

气相色谱质谱联用法测定塑料电子电器产品中的四溴双酚A

GCMS-072

摘要：建立了以氯仿/正己烷(1:1)为萃取剂，超声萃取塑料电子电器样品中四溴双酚A的气相色谱-质谱联用快速检测方法，方法操作简单，实用性强。

关键词：超声萃取 塑料电子电器样品 四溴双酚A 气相色谱-质谱联用

四溴双酚A(TBBPA)是一种常用溴系阻燃剂，广泛用于合成材料的阻燃，因其毒性较低，与基材相容性好而得到广泛应用。TBBPA可以作为添加型阻燃剂，主要用于ABS、HIPS及不饱和聚酯等材料的阻燃；也可以作为反应型阻燃剂，四溴双酚A大量用于生产溴代环氧酯中间体、溴代聚碳酸酯。无论是反应型还是添加型四溴双酚A都会释放到环境中。

随着国际环保立法日趋严格，人们越来越关注溴系阻燃剂对环境和人体的危害。欧洲一些国家的相关法律法规和各大公司的环境管理物质清单里，均对溴系阻燃剂作出了严格的管控要求。挪威要求禁止在消费产品中使用某些有害物质的禁令(RoHS禁令)中提出了四溴双酚A含量不得大于1%。该规定已于2008年1月生效，涵盖了绝大部分消费品(除了电子电器产品外，还包括衣服、建筑、玩具等)。

四溴双酚A检测通常采用液相色谱法、液相色谱-质谱联用法或重氮甲烷衍生气相色谱-质谱联用法。萃取及操作条件苛刻繁琐。

本文提出了一种简便快捷的萃取分析方法，萃取剂氯仿/正己烷(1:1)用于塑料电子电器样品的提取，适宜的气相色谱条件测试，方法操作简单、重现性好，完全满足塑料电子电器产品中四溴双酚A的定性、定量要求。

实验部分

1.1 仪器

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

作站。

1.2 色谱条件

色谱柱：MXT-1(15 m×0.28 mm×0.10 μm)

色谱柱温度：100°C(1 min) 20°C/min 240°C(3 min)
30°C/min 300°C(5 min)

进样口温度：280°C

载气：He；恒线速度：66 cm/sec

进样方式：分流进样；分流比：40:1

进样量：1 μL

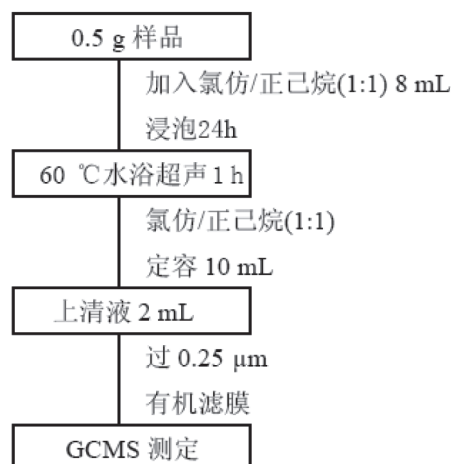
离子源温度：250°C

色谱-质谱接口温度：290°C

采用SCAN全扫描模式进行定性分析，采用SIM选择离子模式(529, 527, 544, 293)进行定量分析。

1.3 样品前处理过程

样品粉碎后，按以下步骤操作



结果与讨论

2.1 四溴双酚A标准溶液色谱图

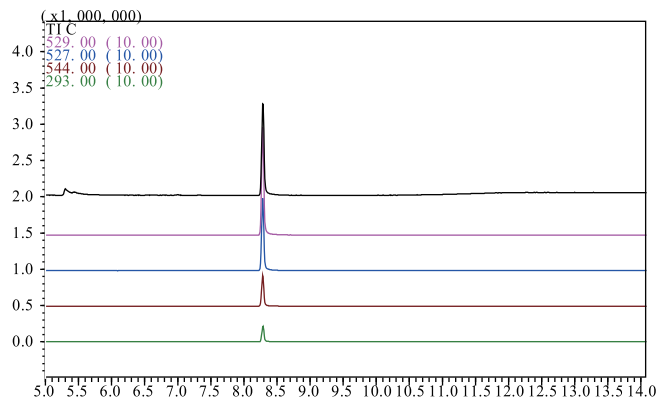


图1 四溴双酚A标准溶液TIC图

2.2 标准曲线及检测限

配制10 mg/L, 25 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L, 200 mg/L标准溶液系列浓度, 1 μ L进样, SIM方式采集, 得到标准工作曲线如下图2所示。

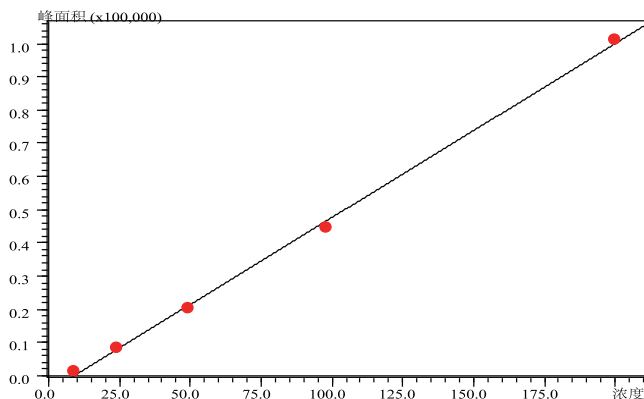


图2 四溴双酚A曲线图

相关系数为0.99965。以信噪比S/N=3计算四溴双酚A检测限, 以信噪比S/N=10计算四溴双酚A的定量限列于表1中。结果表明, 在10~200 mg/L范围内, 浓度与峰面积有良好的线性关系。

表1 四溴双酚A检测限

组分	LOD(mg/L)	LOQ(mg/L)
四溴双酚A	0.03	0.1

2.3 精密度测试

50 mg/L的标准溶液连续测定5次, 考察仪器精密度。峰面积的RSD为3.13%, 结果见表2。

表2 四溴双酚A重现性数据

No.	峰面积	保留时间(min)
1	20229	8.286
2	19601	8.289
3	19492	8.289
4	19738	8.288
5	18512	8.285
平均值	19514	8.287
RSD(%)	3.21	0.022

2.4 回收率测定

将四溴双酚A标准溶液分别添加于塑料电线外皮样品和塑料样品中, 添加浓度为20 mg/L, 按上述方法进行样品前处理, 考察方法回收率, 得到回收率结果如下表3所示。

表3 添加回收率结果

	空白值 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)
电线外皮 1	22	43	105
电线外皮 2	15	37	110
塑料	未检出	19	95

进行回收率考察时, 同时测定了上述三种样品的空白值, 发现电线外皮1、电线外皮2样品中含有四溴双酚A, 换算到样品中浓度电线外皮1为428 mg/kg, 电线外皮2为308 mg/kg, 塑料样品未检测出四溴双酚A。

结论

本方法使用氯仿/正己烷(1:1)对塑料电子电器产品材料进行超声提取, GCMS检测其中四溴双酚A含量, 方法操作简单、准确可靠, 重现性好, 在10~200 mg/L浓度范围内标准曲线线性良好, 相关系数为0.99965。方法回收率在95~110%之间。本方法可以有效地检测塑料电子电器产品材料中四溴双酚A的含量。