

气相色谱-质谱联用法测定 聚合物中六溴环十二烷

No.GCMS-035

摘要：本文建立了GCMS测定多聚物中六溴环十二烷的方法，标准曲线线性关系良好，重现性好，能够快速准确的对六溴环十二烷进行定性定量分析。

关键词：六溴环十二烷 GCMS

六溴环十二烷（HBCD）是一种高溴含量的脂环族添加型阻燃剂，它具有用量低，阻燃效果好、对材料物理性能影响小等特点。主要用于EPS，聚丙烯和其它苯乙烯树脂中，更能表现出它的优异性能。此外，它适用于对针织物、丁苯胶、粘合剂和涂料，以及不饱和聚酯树脂进行阻燃处理。具有阻燃效率高、用途较广、有时不需采用锑协效剂等优点，其低填充性对聚合物性能影响极小，保证了聚合物的优良性能。在PBB/PBDE被限制后，作为替代物被大量应用。尽管HBCD具有优良的阻燃效果，但其对人类和环境会构成潜在的长期的危害。国际环保组织已将其列入《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》（POPs）名单；目前世界各国特别是发达国家都在自觉控制HBCD的产量和排量。六溴环十二烷（HBCD）属于挪威PoHS管控的物质，也同属于欧盟REACH管控物质。特别是2009年5月REACH法规将HBCD列入限制物质清单，未经特定授权不得使用。本文参照EPA3540C、EPA8270D方法，提取多聚物后对六溴环十二烷进行分析，结果选择性，重现性且线性关系好。

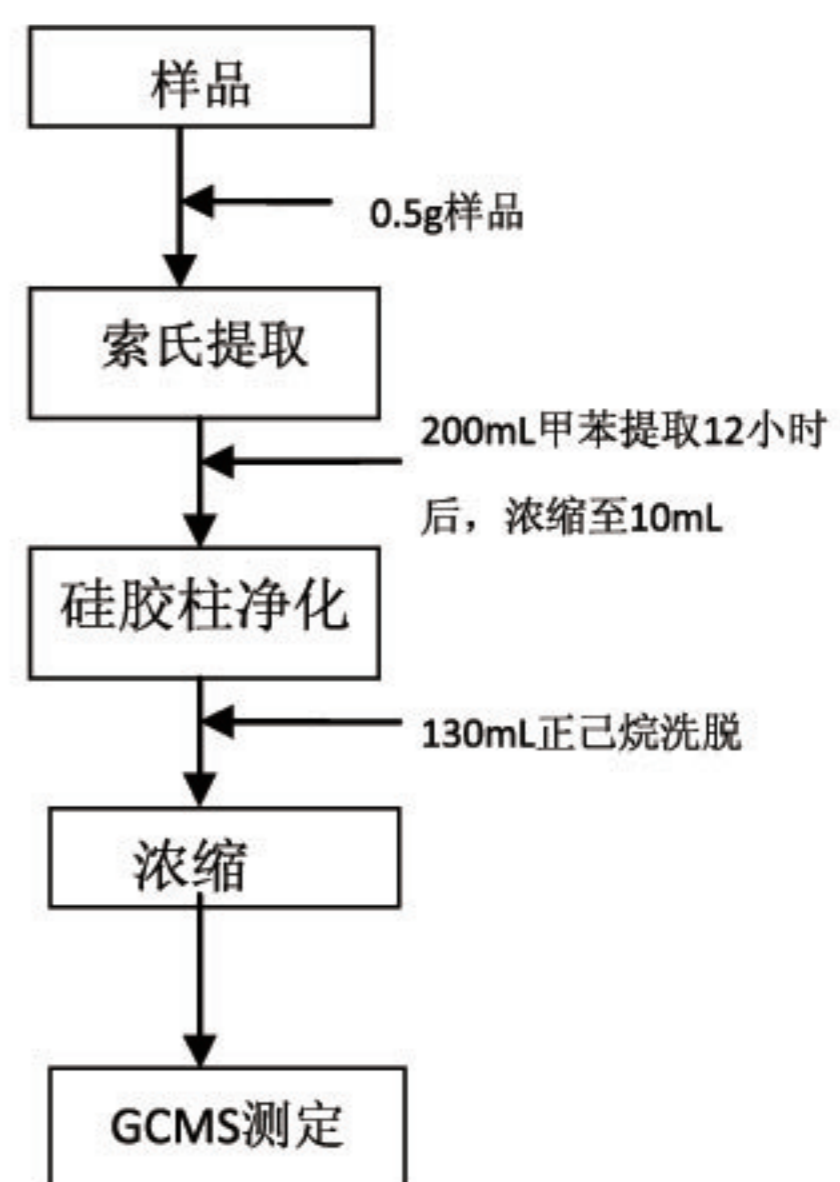
■ 仪器

日本岛津GCMS-QP2010 Plus气相色谱-质谱联用仪，EI离子源，AOC-20i自动进样器，GCMSsolution工作站；

■ 仪器分析条件

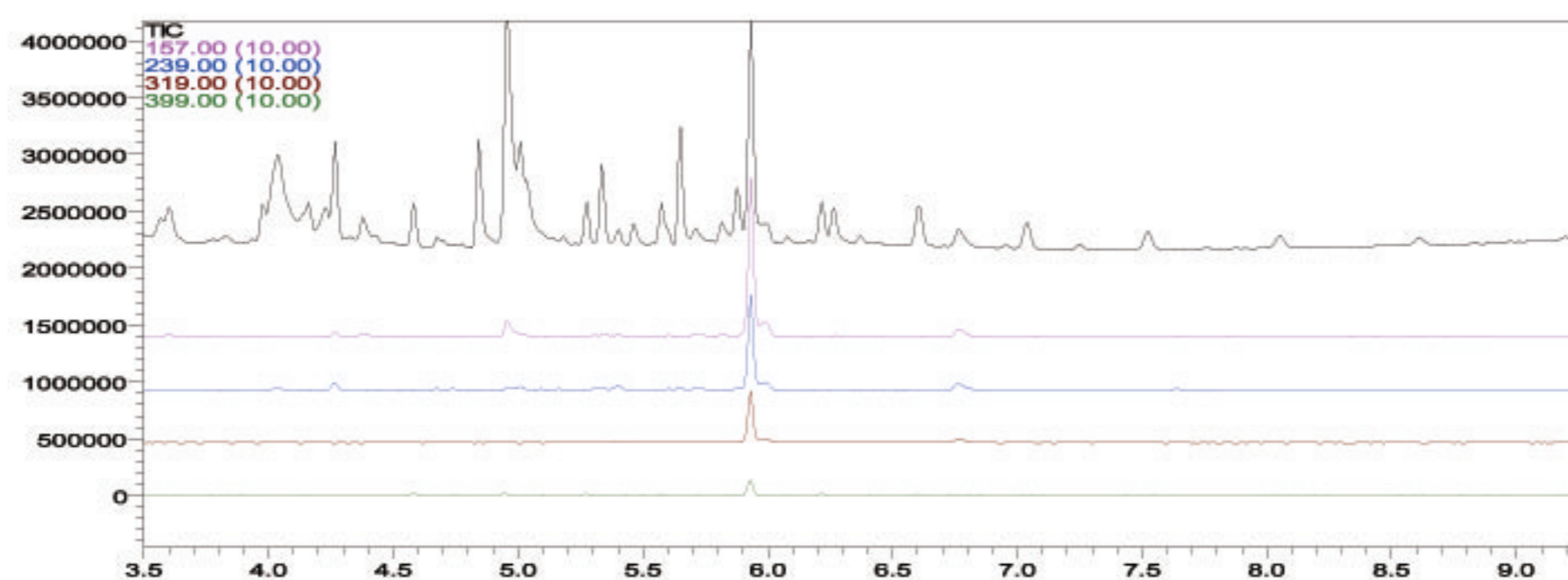
色谱柱：MXT-1，15m×0.28mm×0.10μm，
 色谱柱温度：110℃(2.0min,40℃/min)→
 250℃(10℃/min)→300℃(2min)→
 (40℃/min)→325℃(5min)
 进样口温度：250℃
 色谱-质谱接口温度：290℃
 载气:氦气 流速：1.6 mL/min
 进样方式：不分流进样，
 进样量：1μL
 分流比：20:1
 离子源温度：250℃
 线速度：66.8cm/sec
 采用SCAN全扫描模式进行定性分析，SIM选择离子模式进行定量分析。

■ 样品的制备



分析结果

1、六溴环十二烷标准的TIC图



2、标准曲线及检测限

配制1.0ppm, 2.5 ppm, 5.0 ppm标准溶液浓度系列, 1 μ L进样, SIM采集, 得到标准曲线见图1, 相关系数为0.9998。并以信噪比S/N=3计算六溴环十二烷的检测限为0.04 μ g/L。

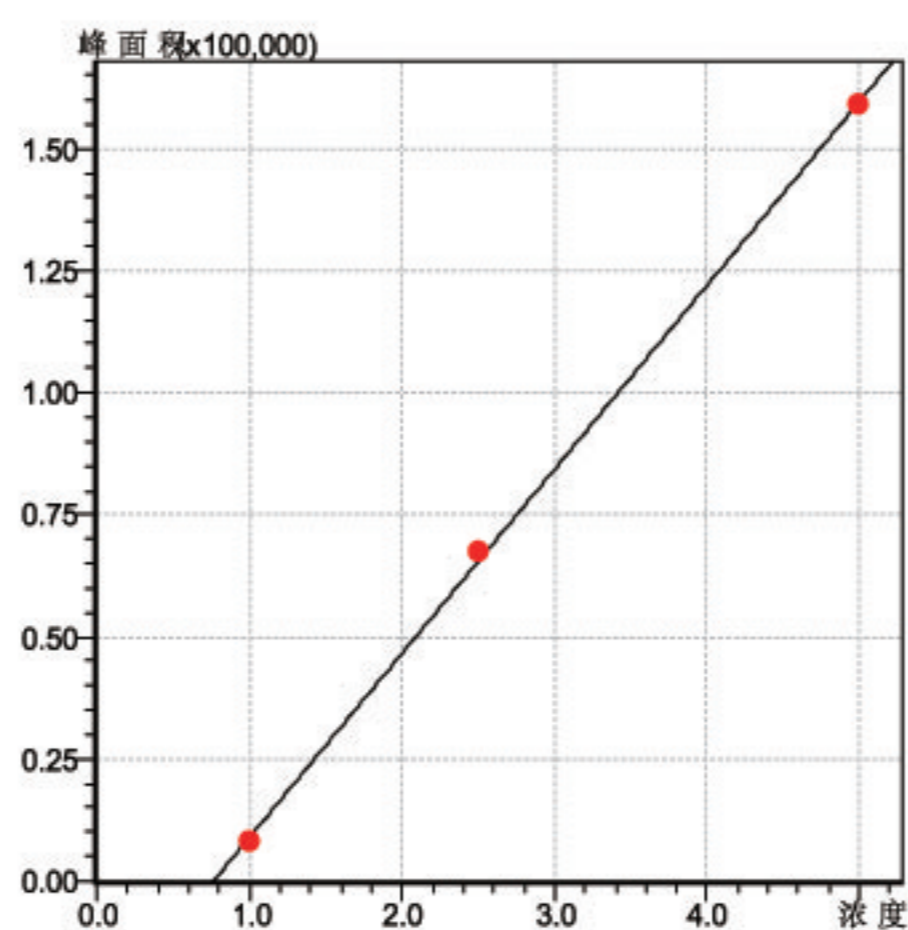


图1 六溴环十二烷校准曲线

3、重复性测试

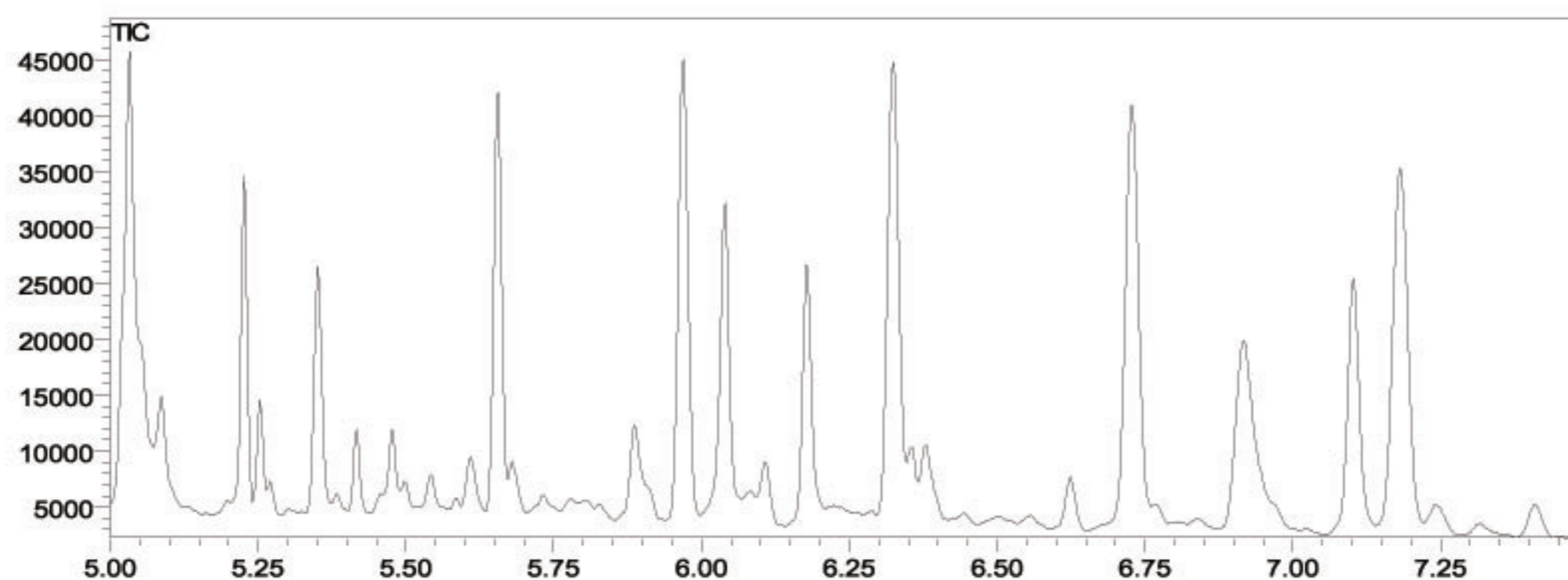
以1.0ppm的标准溶液连续进样5次, 进行重复性实验, 保留时间及峰面积重现好。结果见表1。

表1 重现性测试(n=5)

化合物名称		1	2	3	4	5	RSD%
六溴环十二烷	保留时间	6.038	6.037	6.037	6.037	6.037	0.01%
	面积	7668	7172	7730	7682	7376	3.21%

4、样品测试

按本方法测定塑料样品, 得到的样品图谱见图2, 六溴环十二烷含量为32.04mg/Kg。



利用全扫描SCAN方式得到塑料样品中六溴环十二烷质谱图与标准质谱图比较，见图3，表明SCAN方式得到的质谱图与标准质谱图相似性好。

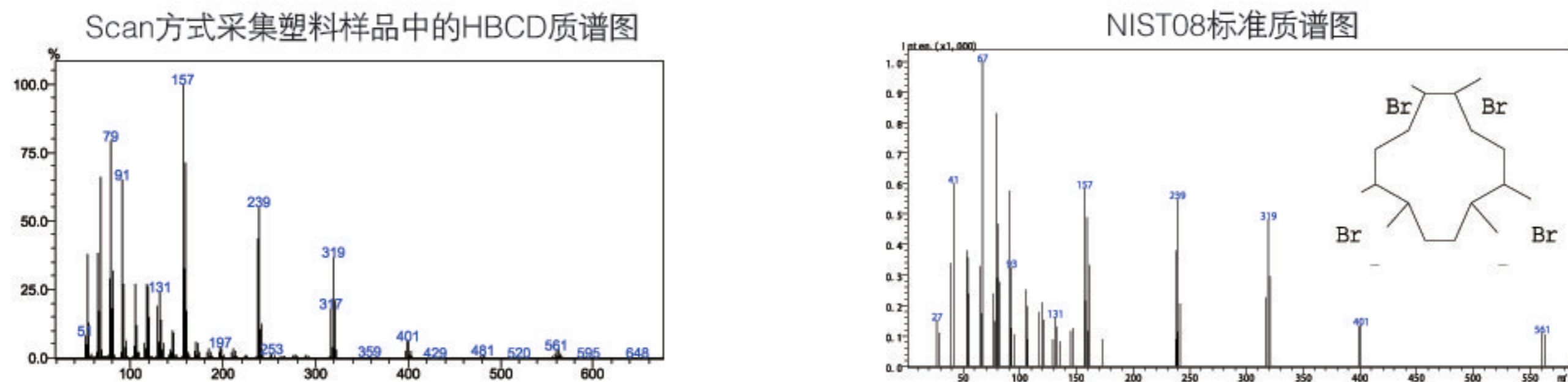


图3 Scan方式采集到样品中的HBCD质谱图和标准质谱图

结论

本文建立了GCMS测定多聚物中六溴环十二烷的方法，标准曲线线性关系良好，重现性好，能够快速准确的对六溴环十二烷进行定性定量分析。