345°C 采样时间：40ms
 电流：0.1nA 尾吹气：氮气 60mL/min

热裂解：

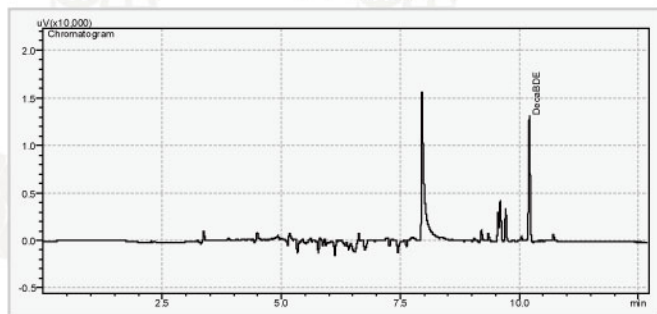
加热炉温度：250°C
 加热时间：8min
 传输温度：340°C

样品前处理及净化：

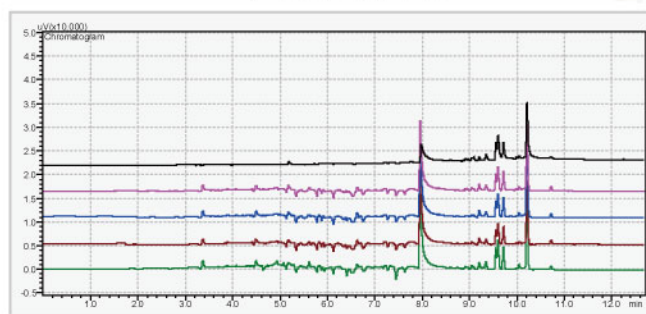
标准品：含0.1%DBDE的ABS塑料
 样品和标准品均取0.2mg，热裂解直接进样。

分析结果

DBDE标准品色谱图



5次分析色谱图对比

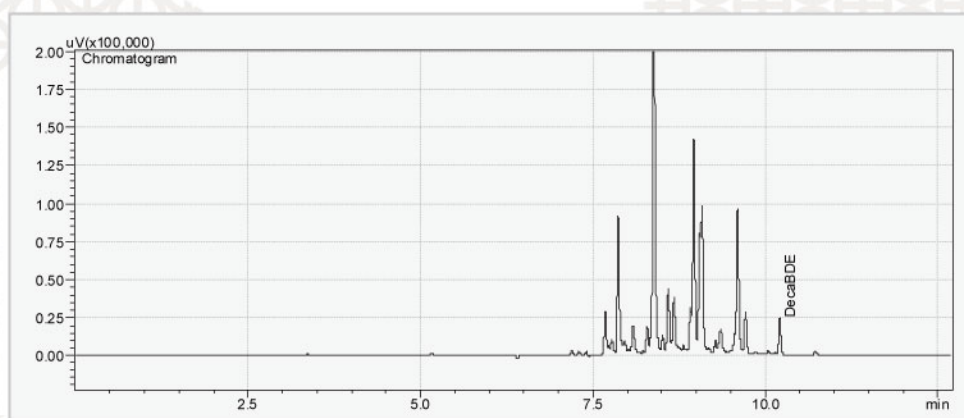


峰面积和保留时间重现性

次数	保留时间(min)	峰面积
1	10.2124	34350.33
2	10.2102	30886.40
3	10.2106	37741.60
4	10.2109	31700.72
5	10.2089	38748.01
平均值	10.2106	34685.41
RSD%	0.0125	10.12

实际样品分析结果

按本方法测定手机外壳，检出DBDE，定量结果为0.17%。



结论

采用热裂解气相色谱法分析电气材料中的十溴联苯醚具有方便、快速的突出优点，适合于工厂大批量样品的快速筛查。