



GCMS法分析PBB和PBDE

No.GCMS-002

摘要： 利用GCMS和DB-5ms薄膜柱分析PBB和PBDE，可以得到比较好的分离效果和灵敏度。

含溴阻燃剂PBB和PBDE是常用的纺织和电子材料阻燃剂，该类阻燃剂在自然环境中很难分解，可通过食物链在动物和人体内积累，给环境和人体造成严重影响。欧盟(EU)亦已更改对塑料业的环保条例，在(RoHS)中规定从2006年7月1日全面禁止PBB及PBDE等溴系阻燃剂的使用。PBDE5和PBDE8将在2004年底彻底退出日本市场。在美国，部分州通过法案，在2006年1月1日禁止使用PBDE5和PBDE8，2008年1月1日前禁止使用PBDE4。掌握这类阻燃剂在环境和人体中的残留情况极为重要。目前尚未见该类化合物分析的比较成熟的方法报道，本文利用GCMS对该类化合物进行分析。

关键词： GCMS DB-5ms 薄膜柱 PBB PBDE

实验分析条件

装置：GCMS-QP2010

进样口温度：350°C

进样方式：不分流（进样时间：1min）

流量控制方式：横线速（43.1cm/min）

色谱柱：DB-5ms, 30m × 0.25mm × 0.1 μm

柱温度：100°C(1min)–15°C/min–180°C–10°C/min–350°C(8min)

接口温度：350°C

离子源温度：260°C

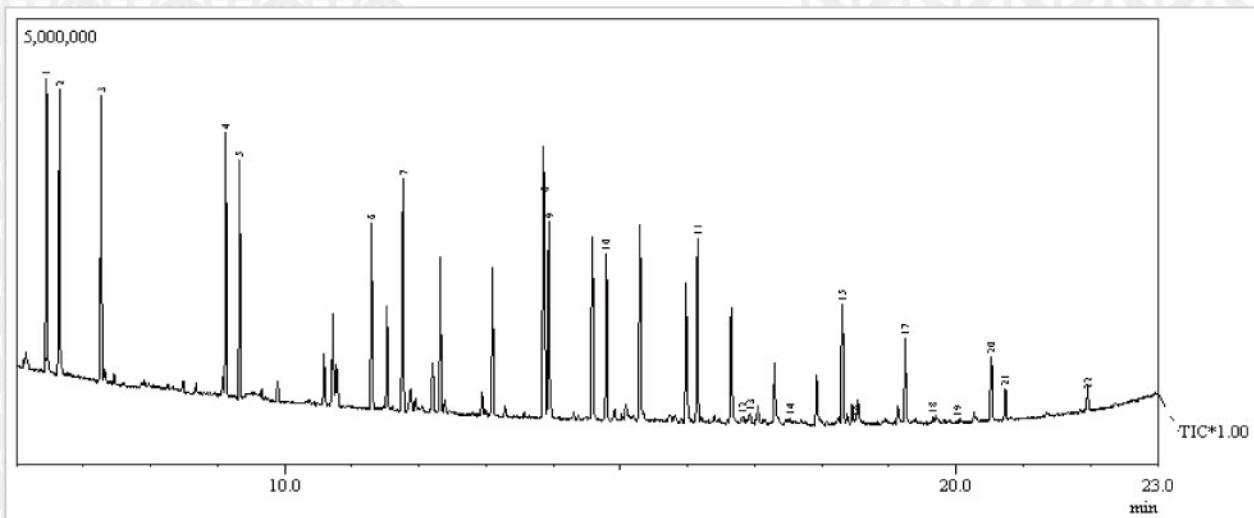


图1 22种PBB和PBDE混合物的TIC

表1 TIC中各组分的名称列表

序号	名称	保留时间	峰面积	序号	名称	保留时间	峰面积
1	PBB1	6.45	4304186	12	PBDE6	16.65	2341551
2	PBDE1	6.642	3812579	13	PBDE6	16.933	316552
3	PBB2	7.267	3854573	14	PBDE6	17.525	374119
4	PBDE2	9.125	3679661	15	PBDE6	18.308	2048087
5	PBB3	9.333	3690111	16	PBB7	18.5	9285
6	PBDE3	11.292	3109259	17	PBDE7	19.242	1551130
7	PBB4	11.758	3653070	18	PBB8	19.658	69570
8	PBDE4	13.858	6347331	19	PBB8	19.817	62979
9	PBB5	13.933	3549012	20	PBDE8	20.525	1092129
10	PBDE5	14.792	2731113	21	PBB8	20.733	582020
11	PBB6	16.15	3104835	22	PBB9	21.958	473512

表2 PBB和PBDE的分子量

Br 值	PBB	PBDE	Br 值	PBB	PBDE
1	232.9	248.9	6	627.4	643.4
2	311.8	327.8	7	706.3	722.3
3	390.7	406.7	8	785.2	801.2
4	469.6	485.6	9	864.1	880.1
5	548.5	564.5	10	943	959

■ 结论

由图1所示总离子流图可以看出,在本试验条件下,各化合物分离比较好。虽然NIST标准谱库中没有含6溴以上的PBB和3溴以上的PBDE,但是根据该类化合物的质谱图可以得到比较强的分子离子峰(表2)以及质谱图解析的知识,我们仍能判断出这些化合物。